HAL
open science

Propriétés élastiques et anisotropie des roches mères : approche expérimentale multi-échelle et modélisation par milieu effectif

Hamza Tazi

To cite this version:

Hamza Tazi. Propriétés élastiques et anisotropie des roches mères : approche expérimentale multi-échelle et modélisation par milieu effectif. Matériaux. Université Paris-Est, 2019. Français. NNT : 2019PESC1022 . tel-02878713

HAL Id: tel-02878713

https://pastel.hal.science/tel-02878713

Submitted on 23 Jun 2020

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.

THESE de Doctorat

Préparée à IFPEN et au laboratoire Navier

Présentée par

Hamza TAZI

Pour l'obtention du grade de

Docteur de l'Université Paris-Est

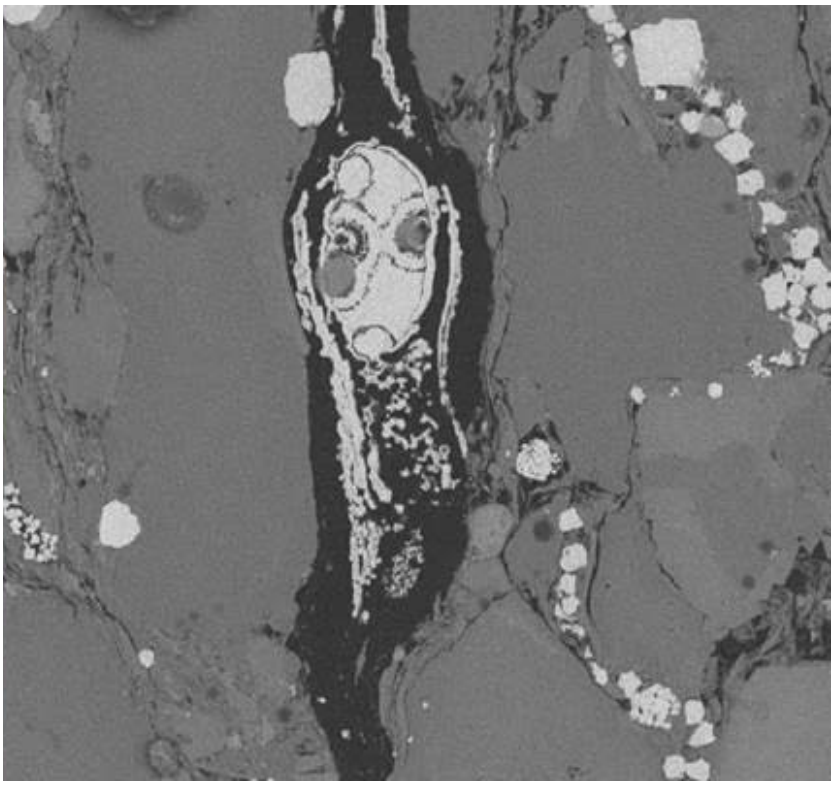
Ecole doctorale : Sciences, Ingénierie et Environnement.

Spécialité : Géomatériaux

Propriétés élastiques et anisotropie des roches mères : approche expérimentale multi-échelle et modélisation par milieu effectif.

Soutenue le 15 Janvier 2019 devant le jury composé de :

Luc Dormieux	*Directeur de thèse*
Elisabeth Bemer	*Co-encadrante*
Albert Giraud	*Rapporteur*
Béatrice Ledésert	*Rapporteure*
Djimédo Kondo	*Examinateur*
Béatrice Yven	*Examinatrice*
Denis Garnier	*Invité*
Mathilde Adelinet	*Invitée*



« Le cri », réf échantillon 173544

Remerciements

Je voudrais remercier les membres du jury d'avoir accepté d'examiner mes travaux de thèse ainsi que pour leurs remarques et les questions contructives.

Au cours de ces trois années à IFPEN et au laboratoire Navier, j'ai pu bénéficier d'un environnement de travail stimulant grâce aux personnes que j'ai rencontrées et avec qui j'ai pu interagir.

Tout d'abord, je voudrais exprimer ma profonde reconnaissance à mon encadrante Elisabeth Bemer pour sa confiance, son temps, ses encouragements et ses conseils que je n'oublierai jamais. Je tiens à remercier mon directeur de thèse Luc Dormieux pour nos échanges, ses remarques éclairées et son humour. A mes encadrants, merci pour votre générosité de cœur et d'esprit. Je tiens également à remercier Mathilde Adelinet, Denis Garnier et Eric Kohler pour les échanges constructifs que nous avons eus, sans oublier Tristan Euzen sans qui je n'aurais jamais eu d'échantillons.

Je tiens à remercier les membres du département géosciences d'IFPEN et de l'équipe Multi-échelle du laboratoire Navier. Je remercie très vivement Herman, Michel, Valérie, Fanny, Jean-Marc pour leur aide et leurs contributions expérimentales. Merci à Joël et Florent pour les heures passées ensemble à chercher les empreintes d'indentation au microscope électronique.

Je souhaite adresser mes remerciements à Sylvie, Meriem et Amel pour leur accompagnement administratif du premier au dernier jour à IFPEN. Je tiens aussi à remercier mes collègues et amis doctorants sans qui ces trois dernières années auraient été différentes : Adrianna, Ariane, Aurélien, Cédric, Chakib, Christopher, Claire, Damaris, Dandan, Imane, Jean, Julie, Kanchana, Lucas, Mathieu, Martina, Mona, Nicolas, Omar, Sophie, Viriginie, Xavier, Zady, Zaineb …

Je terminerai en remerciant mes parents, ma sœur, Basma et tous mes proches pour leur soutien et leur encouragement inconditionnel.

Résumé

La production d'huiles et de gaz issus des réservoirs non conventionnels représente aujourd'hui une très large part de la production d'Amérique du Nord. Une meilleure connaissance des propriétés des roches mères s'avère ainsi un enjeu scientifique et économique. Cette thèse s'oriente autour des propriétés élastiques et de l'anisotropie de ces roches. Elle combine des approches expérimentales à différentes échelles dont les résultats sont intégrés dans des modèles de milieu effectif.

Les échantillons caractérisés proviennent des formations Montney et Doig (bassin sédimentaire ouest canadien). Les résultats de nos essais ont été comparés à une base de données expérimentales construire à partir de données de la littérature correspondant à différentes formations de roches mères ce qui a permis d'étudier les corrélations entre les propriétés pétroacoustiques et différents paramètres intrinsèques (densité, porosité, composition) et extrinsèques (niveau de confinement appliqué pendant les essais). Les principales observations montrent l'influence de la teneur en argiles et en matière organique et de la porosité sur les vitesses de propagation des ondes, ainsi que l'influence spécifique des argiles sur l'anisotropie du matériau. Les propriétés mécaniques des différents constituants des formations Montney et Doig ont été caractérisées grâce au couplage entre des mesures par nanoindentation et des analyses au MEB-EDS.

Les différentes observations et résultats expérimentaux obtenus dans le cadre la thèse ont été intégrés dans une modélisation de type milieu effectif qui se veut représentative de la microstructure des roches mères (peu matures à très matures). Un modèle simplifié constitué de cinq phases isotropes et d'une phase isotrope transverse (argiles) a tout d'abord été défini. Ce modèle permet d'estimer les propriétés élastiques des roches mères mais sous-estime leur anisotropie. Par la suite, ce modèle a été adapté aux spécificités des formations Montney et Doig. Pour ces formations, les observations par microscopie électronique montrent que les argiles et la matière organique sont localisées entre les autres minéraux. Le composite argiles-MO-pores apporte ainsi de la souplesse au milieu en enrobant les autres minéraux. Les propriétés élastiques des différents constituants sont obtenues grâce à la nanoindentation. Les argiles ont été modélisées comme étant isotropes et la muscovite comme étant isotrope transverse. Le modèle propre aux formations Montney et Doig nous a permis d'estimer les propriétés élastiques et l'anisotropie de nos échantillons.

Mots-clés : géomatériaux, roches mères, propriétés élastiques, anisotropie, nanoindentation, MEB-EDS, modélisation de type milieu effectif.

Abstract

The oil and gas production from unconventional reservoirs represents a large part of North America's production. Improving the knowledge of source rock characteristics constitutes a major scientific and economic challenge. This thesis focuses on the elastic properties and anisotropy of source rocks and combines a multiscale experimental workflow with modeling using an effective medium approach.

The studied samples come from Montney and Doig formations (Western Canadian sedimentary basin). Our experimental data have been compared to an experimental database built from literature data corresponding to different source rock formations. This comparison illustrates the links between acoustic properties and several source rock internal parameters (density, porosity, composition) and external parameters (confining pressure during acoustic tests). The main observations show the influence of the content of clays and organic matter and of the porosity on the velocities and the specific influence of clays on the anisotropy of source rocks. The different components of Montney and Doig formations have been characterized through the combination of nanoindentation measurements and SEM-EDS analyses.

The observations and experimental results of this thesis have been integrated into effective medium models, which take into account source rock microstructure. A simplified model based on five isotropic phases and one transverse isotropic phase (clays) has first been defined. It allows the estimation of the elastic properties of source rocks, but underestimates their anisotropy. This model has then been adapted to the specificities of Montney and Doig formations. For these formations, SEM observations indicate that clays and organic matter are localized between grains. The clays-OM-pores composite thus adds compliance to Montney and Doig formations by coating the other minerals. The elastic properties measured through nanoindentation are used as input data. The clays are modeled as an isotropic phase and the muscovite as a transverse isotropic phase. The derived model enables us to estimate the elastic properties and the anisotropy of our samples.

Keywords: geomaterials, source rock, elastic properties, anisotropy, nanoindentation, SEM-EDS, effective medium modelling

Table des matières

Introduction **15**

1 Etude des composants des roches mères : Des observations au modèle microstructural **17**

1.1 Matière organique 18

1.1.1 Définition de la matière organique 18

1.1.2 Caractérisation de la matière organique 18

1.2 Argiles 20

1.2.1 Structure des différents feuillets argileux 20

1.2.2 Structure multi-échelle des argiles 21

1.2.3 Réorientation des argiles lors de l'enfouissement 22

1.3 Porosité 22

1.3.1 Caractérisation de la porosité 22

1.3.2 Observations par microscopie électronique 27

1.3.3 Evolution de la porosité en fonction de l'enfouissement 31

1.4 Processus diagenétiques 36

1.5 Bilan : intégration des observations dans un modèle microstructural 38

2 Approche expérimentale intégrée pour la caractérisation des roches mères : Données pour la modélisation **41**

2.1 Contexte géologique 43

2.2 Application de l'approche expérimentale intégrée pour les formations Montney et Doig 44

2.2.1 Mise en place de l'approche expérimentale 44

2.2.2 Echantillonnages 45

2.2.3 Composition des échantillons 48

2.2.4 Mesures de porosité 53

2.2.5 Mesures pétroacoustiques 59

2.3 Base de données : Mise en perspective de l'approche expérimentale 67

2.3.1 Données collectées de la littérature 67

2.3.3 Harmonisation des données de la littérature 71

2.3.4 Etude des variations de propriétés des roches mères 72

2.4 Bilan de l'approche expérimentale 83

3 Couplage entre nanoindenteur et MEB-EDS : Caractérisation mécanique des phases **85**

3.1 Nanoindentation 87

3.1.1 Principe de la nanoindentation 87

3.1.2 Nanoindentation des matériaux hétérogènes 89

3.2 Mise au point de l'approche expérimentale couplée 91

3.2.1 Introduction 91

3.2.2 Matériels expérimentaux 92

3.2.3 Echantillon 93
3.2.4 Préparation de surface 93
3.2.5 Caractérisation des surfaces polies 94
3.2.6 Conditions expérimentales des essais par nanoindentation 100
3.2.7 Acquisition MEB-EDS 102
3.2.8 Analyse des données 103
3.2.9 Validation du couplage 106
3.3 Caractérisation par couplage entre un nanoindenteur et un MEB-EDS 108
3.3.1 Echantillonnage 108
3.3.2 Préparation de surface 109
3.3.3 Evolution de la rugosité lors du polissage 110
3.3.4 Caractérisation mécanique des échantillons 112
3.3.5 Caractérisation mécanique des minéraux 115
3.4 Bilan de la caractérisation mécanique des phases 125

4 Estimation des propriétés élastiques et de l'anisotropie : Modélisation par milieu effectif 127
4.1 Bases théoriques du changement d'échelle 129
4.1.1 Méthodologie de l'homogénéisation 129
4.1.2 Méthodes d'estimation 129
4.2 Approche milieu effectif pour les roches mères 131
4.2.1 Modélisation des constituants des roches mères 132
4.2.2 Modèle simplifié 133
4.3 Application du modèle simplifié 134
4.3.1 Formations retenues de la base de données 134
4.3.2 Propriétés des phases 135
4.3.3 Résultats des modélisations 137
4.4 Etude de sensibilité 142
4.4.1 Anisotropie des argiles 142
4.4.2 Aplatissement du composite argiles-MO-pores 143
4.4.3 Fissures 147
4.4.4 Bilan de l'étude de sensibilité 152
4.5 Paramétrisation du modèle de milieu effectif pour les formations Montney et Doig 154
4.5.1 Justification de l'utilisation du couplage Nanoindenteur et MEB-EDS 154
4.5.2 Propriétés mécaniques des phases à partir des résultats du couplage entre Nanoindenteur et MEB-EDS 154
4.6 Modélisation des échantillons des formations Montney et Doig 158
4.6.1 Estimations des vitesses 159
4.6.2 Estimations des paramètres d'anisotropie 161
4.7 Bilan de la modélisation 162

5 Conclusions générales et perspectives 163
5.1 Conclusions 163
5.1.1 Conclusions méthodologiques 164

5.1.2 Conclusions concernant les formations Montney et Doig 165
5.2 Perspectives..... 166
Annexes..... 167
Références..... 186

Introduction

Les roches mères sont des roches sédimentaires riches en matière organique ; elles ont généralement des teneurs importantes en argiles et des compositions minéralogiques variées. Au cours de l'évolution des bassins sédimentaires, les conditions de pression et de température varient selon l'enfouissement des roches mères. Au-delà de 80°C, l'augmentation de la température peut conduire à la genèse d'hydrocarbures sous la forme d'huile et de gaz à partir du craquage thermique de la composante organique de la roche mère.

Une grande partie des hydrocarbures générés lors de la maturation de la matière organique migre à travers des drains ou fractures naturelles notamment celles induites par les surpressions d'huile et de gaz. L'autre partie reste piégée dans la roche mère. Les roches mères peuvent donc être considérées comme des réservoirs (non conventionnels) pouvant présenter des accumulations d'hydrocarbures importantes. Les hydrocarbures piégés dans les roches mères sont soit adsorbés, soit à l'état libre dans le réseau poreux et dans les fractures.

L'expulsion des hydrocarbures dépend des propriétés mécaniques et pétrophysiques des roches mères. Leur capacité à être produites est directement liée à leur réponse à la stimulation mécanique. En 2017, l'Agence Internationale de l'Energie a estimé que la production d'huiles et de gaz issue des réservoirs non conventionnels correspond à la moitié de la production des Etats-Unis valant respectivement 4,66 millions de barils par jour et 470 Gm^3/an. Une meilleure connaissance des propriétés mécaniques des roches mères s'avère donc être un enjeu scientifique et économique

La thèse se focalise sur l'influence des composants et de la microstructure des roches mères sur leurs propriétés élastiques et leur anisotropie. Nous avons ainsi développé une méthode de caractérisation expérimentale multi-échelle et mis en œuvre des approches théoriques de changement d'échelle.

Le **Chapitre 1** synthétise les données de la littérature décrivant les différents composants des roches mères et leur évolution au cours de l'enfouissement. On s'intéresse tout d'abord à la matière organique, aux argiles, à la porosité et enfin aux autres minéraux entrant dans la constitution des roches mères. Par la suite, nous avons superposé ces données à nos observations par microscopie électronique afin de mettre en place un modèle microstructural.

Le **Chapitre 2** a pour but d'étudier l'influence des différents constituants des roches mères sur leurs propriétés élastiques et leur anisotropie. Pour cela, nous avons mis en place une approche expérimentale intégrée donnant accès à des mesures mécaniques à l'échelle de l'échantillon et à des informations microstructurales. Les mesures mécaniques ont été restreintes à des essais pétroacoustiques du fait des problèmes rencontrés lors du carottage de nos échantillons provenant des formations Montney et Doig. Nos résultats expérimentaux ont été comparés avec des données correspondant à différentes formations de roches mères.

Le **Chapitre 3** propose une approche expérimentale permettant une caractérisation déterministe des propriétés mécaniques des composants des roches mères. Nous avons validé une approche expérimentale couplant des essais de nanoindentation et des analyses au MEB-EDS. L'identification de la composition chimique des zones indentées permet ainsi de superposer de manière univoque propriétés mécaniques et composition minéralogique.

Le **Chapitre 4** intègre les observations et les résultats expérimentaux des précédents chapitres (Chapitre 1 et Chapitre 2) dans une modélisation de type milieu effectif. Un premier modèle simplifié est défini à partir des données de la littérature. Par la suite, il a été adapté aux spécificités des formations Montney et Doig en se basant sur les propriétés élastiques des différentes phases obtenues grâce au couplage développé au Chapitre 3.

Enfin les **conclusions** générales et les **perspectives** de ce travail de recherche sont énoncées à la fin du mémoire.

1 Etude des composants des roches mères : Des observations au modèle microstructural

Préambule

A travers ce chapitre, nous avons cherché à décrire l'évolution des différents constituants des roches mères au cours de l'enfouissement. On s'intéresse tout d'abord à la matière organique, aux argiles, à la porosité et enfin aux autres minéraux. Les différentes méthodes expérimentales employées pour caractériser les différentes phases sont décrites et comparées. Puis, les données disponibles dans la littérature sont intégrées pour décrire l'évolution de chaque phase au cours de l'enfouissement.

Les données de la littérature, complétées par les observations que nous avons réalisées par microscopie électronique, nous ont permettent de définir un modèle microstructural générique. Ce modèle est le résultat principal de ce chapitre et se veut représentatif des observations géologiques. Il est associé à des roches mères peu matures à très matures.

Pour la suite de l'étude, l'analyse critique des méthodes expérimentales permettant la caractérisation des composants des roches mères nous permettra de mettre en place l'approche expérimentale (Chapitre 2).

Le modèle microstructural est quant à lui fondamental pour déterminer les conditions expérimentales de la caractérisation par nanoindentation (Chapitre 3) et pour la modélisation par milieu effectif (Chapitre 4).

1.1 Matière organique

1.1.1 Définition de la matière organique

La matière organique est composée majoritairement des éléments chimiques suivants : carbone (C), oxygène (O), hydrogène (H), soufre (S) et azote (N). Elle est constituée d'une fraction organique insoluble dans les solvants organiques correspondant au kérogène et d'une fraction soluble dans ces mêmes solvants correspondant au bitume (Durand 1987). Le kérogène est la fraction organique à partir de laquelle sont générés les huiles et les gaz. La Figure 1 schématise les composants d'une roche riche en matière organique.

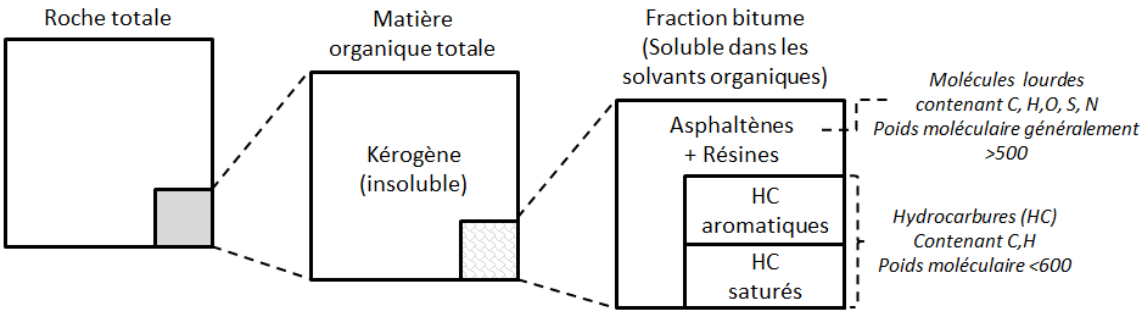


Figure 1 – Composition schématique d'une roche mère et de la matière organique qu'elle contient (d'après Durand (1987)).

1.1.2 Caractérisation de la matière organique

La quantification et la caractérisation de la matière organique est communément réalisée par pyrolyse Rock-Eval selon la méthode bulk (Tissot et Espitalié 1975; Lafargue et al. 1998; Behar et al. 2001). Les principaux paramètres obtenus sont le carbone organique total (TOC en %), la température maximale de pyrolyse (Tmax en °C), l'indice d'hydrogène (IH en mg d'hydrocarbures/g de TOC) et l'indice d'oxygène (IO en mg d'hydrocarbures/g de TOC). Plus récemment, cette méthode a été adaptée pour des roches appartenant à des systèmes non conventionnels permettant ainsi une meilleure quantification (Romero-Sarmiento et al. 2016). Une roche est considérée comme étant une roche mère potentielle quand le carbone organique total (TOC) dépasse 3% de sa masse (Durand 1980).

L'origine de la matière organique introduit des variations dans sa composition élémentaire. Les différences de composition, notamment les rapports atomiques H/C et O/C (diagramme de Van Krevelen), sont exploitées afin d'identifier l'origine de la matière organique.

La matière organique dite de type I est d'origine lacustre. Elle a un rapport atomique H/C élevé et un rapport atomique O/C bas. La formation la plus connue de kérogène de type I est la formation Green River datant de l'Eocène et se situant dans le bassin d'Uinta.

La matière organique dite de type II est d'origine marine avec un rapport atomique H/C plus bas et un rapport atomique O/C plus élevé que le type I. Le type II correspond à la matière

organique du Toarcien inférieur du bassin de Paris, ainsi qu'à la formation Montney qui s'est déposée pendant le Trias Inférieur dans le bassin sédimentaire Ouest Canadien (Crombez et al. 2016).

La matière organique dite de type III est issue de végétaux supérieurs. Ses rapports atomiques H/C et O/C sont respectivement faible et élevé. L'une des formations contenant du kérogène de type III est la formation Mannville qui s'est déposée entre le milieu et la fin du Crétacé dans le bassin sédimentaire Ouest Canadien (Moshier et Waples 1985).

1.1.2.1 Evolution thermique du kérogène et genèse d'huile et gaz

L'évolution du kérogène en fonction de la profondeur/température est divisée en trois évènements : diagenèse, catagenèse, métagenèse. Les trois évènements successifs sont associés respectivement à des températures de 10°C à 80°C, 80°C à 120°C et de 120°C à 160°C (Baudin et al. 2007). Pendant la diagenèse, la matière organique subit des altérations thermiques conduisant à la libération de gaz carbonique et d'eau, mais aussi d'acides organiques formant le kérogène et les produits lourds. Le craquage du kérogène démarre à la catagenèse ; il génère tout d'abord des produits lourds puis des produits de plus en plus légers avec l'augmentation de la température (Figure 2). Au stade de la métagenèse, le craquage thermique du kérogène conduit à la formation de gaz, et les huiles thermiquement instables sont fractionnées en hydrocarbures plus légers sous forme de gaz (Figure 2), ainsi qu'en une fraction carbonée appelée pyrobitume ou bitume solide (Tissot et Welte 1984; Baudin et al. 2007).

Les méthodes communément utilisées pour caractériser l'état de maturité d'un kérogène sont la mesure de la réflectance de la vitrinite (Ro %) et la température maximale de pyrolyse (Tmax °C).

La mesure de réflectance de la vitrinite est basée sur le pourcentage de réflexion de la lumière sur la surface de particules de vitrinite. Cette dernière fait partie des macéraux du kérogène. Lors de l'augmentation de la température, ses entités aromatiques tendent à s'orienter augmentant ainsi la réflexion (Figure 2).

La température maximale de pyrolyse reflète le niveau de maturation de la matière organique. En effet, plus la matière organique a subi une maturation thermique avancée, plus la température à laquelle craqueront des hydrocarbures nouveaux sera elle-même élevée (Baudin et al. 2007).

La Figure 2 permet de suivre l'évolution de la nature de la matière organique en fonction de la profondeur. Le craquage thermique du kérogène conduit à générer des molécules d'hydrocarbures et un résidu carboné composé de kérogène néoformé et de kérogène résiduel (Tissot et Welte 1978). Le kérogène résiduel correspond à une fraction du kérogène initial. Le kérogène néoformé correspond au pyrobitume issu du craquage thermique des huiles ; il est solide et insoluble (Edman et Surdam 1986; Baudin et al. 2007). Le craquage thermique des

huiles est appelé craquage secondaire. Afin de simplifier notre approche, nous n'essayerons pas de différencier les constituants de la matière organique.

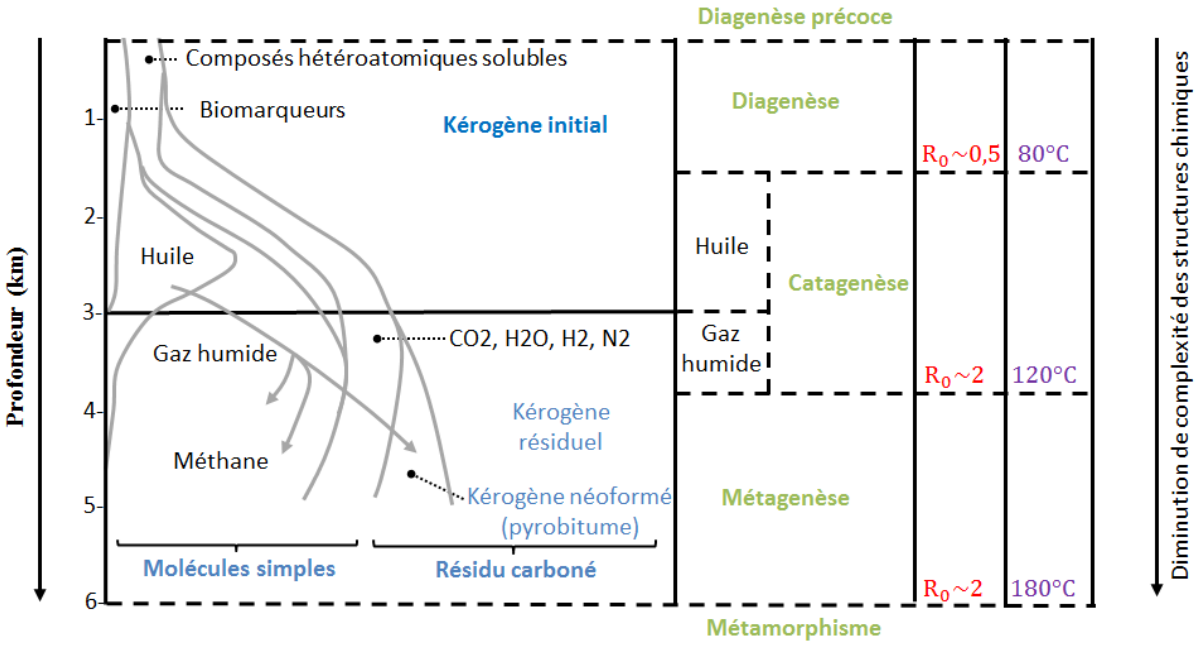


Figure 2 – Evolution de la matière organique en fonction de la profondeur (modifié d'après Baudin et al. (2018)).

1.2 Argiles

Les roches mères ont des teneurs variables en argiles. Ces minéraux ont des propriétés et des structures propres qui influencent les propriétés macroscopiques des roches mères.

1.2.1 Structure des différents feuillets argileux

Les minéraux argileux sont des phyllosilicates d'aluminium dont les feuillets sont constitués de couches d'octaèdres $Al(OH)_6$ et de couches de tétraèdres SiO_4 reliées par les atomes O et OH mis en commun.

Les feuillets argileux peuvent être composés de trois couches TOT (tétraédrique, octaédrique, tétraédrique) comme pour l'illite et la smectite, ou de deux couches TO (tétraédrique, octaédrique) comme pour la kaolinite (Meunier, 2003). L'épaisseur du feuillet et de l'espace interfolliaire est estimé à 7 Å pour la kaolinite et 10 Å pour l'illite (Figure 3). L'assemblage de ces différents feuillets en particules argileuses orientées ou non dans l'espace aura une forte influence sur la symétrie des propriétés mécaniques de la roche (paragraphe 4.4.1).

La nature minéralogique des phyllosilicates conduit à des propriétés différentes, dont l'effet d'hydratation. L'illite fait partie des minéraux argileux ne gonflant pas en contact avec l'eau par opposition à la smectite qui est considérée comme une argile gonflante (Figure 3).

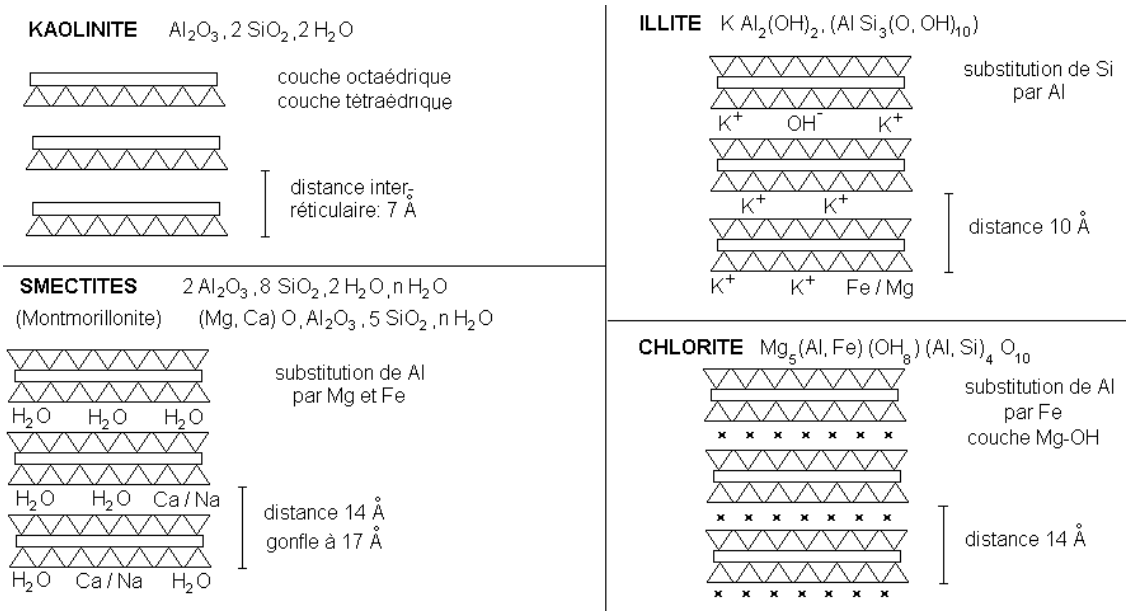


Figure 3 – Structure des minéraux argileux (Beauchamp 2005).

1.2.2 Structure multi-échelle des argiles

Le modèle multi-échelle communément adopté pour représenter des argiles est représenté sur la
Figure 4. Il est constitué de 3 échelles respectivement associées au feuillet argileux, à la particule argileuse et à enfin l'agrégat argileux.

L'échelle du feuillet argileux est celle décrite au paragraphe précédent (Figure 3). Les propriétés minéralogiques des argiles à cette échelle ont été établies à partir d'analyses au microscope électronique et aux rayons X. Leurs propriétés mécaniques sont simulées grâce à la modélisation moléculaire.

La particule argileuse est constituée d'un empilement de feuillets maintenus par l'équilibre entre des forces électrostatiques attractives et répulsives permises par la présence d'ions dits compensateurs et des charges permanentes dans les feuillets (Sarout, 2006). A cette échelle, de l'eau peut être adsorbée (eau piégée, échangeable) sur la surface des feuillets et peut conduire au gonflement de la particule argileuse. En termes de taille, Blachier et al. (2014) estiment que la particule d'illite est constituée de 30 feuillets (TOT) et fait 31 nm, alors que la particule de kaolinite est constituée de 70 feuillets (TO) et fait 49,7 nm.

La dernière échelle du modèle (
Figure 4) correspond à l'agrégation de plusieurs particules d'argiles. Les particules argileuses constituants cet agrégat sont plus ou moins ordonnées et orientées en fonction des conditions de dépôts et d'enfouissement.

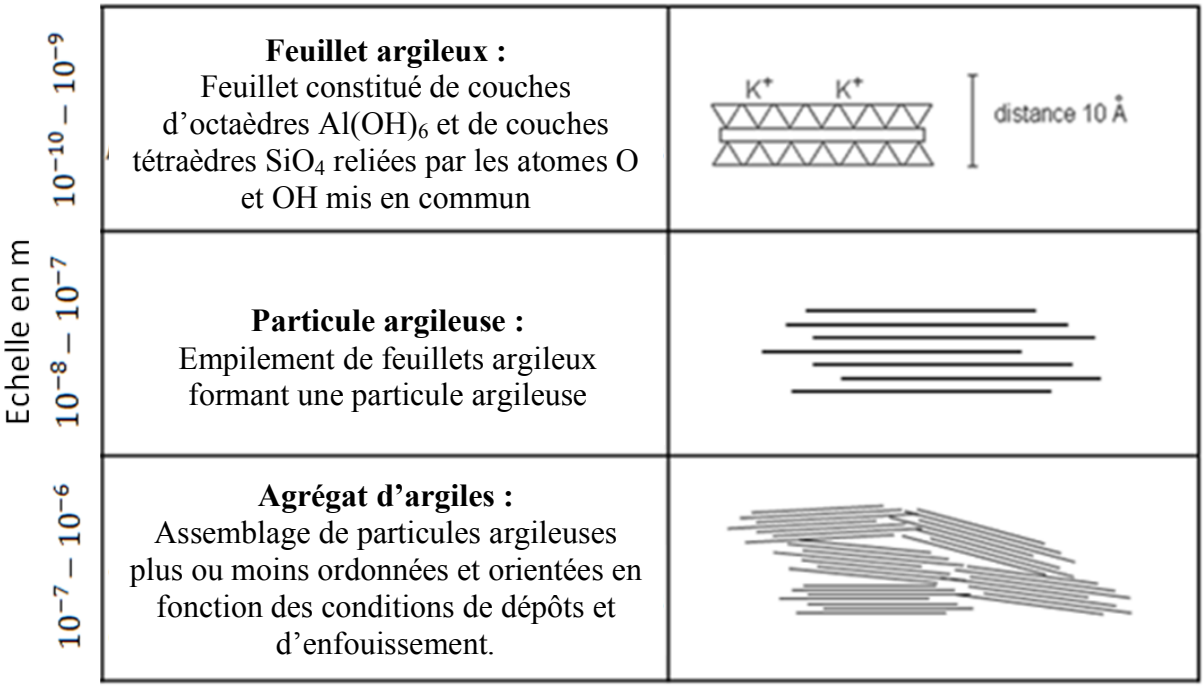


Figure 4 – Modèle multi-échelle pour des minéraux argileux (modifié, d'après Sarout (2006)).

1.2.3 Réorientation des argiles lors de l'enfouissement

L'organisation et l'arrangement initiaux des particules argileuses au sein des sédiments peu compactés sont influencés par l'environnement et les conditions de dépôt (Grunberger, 1995). Lors de l'enfouissement, l'orientation des argiles tend à augmenter. L'étude expérimentale de Grunberger (1995) sur des argiles remaniées et des argiles naturelles a permis d'observer la réorientation de la structure des argiles selon le plan orthogonal à l'axe de compaction.

1.3 Porosité

La porosité est amenée à évoluer en fonction de l'histoire de la roche sous l'effet de la compaction due à l'accumulation des sédiments, des processus diagenétiques et du craquage thermique de la matière organique. Ces différents phénomènes conduisent à différentes tailles et types de pores.

1.3.1 Caractérisation de la porosité

1.3.1.1 Classifications de la taille des pores

Les modèles de classification de taille de pores utilisés pour les roches mères sont ceux de Choquette et Pray (1970) ou Rouquerol et al. (1994). Initialement utilisée pour les roches carbonatées, la classification de Choquette et Pray (1970) est divisée en six catégories selon le diamètre des pores : picopores (<1 nm), nanopores (entre 1 nm et 1 µm), micropores (entre 1 µm et 62,5 µm), mésopores (entre 62,5µm et 4 mm), macropores (entre 4 mm et 256 mm). La classification de Rouquerol et al. (1994), aussi connue sous le nom d'IUPAC, divise les pores

en trois catégories selon leur diamètre : micropores (<2 nm), mésopores (entre 2 nm et 50 nm), macropores (supérieur à 50 nm). La Figure 5 représente sur une même échelle les deux classifications de taille de pores. Pour la suite, on se basera sur la classification de Rouquerol et al. (1994), communément utilisée pour décrire la taille des pores.

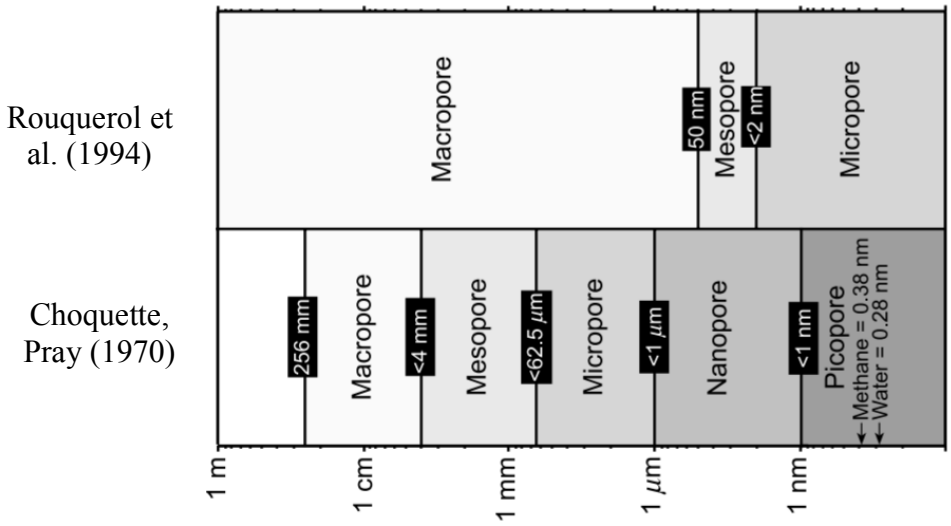


Figure 5 – Les classifications de taille des diamètres de pores communément utilisées pour les roches mères (Loucks et al. 2012).

1.3.1.2 Méthodes expérimentales

Du fait de la complexité du réseau poreux dans les roches mères, l'étude de la porosité nécessite la combinaison de plusieurs techniques de mesure de porosité et de distribution de taille de pores (Figure 6).

Les techniques communément utilisées pour mesurer la porosité sont : la porosimétrie hélium et l'intrusion de mercure. De plus, l'intrusion mercure permet de caractériser les tailles des gorges de pores (seuils de pores). Les limites de mesure de ces méthodes dépendent du diamètre des molécules utilisées pour investiguer le réseau poreux ; 0,28 nm pour l'hélium (Nelson 2009) et 3,5 nm pour le mercure (Chalmers et al. 2012). D'autres techniques peuvent être combinées à la mesure de porosité par intrusion mercure afin d'étudier la distribution des faibles diamètres de pores (inférieurs à 300 nm) telles que l'adsorption à faible pression de l'azote (N_2) ou du dioxyde de carbone (CO_2) dont les diamètres sont respectivement de 0,34 nm (Nelson 2009) et 0,35 nm (Chalmers et al. 2012). Quant à la résonnance magnétique nucléaire (RMN), elle permet de caractériser la distribution de taille de pores pour des roches mères saturées en saumure. Cette technique est basée sur la relaxation des protons soumis à un champ électromagnétique.

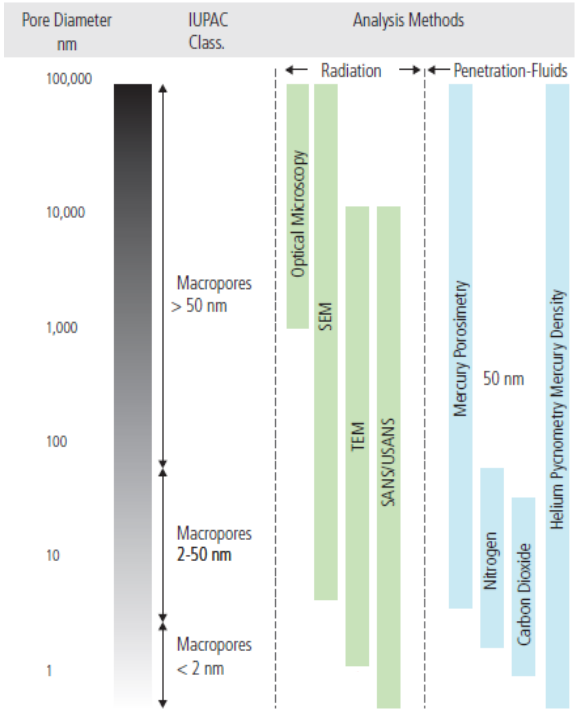


Figure 6 – Méthodes utilisées pour estimer et caractériser la porosité (Ahmed op. 2016).

1.3.1.3 Synthèse bibliographique des distributions de gorges de pores

L'intrusion mercure est l'une des méthodes les plus communément utilisées pour mesurer le volume poreux et pour caractériser les tailles de seuil de pores. Le mercure est un fluide non mouillant et non réactif qui ne pénètre pas spontanément les pores ce qui nécessite l'application d'une pression au fluide afin de saturer le réseau poreux. La pression du fluide lors de la pénétration est convertie en une taille de gorge de pores via la loi de Laplace puis est reliée au volume de fluide ayant pénétré dans l'échantillon. Comme expliqué précédemment, la porosimétrie par intrusion de mercure n'est pas adaptée pour caractériser des pores de taille inférieure à 3,5 nm mais présente un spectre d'investigation plus étendu.

La Figure 7 synthétise les travaux de Nelson (2009) qui a compilé différentes études de porosimétrie mercure de la littérature réalisées sur des roches silicoclastiques. La taille caractéristique des gorges de pores des roches mères se situe entre 5 et 50 nm (Nelson 2009). Tandis que pour les grès « tight » et les grès, les tailles caractéristiques des gorges de pore sont respectivement comprises entre 0.03 µm et 2 µm et supérieures à 2 µm (Nelson 2009).

Des études postérieures à celles de la synthèse de Nelson (2009) et ciblant principalement des roches mères ont permis de superposer les résultats d'essais d'intrusion mercure aux compositions minéralogiques des échantillons ainsi qu'à leur teneur en matière organique et à leur maturité. Chalmers et Bustin (2012) ont étudié la distribution de taille de pores d'échantillons provenant des formations Barnett, Haynesville, Marcellus, Woodford, Doig Phosphate et Doig Silstone (Figure 9). Les échantillons étudiées présentent des TOC et des

réflectances de la vitrinite compris respectivement entre 0,7 et 6,8% et entre 1,4 et 2,4%. L'étude similaire conduite par Clarkson et al. (2013) regroupe plusieurs essais d'intrusion mercure réalisés sur des échantillons des formations Barnett, Haynesville, Milk River, Marcellus, Duvernay, Eagle Ford, Muskwa, Woodford (Figure 8). Les TOC et les réflectances de la vitrinite des échantillons testés sont compris respectivement entre 1,28 et 4,11% et entre 0,7 et 2%. Les résultats de ces deux études (Chalmers et Bustin 2012; Clarkson et al. 2013) révèlent que la taille caractéristique des gorges de pores est comprise entre 3 et 50 nm, toutes formations, compositions et maturités confondues. Ce résultat est cohérent avec la synthèse réalisée par Nelson (2009).

L'étude de Chalmers et Bustin (2012) suggère par ailleurs que les échantillons avec des teneurs en illite plus élevées ont des distributions comprises entre 10 et 50 nm. Les distributions des gorges de pores mesurées par Chalmers et Bustin (2012) et Clarkson et al. (2013) ne sont pas influencées par les teneurs en matière organique et la maturité des échantillons. Tandis que les essais par intrusion mercure de Wood et al. (2015) révèlent que l'augmentation de la teneur en matière organique conduit à la diminution des tailles de gorges de pores. Les 11 échantillons étudiés par Wood et al. (2015) appartiennent à la formation Montney. Ils ont été prélevés dans le même puits et ont la même maturité thermique (overmature).

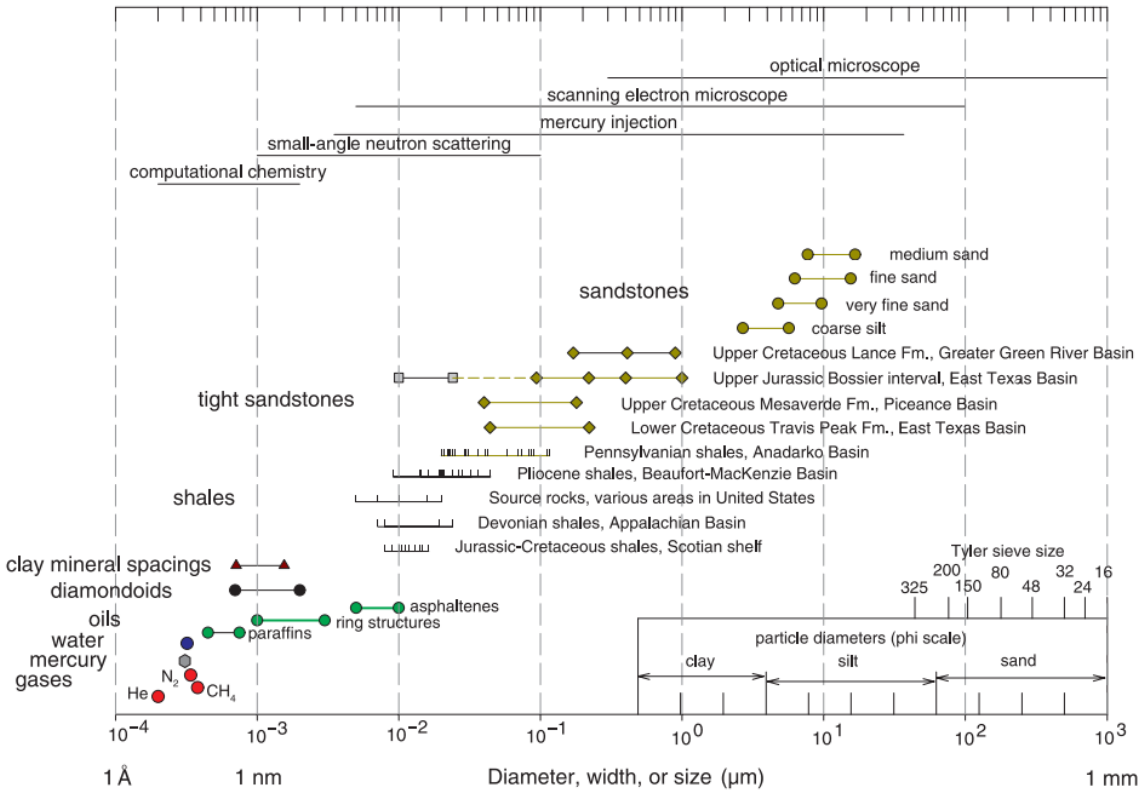


Figure 7 – Tailles des molécules et des gorges de pores obtenues par porosimétrie mercure pour des roches silicoclastiques. En haut, sont reportées les échelles d'étude de différentes méthodes. Le carré du bas (à droite) correspond aux échelles des particules solides utilisées pour investiguer le réseau poreux (Nelson, 2009).

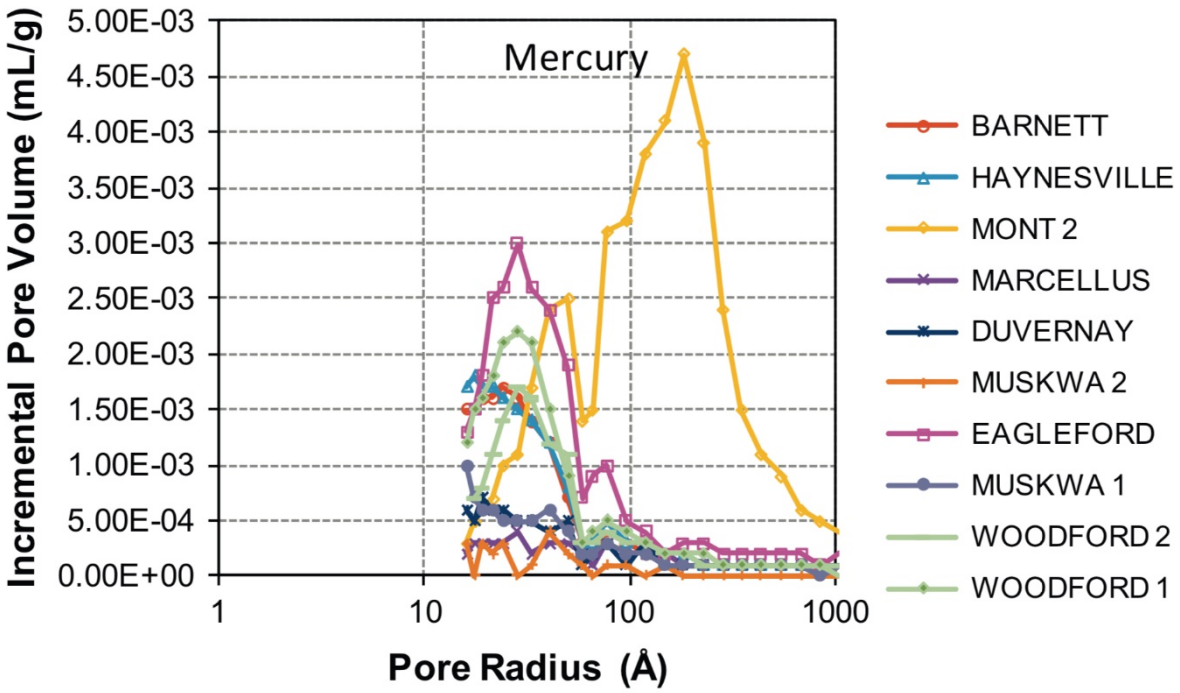


Figure 8 – Distributions des rayons de gorges de pores par injection mercure (Clarkson et al. 2013).

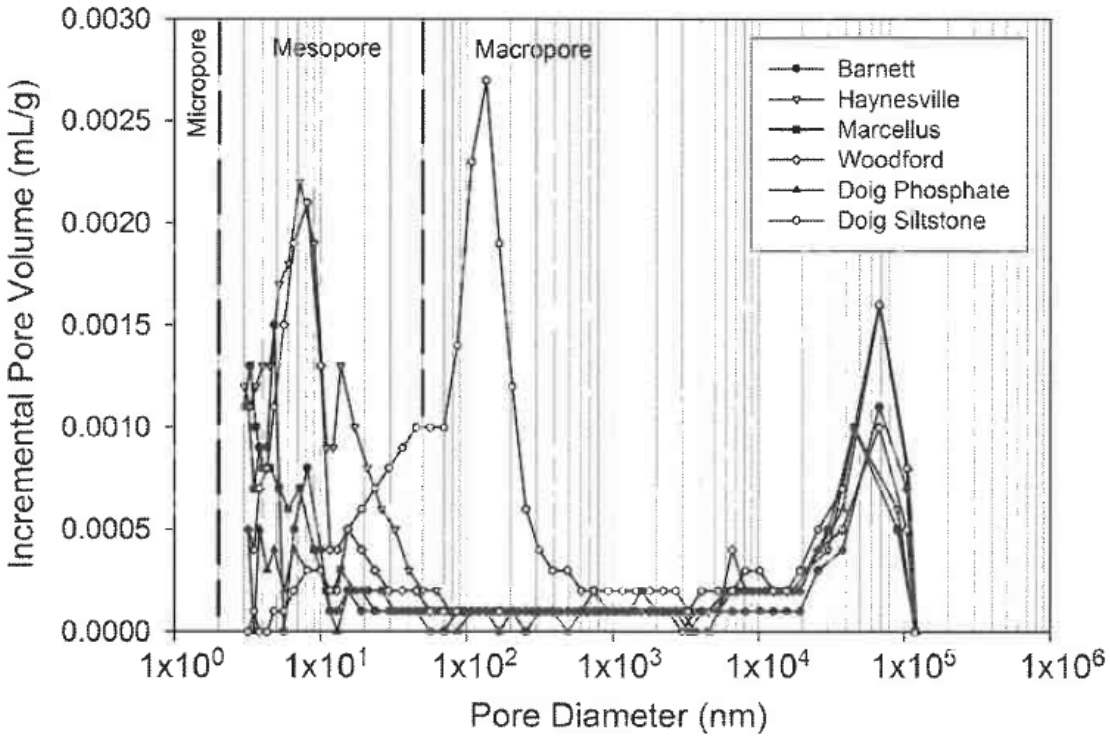


Figure 9 – Distributions des diamètres de gorges de pores par injection mercure. Les traits verticaux discontinus sont les limites de taille de pores selon la classification de l'IUPAC (Chalmers et Bustin 2012).

1.3.2 Observations par microscopie électronique

L'étude du réseau poreux ne se limite pas aux méthodes de mesure et de distribution des tailles de pores précédemment citées. Ces dernières sont souvent complétées par des observations réalisées par microscopie électronique à balayage (MEB) ou microscopie électronique en transmission (TEM). L'imagerie permet notamment de déterminer les différents types de pores et de caractériser la microstructure du matériau.

1.3.2.1 Classification des types de pores

La classification des types de pores des roches mères est récente. Elle se base principalement sur des observations au microscope électronique. La classification communément utilisée est la classification de Loucks (Figure 10) qui divise la porosité en trois catégories : porosité interparticulaire, porosité intraparticulaire, porosité organique (Loucks et al. 2012; Loucks et al. 2010). A ces trois catégories peuvent être rajoutées les fissures.

La porosité interparticulaire est principalement issue de la porosité primaire (porosité héritée de la sédimentation des grains). Elle diminue sous l'effet de la compaction et des processus diagenétiques, notamment la cimentation. La porosité interparticulaire se situe : entre les grains (intergranulaire), entre les cristaux (intercristalline), à la surface de contact entre des grains rigides et du ciment (phénomène dû aux réponses mécaniques différentes du ciment et du grain rigide lors de la compaction de la roche), entre les particules ductiles et rigides (par exemple les argiles et les autres minéraux) et entre les agrégats argileux (Figure 4). La morphologie et la taille de ces pores dépendent de la porosité primaire lors de la sédimentation, de la compaction et des processus diagenétiques.

La porosité intraparticulaire est principalement issue de la diagenèse, mais peut également être héritée de la porosité primaire. Elle se situe dans l'agrégat d'argiles plus ou moins ordonnées (entre les particules d'argiles composants l'agrégat) et dans la pyrite framboïdale. Elle peut aussi correspondre à une dissolution partielle ou complète de cristaux, ou à la préservation d'un pore correspondant à un fossile.

La porosité organique correspond à une porosité intraparticulaire dans la matière organique et se développe lors de la maturation thermique (paragraphe 1.3.3.3). Ces pores ont des morphologies et des tailles variées ; ils sont décrits comme irréguliers et paraissent isolés sur les images en 2D. D'après la synthèse réalisée par Loucks et al. (2012), la porosité organique dépend de l'origine de la matière organique. Les pores observés dans son étude se sont développés au sein de la matière organique de type II.

Les fissures, cimentées ou non cimentées, ne sont pas très documentées dans la littérature malgré leur rôle essentiel dans la migration et production des hydrocarbures (Loucks et al. 2012).

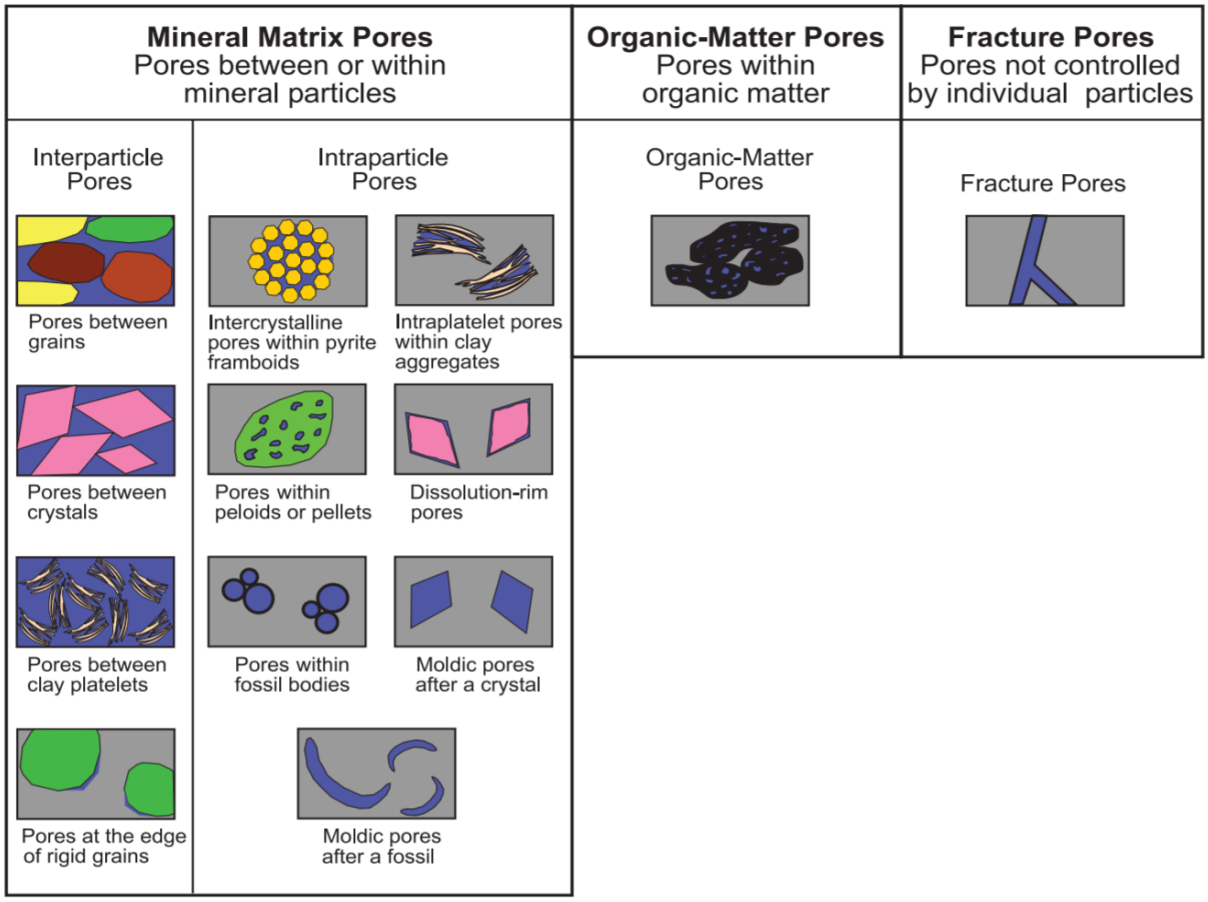


Figure 10 – Classification des différents types de pores dans les roches mères (modifié d'après Loucks et al. (2012))

1.3.2.2 Observations par microscopie électronique

L'objectif de ce paragraphe est de décrire la porosité des roches mères en se basant sur les principales observations faites par microscopie électronique dans la littérature et sur la classification de la porosité de Loucks et al. (2012). Les formations considérées sont celles d'Haynesville, Woodford, Barnett, Eagle Ford, Bakken et Montney. Il est important de noter qu'à cause des faibles tailles de pores, les images au microscope électronique qui permettent d'observer la porosité ont un fort grandissement et ne sont donc pas forcément représentatives de la proportion des différents types de pores et de la microstructure de la roche. En définitif, ces informations risquent d'être soumises à l'appréciation de l'observateur lors de l'imagerie. La caractérisation de la porosité organique par microscopie électronique est réalisée sur des échantillons préparés par polissage ionique grâce à une sonde ionique focalisée (FIB).

Les études d'imagerie réalisées sur des échantillons des formations Haynesville et Eagle Ford décrivent la porosité de ces deux formations comme étant principalement associée aux minéraux argileux (Curtis et al. 2010; Curtis et al. 2011; Klaver et al. 2015), voir la Figure 11. Le diamètre des pores imagés pour les échantillons de la formation Haynesville va de 36 nm à 4,4 µm selon Klaver et al. (2015), ce qui est cohérent avec les mesures de gorges de pores par intrusion mercure de Chalmers et Bustin (2012) et Clarkson et al. (2013).

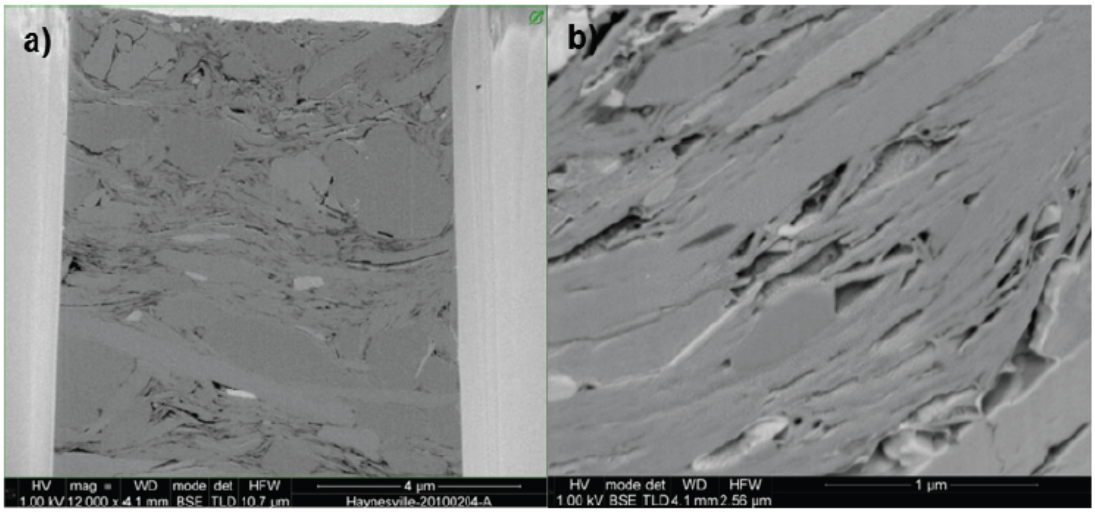


Figure 11 – Images d'un échantillon de la formation Haynesville (Curtis et al. 2010).

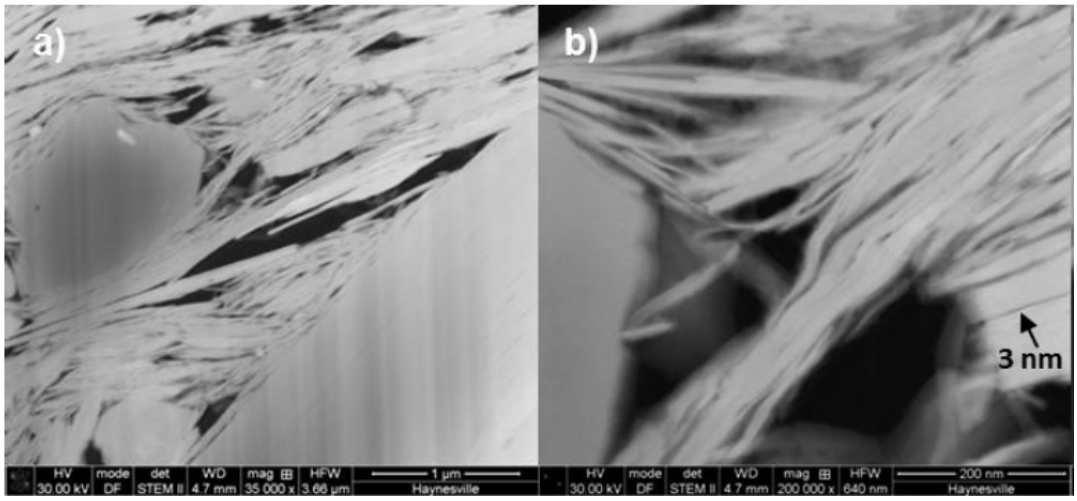


Figure 12 – Images d'un échantillon de la formation Haynesville de maturité fenêtre à gaz (Curtis et al. 2011).

La porosité associée aux minéraux argileux est interparticulaire et se situe entre les agrégats des particules d'argiles (images a et b, Figure 12), entre les agrégats des particules d'argiles et les autres minéraux (image b, Figure 12) ou encore entre les grains. Les formations Haynesville et Eagle Ford contiennent également de la porosité organique (Klaver et al. 2015; Curtis et al. 2010; Curtis et al. 2011). Plus rarement, il est possible d'observer de la porosité intraparticulaire dans les grains de carbonate et dans la pyrite framboïdale.

Pour les formations Woodford, Bakken et Barnett, les observations de la littérature montrent que la porosité est principalement organique (Loucks et al. 2009; Sondergeld et al. 2010; Curtis et al. 2010; Curtis et al. 2011; Kale et al. 2013; Zargari et al. 2015), voir Figure 13. Les porosités interparticulaires et intraparticulaires (autre qu'organiques) sont rares (Sondergeld et al. 2010; Curtis et al. 2010; Curtis et al. 2011; Kale et al. 2013). Les études comprenant des échantillons de différentes maturités ont souligné l'influence de la maturité thermique dans le

développement de la porosité organique au sein de la matière organique de type II (Curtis et al. 2010; Curtis et al. 2011; Klaver et al. 2015; Zargari et al. 2015).

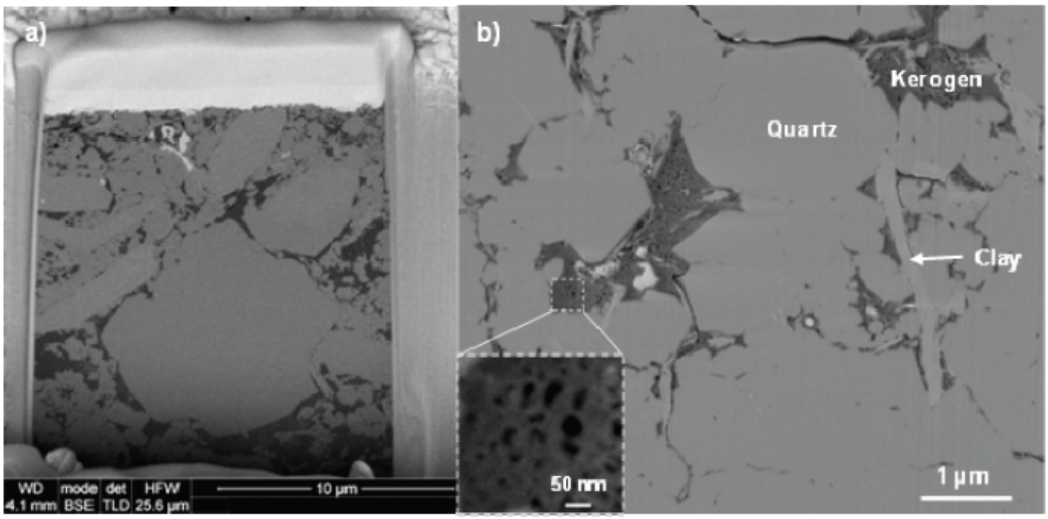


Figure 13 - Images d'un échantillon de la formation Woodford de maturité fenêtre à gaz (Curtis et al. 2010).

Les études regroupant des images de la formation Montney se sont principalement intéressées à la matière organique (plus exactement le pyrobitume). En conséquence, les images de la littérature illustrent principalement la porosité organique. Néanmoins, la formation Montney présente également de la porosité interparticulaire (Wood et al. 2015).

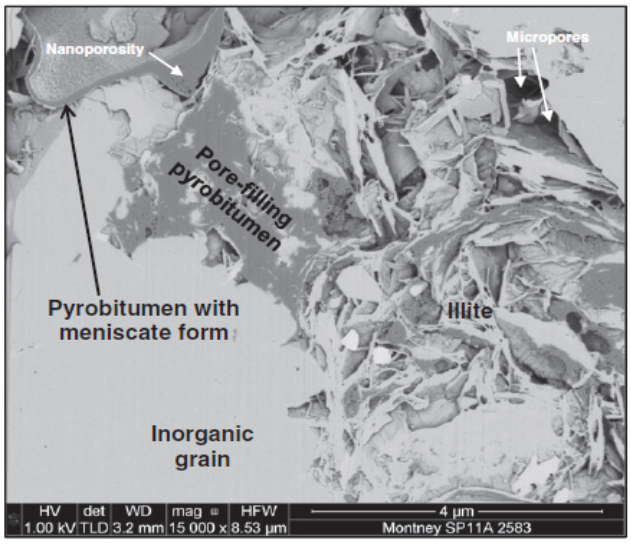


Figure 14 – Image d'un échantillon de la formation Montney de maturité fenêtre à gaz sec (Wood et al. 2015).

Une représentation ternaire permet de classer les différentes formations en fonction de l'abondance des différents types de porosité selon la classification de Loucks. Deux pôles du diagramme caractérisent la porosité dans la composante minéralogique (porosité interparticulaire et porosité intraparticulaire). Le troisième pôle caractérise la composante organique (porosité organique) (voir Figure 10). L'imagerie électronique est essentielle pour

décrire la localisation de la porosité des roches mères et décrire la microstructure associée. L'interprétation des observations sont faites pour un état donné qui peut être amené à évoluer en fonction des conditions d'enfouissement.

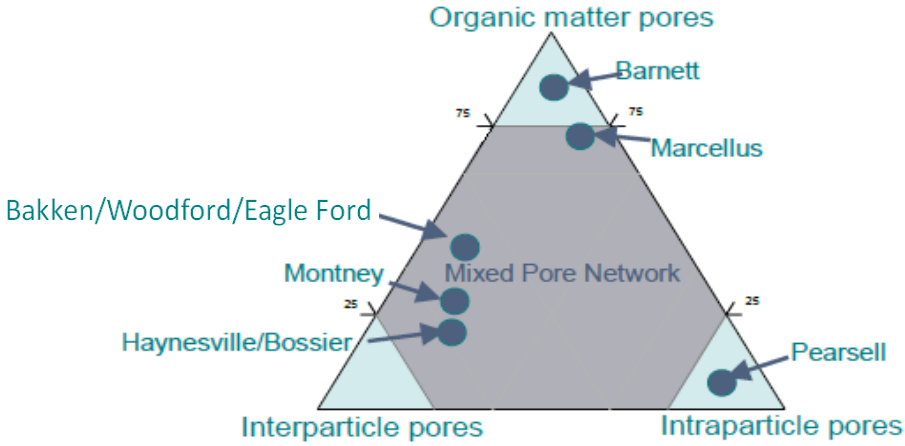


Figure 15 – Diagramme ternaire représentant les différents types de porosité de la classification de Loucks pour différentes roches mères (modifié, d'après Loucks et al. 2011; Dunn et al. 1992).

1.3.3 Evolution de la porosité en fonction de l'enfouissement

1.3.3.1 Evolution du volume poreux

Lors de la subsidence et de l'empilement de la colonne sédimentaire, la roche est soumise à différents processus qui conduisent à la diminution de la porosité, tels que l'expulsion d'eau, le réarrangement mécanique des particules, la déformation mécanique des particules, la désorption d'eau et la dissolution-recristallisation (Hedberg 1936). Athy (1930) a proposé pour relier la porosité à l'enfouissement une loi exponentielle formulée ci-dessous. ϕ est la porosité, ϕ_0 la porosité initiale, z la profondeur, et β un coefficient caractérisant le milieu.

$$\phi(z) = \phi_0 e^{-\beta z}$$

La variabilité des données de porosité compilées pour des roches de minéralogies différentes (argilites (Hermanrud 1993), silico-clastiques et carbonates (Giles 1997)) soumises à la compaction mécanique reflète l'importance de la minéralogie. La Figure 16 illustre l'évolution des porosités selon la profondeur pour différentes minéralogies.

La Figure 17 compile les données obtenues pour des argilites et est issue de la synthèse réalisée par Hermanrud (1993) et de celles de Powley (1993) et Hunt (1996). Les courbes d'évolution de la porosité en fonction de l'enfouissement reprises par Hermanrud (1993) correspondent à des lois exponentielles alors que Hedberg (1936), Korvin (1984), Wells (1990), Powley (1993) et Hunt (1996) décrivent l'évolution de la porosité en fonction de l'enfouissement via deux portions linéaires (Figure 17). La première portion correspond à la compaction du sédiment qui conduit à une diminution de la porosité. La seconde portion

correspond à une porosité stable : l'enfouissement à ce stade ne conduit pas à une diminution systématique de la porosité.

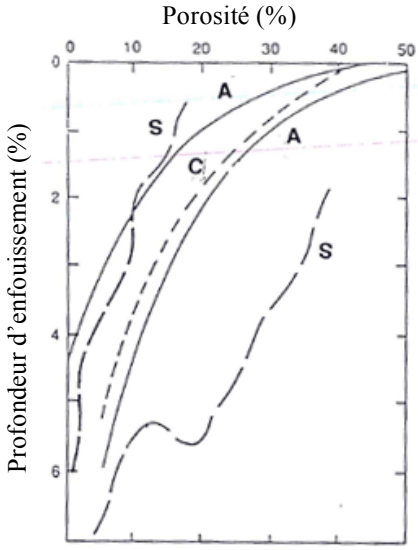


Figure 16 – Evolution des enveloppes de porosité en fonction de la profondeur d'enfouissement pour différents types de sédiments (A) argiles, (S) grès, (C) carbonates (Schmoker et Gautier 1989).

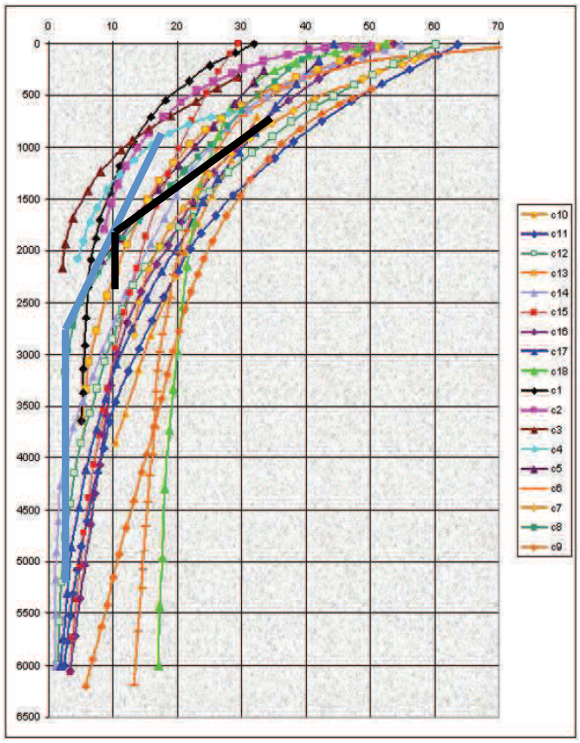


Figure 17 – Compilation de courbes représentant l'évolution de la porosité en fonction de l'enfouissement pour des argilites réalisée par Hermanrud (1993). La courbe en noire correspond à l'évolution de la porosité en fonction de l'enfouissement pour des argilites du Bassin Est Venezuela (Hedberg 1936), la courbe en bleue correspond à l'évolution de la

porosité en fonction de l'enfouissement pour des argilites provenant d'un puits de Frio County en Texas (Powley 1993).

1.3.3.2 Evolution de la distribution de taille de pores

L'évolution de la distribution de taille de pores au cours de l'enfouissement pour les roches mères est peu documentée dans la littérature. Les principaux travaux sont ceux de Mastalerz et al. (2013) et Chalmers et Bustin (2015). La caractérisation de la porosité dans ces études a été faite en combinant des mesures de porosité par intrusion mercure et par adsorption à faible pression d'azote (N_2) et du dioxyde de carbone (CO_2). Cette combinaison de méthodes expérimentales pour caractériser la porosité est l'une des plus complète car elle permet de caractériser un large spectre de tailles de pores et le volume poreux associé.

Mastalerz et al. (2013) ont caractérisé 5 échantillons de New Albany Shale présentant un TOC et une réflectance de la vitrinite compris respectivement entre 1,2 et 13,0% et entre 0,35 et 1,41%. Tandis que l'étude réalisée par Chalmers et Bustin (2015) a été faite sur 17 échantillons provenant de différentes formations (principalement d'Amérique du Nord dont Fort St John, Besa River, Doig, Muskawa) présentant différents niveaux de maturité. L'objectif était d'étudier l'évolution de la porosité (inorganique) pour 17 échantillons pauvres en matières organiques (TOC inférieurs à 1,2 %).

Malgré le nombre restreint d'échantillons étudiés, Mastalerz et al. (2013) suggèrent que l'évolution de la porosité au cours de l'enfouissement n'est pas monotone, mais qu'il y'a création de porosité après le pic de génération d'huile et de gaz. D'après leurs résultats résumés Figure 18, le volume poreux au début de l'enfouissement correspond principalement à des mésopores (IUPAC, entre 2 et 50 nm), dont la part tend à diminuer au cours de l'enfouissement. Cette évolution du volume des mésopores est cohérente avec celle de Chalmers et Bustin (2015) et obtenue pour des roches pauvres en matières organiques. Avec la diminution de la porosité du volume des mésopores, les proportions de micropores et macropores deviennent plus importantes (Mastalerz et al. 2013; Chalmers et Bustin 2015). Il est cependant très difficile de généraliser les résultats de ces deux études concernant les variations relatives du volume des micropores et macropores à cause du faible nombre d'échantillons, des différences de compositions minéralogiques pour Mastalerz et al. (2013) et de l'absence de matière organique par Chalmers et Bustin (2015).

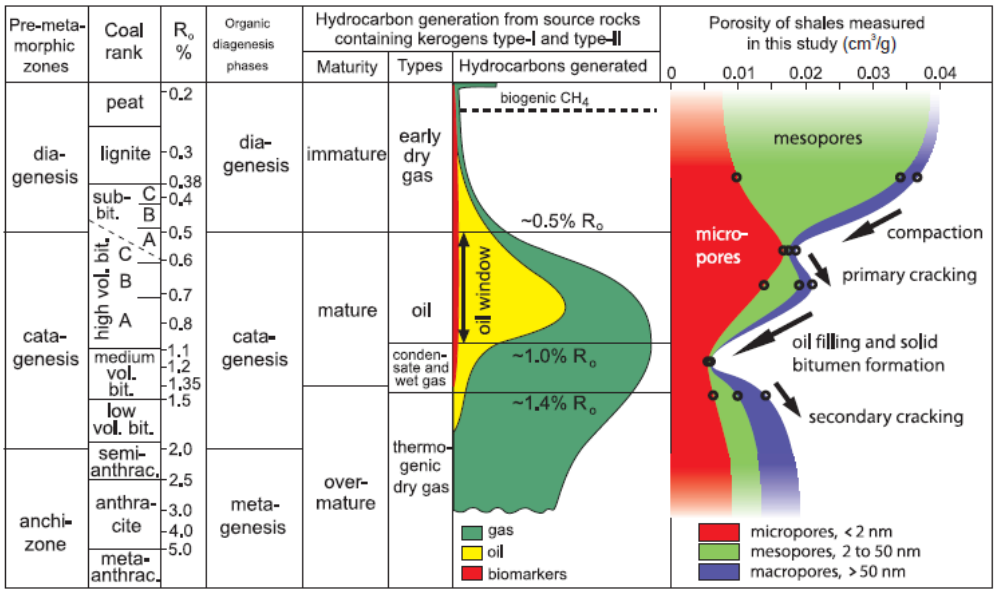


Figure 18 – Evolution des tailles de pores en fonction de l'enfouissement selon Mastalerz et al. (2013).

1.3.3.3 Evolution de la porosité organique

La porosité organique fait l'objet de plusieurs études récentes motivées par le rôle qu'elle joue dans le stockage des hydrocarbures. L'objectif de ce paragraphe est de faire une synthèse des résultats de la littérature concernant l'évolution de la porosité organique et des facteurs la contrôlant. Les études traitant de la porosité organique s'appuient soit sur des observations réalisées par microscopie électronique (Jarvie et al. 2007; Curtis et al. 2010; Curtis et al. 2011; Curtis et al. 2012b; Curtis et al. 2012a; Fishman et al. 2012; Kale et al. 2013; Klaver et al. 2015; Zargari et al. 2015), soit sur des modèles numériques ((Modica et Lapierre 2012; Romero-Sarmiento et al. 2013).

Il est difficile de synthétiser les nombreuses observations par microscopie électronique de la littérature du fait de la multitude de formations géologiques étudiées ainsi que des différences de maturité. Les études considérées ici sont les plus reconnues et ciblent différentes formations géologiques tout en couvrant un large spectre de maturité.

La porosité organique est souvent considérée comme étant générée par la maturation thermique de la matière organique (Jarvie et al. 2007; Loucks et al. 2009; Bernard et al. 2012) pour autant plusieurs écarts à cette règle peuvent être relevés dans la littérature.

Tout d'abord, l'évolution de porosité organique de la formation Kimmeridge clay étudiée par Fishman et al. (2012) révèle la présence de porosité organique primaire dans les macéraux d'échantillons immatures (lame mince polie mécaniquement). De même, l'étude de la formation de Bakken (Ro=0,3%) réalisée par Zargari et al. (2015) a permis d'observer de la porosité organique dans de la matière organique immature (échantillon préparé par polissage

ionique). Ces observations indiquent donc la présence de pores dans de la matière organique immature.

Pour les échantillons appartenant à la fenêtre à huile, aucune porosité organique n'est généralement observable. Ce résultat est commun à la plupart des publications, en particulier les études des formations Bakken (Ro=0,8%) (Zargari et al. 2015) et Woodford (Ro=0,51-0,76-0,9%) (Curtis et al. 2012a).

L'étude de Curtis et al. (2012a) estime que le développement de la porosité organique de la formation Woodford se fait à partir d'une réflectance de la vitrinite comprise entre 0,9 et 1,2% c'est-à-dire à la fin de la fenêtre à huile. De même, les images obtenues sur 86 échantillons sélectionnés par Jennings et Antia (2013) montrent que la porosité organique de la formation Eagle Ford commence à se développer pour une réflectance de la vitrinite comprise entre 0,7 et 1,0%.

La croissance et la connexion des pores organiques sont difficilement quantifiables. Qualitativement, Jennings et Antia (2013) semblent observer une augmentation de la porosité pour les échantillons dont la réflectance de la vitrinite est comprise entre 1,4 et 1,6%.

Pour les échantillons de maturité fenêtre à gaz, la porosité organique est souvent observable. Pour autant on peut trouver des échantillons matures ne présentant pas de porosité organique (échantillon de la formation Woodford, Ro=2,0% (Curtis et al. 2012a)) ainsi que de la matière organique non poreuse au sein d'un même échantillon (échantillon de la formation Montney de maturité fenêtre à gaz sec (Sanei et al. 2015)). Des variations non croissantes de la porosité organique en fonction de la maturité ont été relevées dans la littérature (Curtis et al. 2010; Milliken et al. 2013). Curtis et al. (2010) ont étudié deux échantillons de Marcellus présentant une réflectance de la vitrinite respectivement de 1,1% et supérieure à 3,0%. L'échantillon dont la réflectance de la vitrinite est de 1,1% a des diamètres de pores organiques entre 10 et 140 nm et une porosité organique allant de 12,1% et 18,5%. L'échantillon dont la réflectance de la vitrinite est supérieure à 3,0% présente des diamètres de pores entre 5 et 20 nm et une porosité organique allant de 6,1 à 15,4%. La porosité organique a été calculée à partir de la reconstruction 3D de l'échantillon obtenue par le couplage FIB-SEM. De même, Milliken et al. (2013) relèvent des variations non croissantes de la porosité organique en fonction de la maturité pour des échantillons de la formation Marcellus.

Les différences entre les observations réalisées dans la littérature montrent que la maturité thermique n'est pas le seul facteur contrôlant la porosité organique. Parmi les facteurs clés, on retrouve l'origine de la matière organique (Curtis et al. 2011) et la compaction mécanique dépendant de la minéralogie (Milliken et al. 2013).

Afin de prédire la porosité organique dans les roches mères, certaines études utilisent des modèles numériques basés sur des schémas cinétiques de craquage thermique de la matière organique (Modica et Lapierre 2012; Romero-Sarmiento et al. 2013). Un schéma cinétique

décrit précisément les transformations chimiques de la matière organique vers des hydrocarbures liquides et gazeux. Le modèle proposé par Modica et Lapierre (2012) s'appuie sur le schéma cinétique de la matière organique de la formation Barnett proposé par Jarvie et al. (2007) ne comprenant que la fenêtre à huile, alors que l'étude de Romero-Sarmiento et al. (2013) s'appuie sur le schéma cinétique de la matière organique de la formation Barnett comprenant la fenêtre à huile ainsi que la fenêtre à gaz. L'étude de Romero-Sarmiento et al. (2013) indique que le craquage thermique ne se fait pas linéairement mais en deux temps lors de la genèse des huiles puis lors de la genèse des gaz (Figure 19). Le développement des pores dans une fraction organique de 5,1% de TOC induit à la création d'une porosité de 2,1% à la fin de la fenêtre à huile et de 4,2% à la fin du craquage secondaire, ce qui correspond à une porosité dans la matière organique respectivement de 20-22% (fin fenêtre à huile) et 28-30% (fin fenêtre à gaz). Ces modèles numériques sont uniquement basés sur le schéma cinétique de la matière organique et ne prennent pas en compte différents processus auxquels pourraient être soumis la roche mère, dont la compaction.

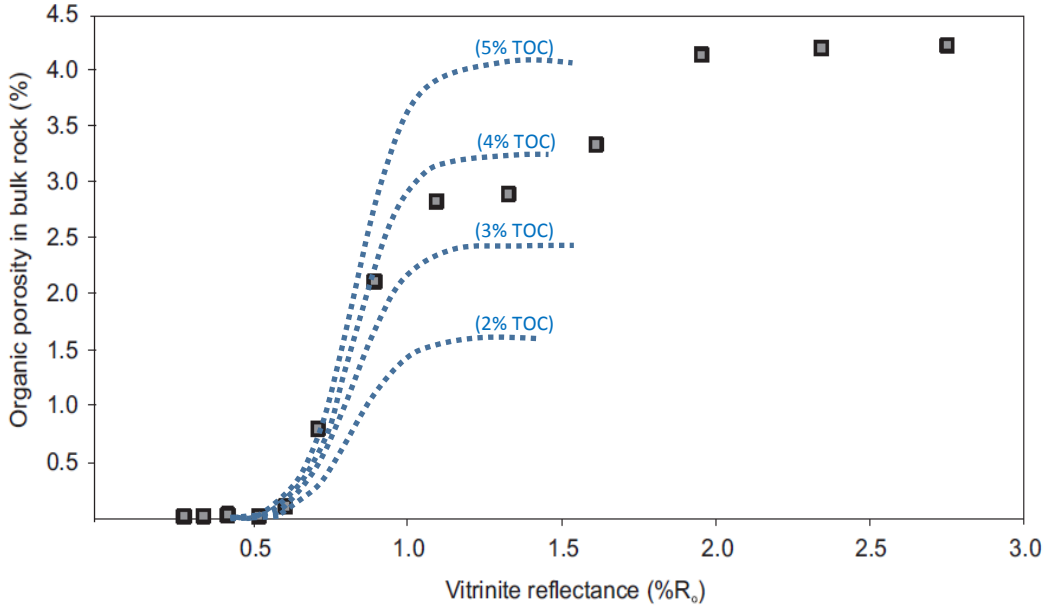


Figure 19 – Modélisation de l'évolution de la porosité organique pour la formation Barnett. Les tracés en bleus correspondent à l'évolution de la porosité organique selon Modica et Lapierre (2012) pour des roches avec 2, 3, 4 et 5% de TOC. Les puces carrées correspondent à l'évolution de la porosité organique selon Romero-Sarmiento et al. (2013) pour une roche ayant 5,1% de TOC.

1.4 Processus diagenétiques

Les sédiments subissent des évolutions physiques, chimiques et biologiques tout au long de l'enfouissement du fait des variations de la pression, de la température et de la concentration des éléments chimiques dans l'eau interstitielle. En général, les minéraux tendent à se déshydrater et à avoir des potentiels redox plus faibles (en réduisant la valence des métaux) (Worden et Burley 2003). Les réactions diagenétiques les plus communes induites dans les roches mères par l'évolution des conditions géologiques sont : la transformation de la

smectite en illite, la dissolution des feldspaths potassiques, la réaction de la kaolinite avec le feldspath potassique, la formation de ciment de quartz ou de ciment carbonaté (Worden et Burley 2003; Surdam et al. 1989). La Figure 20 présente les domaines de présence des principaux minéraux sédimentaires dans la composition des roches mères en fonction de la température. L'état final des échantillons dépend donc des différents processus diagenétiques auxquels ils ont été soumis.

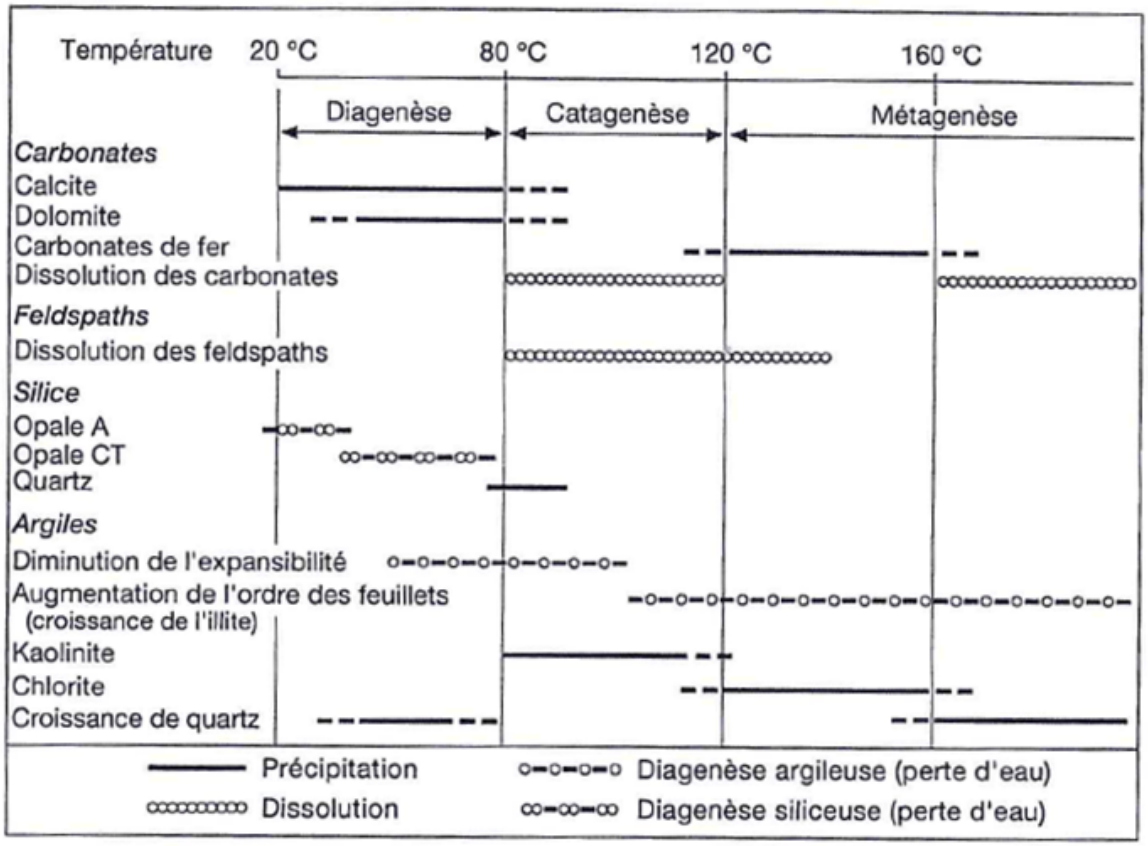


Figure 20 – Paragenèses des principaux minéraux d'une roche mère en fonction de la température (Baudin et al. 2007).

1.5 Bilan : intégration des observations dans un modèle microstructural

Les roches mères présentent une microstructure complexe. Leur variabilité minéralogique, notamment du point de vue de la teneur en argiles et en matière organique, ainsi que les différentes localisations de la porosité, font de ces roches des matériaux composites multiphasiques et multi-échelles. C'est également le cas des roches couvertures. Les différences majeures entre une roche couverture et une roche mère résident dans la composante organique, qui est très faible pour une roche couverture, et dans les fluides saturants la porosité, les roches couvertures étant saturées en saumure. Plusieurs études récentes présentent des modèles multi-échelles pour des roches couvertures (Ortega et al. 2007; Sarout 2006; Ortega et al. 2009; Ulm et Abousleiman 2006) ou des roches mères (Abedi et al. 2016a; Abedi et al. 2016b).

Le modèle présenté ci-dessous (Figure 21) intègre les données compilées pour les constituants des roches mères (paragraphes 1.1, 1.2, 1.3 et 1.4), ainsi que les observations que nous avons réalisées par microscopie électronique. Une partie des observations réalisées sont regroupées en Annexe 1.

Le modèle englobe trois échelles qui permettent de décrire les roches mères et les microstructures associées selon l'échelle d'observation. L'échelle 1 (Figure 21) correspond à l'agrégat d'argiles plus ou moins ordonnées et également à la matière organique (si présente). A cette échelle, les argiles et la matière organique sont deux composants distincts. La matière organique peut présenter de la porosité, ce qui est justifié par les observations du paragraphe 1.3.3.3.

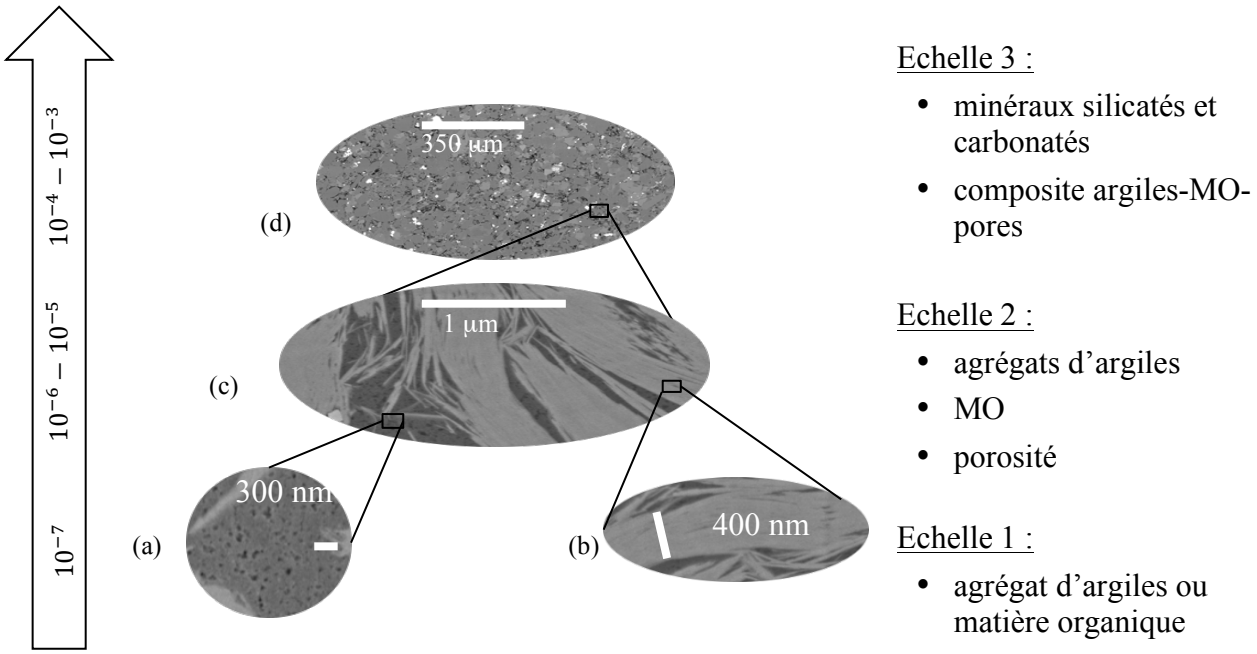


Figure 21 – Modèle microstructural représentant les composants d'une roche mère selon l'échelle d'observation.

L'échelle 2 (Figure 21) correspond à l'assemblage d'agrégats d'argiles avec la matière organique et avec une porosité non organique, dont la présence à cette échelle est justifiée par les observations par microscopie électronique (paragraphe 1.3.2.2) et par la taille caractéristique des gorges de pores des roches mères obtenue par porosimétrie mercure (paragraphe 1.3.1.3). La Figure 22 illustre l'assemblage de la matière organique et des argiles pour un échantillon de la formation Montney ; cette figure ne présente pas de porosité associée au composite (la fissure noire est causée par la préparation de surface). L'assemblage de ces 3 phases (Figure 22 et Figure 14) est désordonné ; il n'est pas possible d'identifier de phase matricielle.

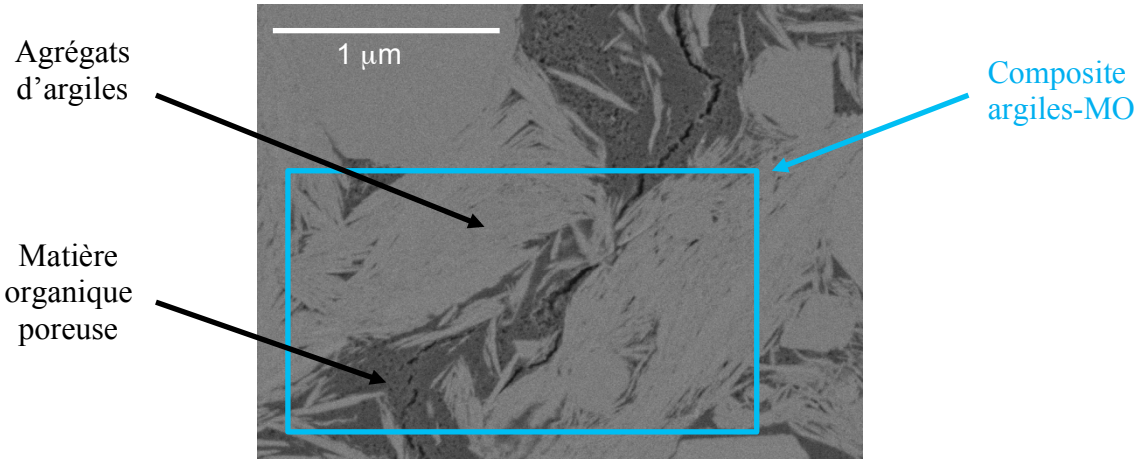


Figure 22 – Image d'un échantillon de la formation Montney (échantillon 2666 petra).

Enfin, l'échelle 3 (Figure 21) correspond à l'assemblage du composite argiles-MO-pores avec les autres minéraux. Les Figure 23 et Figure 24 illustrent la microstructure associée à une échelle intermédiaire se situant entre l'échelle 2 et l'échelle 3 pour un échantillon de la formation Montney (Figure 23) et un échantillon de la formation Barnett (Figure 24). L'assemblage du composite argiles-MO-pores avec les autres minéraux est complexe (Figure 23 et Figure 24). La muscovite a été associée à l'échelle 3, car sa taille sur les Figure 23 et Figure 24 est l'ordre de la dizaine de micromètre (Figure 23). Si l'assemblage des phases entre elles paraît désordonné sur la Figure 24, le composite argiles-MO-pores semble constituer une phase matricielle venant tapisser les espaces entre les différents grains sur la Figure 23.

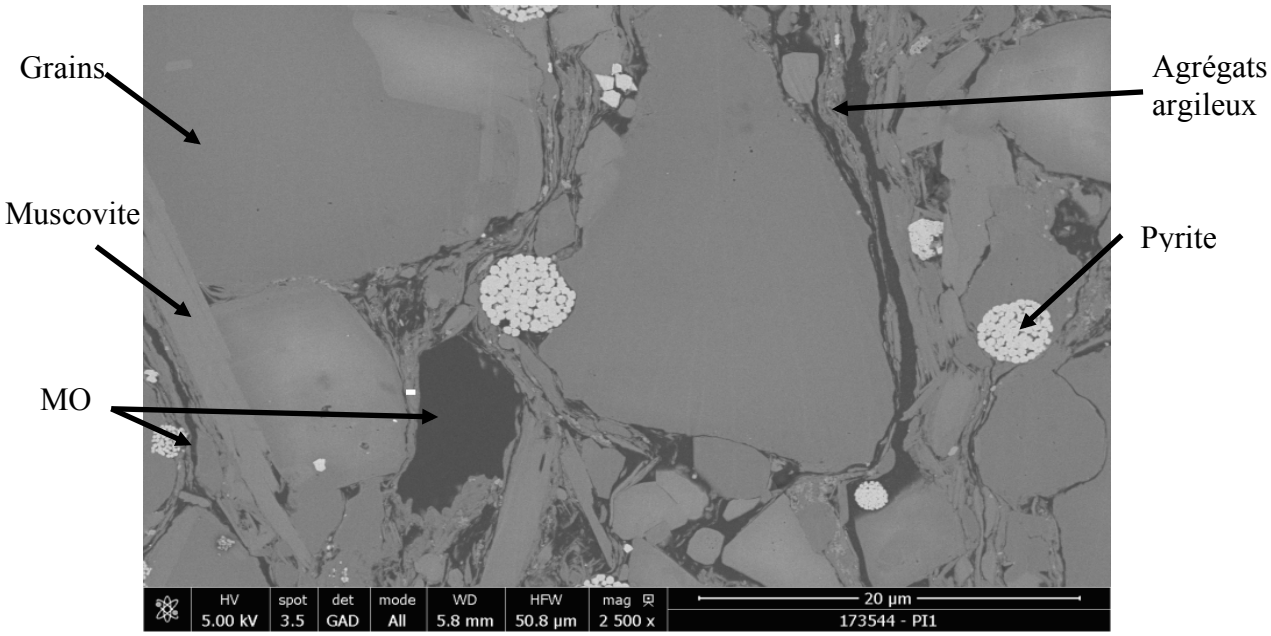


Figure 23 – Image d'un échantillon de la formation Montney (échantillon 173544 geochim).

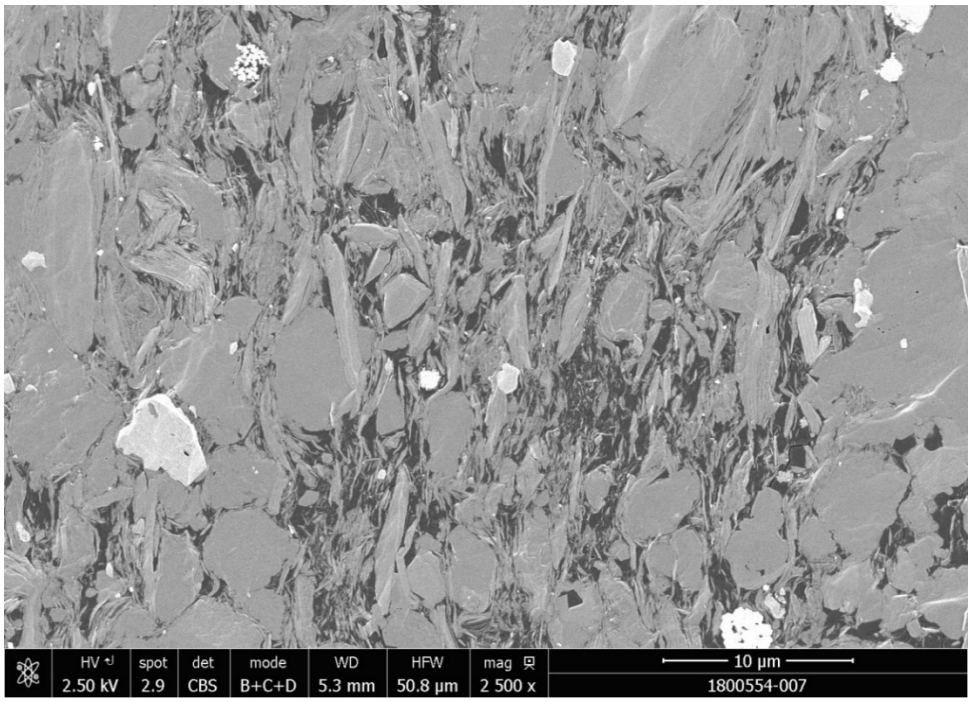


Figure 24 – Image d'un échantillon de la formation Barnett (échantillon 173554 geochim, image réalisée par Cherfallot)

2 Approche expérimentale intégrée pour la caractérisation des roches mères : Données pour la modélisation

Préambule

Les échantillonnages réalisés avaient pour but d'obtenir des échantillons de différentes orientations et maturités, les plus riches possibles en matière organique et appartenant à la même formation géologique. Le programme expérimental initialement envisagé intégrait différents essais mécaniques. Cependant, les difficultés de carottage n'ont pas permis d'obtenir le jeu d'échantillons nécessaire en particulier pour réaliser les essais triaxiaux. L'approche expérimentale a donc été recentrée autour d'essais pétroacoustiques et nous a permis d'acquérir un jeu de données exhaustif pour les formations Montney et Doig. En particulier, on dispose de l'ensemble des informations de composition et de microstructure correspondant aux propriétés pétroacoustiques mesurées.

La compilation de mesures pétroacoustiques de la littérature a permis de disposer d'une base de données pour des roches mères issues de formations géologiques variées. Les jeux de données sont cependant incomplets. Il est notamment difficile de relier les mesures aux informations microstructurales.

L'intégration de ces différentes données a permis d'étudier les corrélations entre les propriétés pétroacoustiques des roches mères et différents paramètres intrinsèques (densité, porosité, composition) et extrinsèques (niveau de confinement appliqué pendant les essais). Le travail réalisé nous a permis d'identifier des tendances propres aux roches mères.

Pour la suite, les résultats expérimentaux et la compilation des données de la littérature seront utilisés comme données d'entrée pour la modélisation par milieu effectif. Les mesures pétroacoustiques obtenues permettront de valider le modèle utilisé grâce à la comparaison entre les vitesses mesurées et les vitesses simulées (Chapitre 4).

2.1 Contexte géologique

Les échantillons sélectionnés dans le cadre de la thèse appartiennent aux formations Montney et Doig. Ces deux formations ont été choisies du fait de la politique de libre accès aux échantillons et aux résultats que prône le Canada dans le secteur pétrolier, et de la possibilité de s'appuyer sur les acquis des travaux déjà menés à l'IFPEN, dont ceux de Crombez et al. (2016); Ducros et al. (2016); Rohais et al. (2016); Romero-Sarmiento et al. (2016), ainsi que sur l'expertise d'IFP Technologies (Canada).

Les formations Montney et Doig sont situées dans le bassin d'avant pays ouest canadien et datent du Trias inférieur et du Trias moyen. Le bassin sédimentaire ouest canadien est bordé à l'ouest par la cordillère canadienne et à l'est par le bouclier canadien composé de roches cristallines et métamorphiques précambriennes (voir Crombez et al. (2016)). La collision et l'accrétion de différents terranes lors du Jurassique moyen conduisent à la formation de la cordillère canadienne (Monger et Price 2002) et à une configuration de bassin d'avant pays.

La paléogéographie du bassin ouest canadien lors du Trias laisse envisager une configuration de type marge passive (Monger et Price 2002) ou bassin d'arrière arc connecté avec le milieu marin ouvert (Rohais et al. 2016). Les récents travaux réalisés par Rohais et al. (2018) indiquent que la configuration du bassin était du type retro bassin d'avant pays.

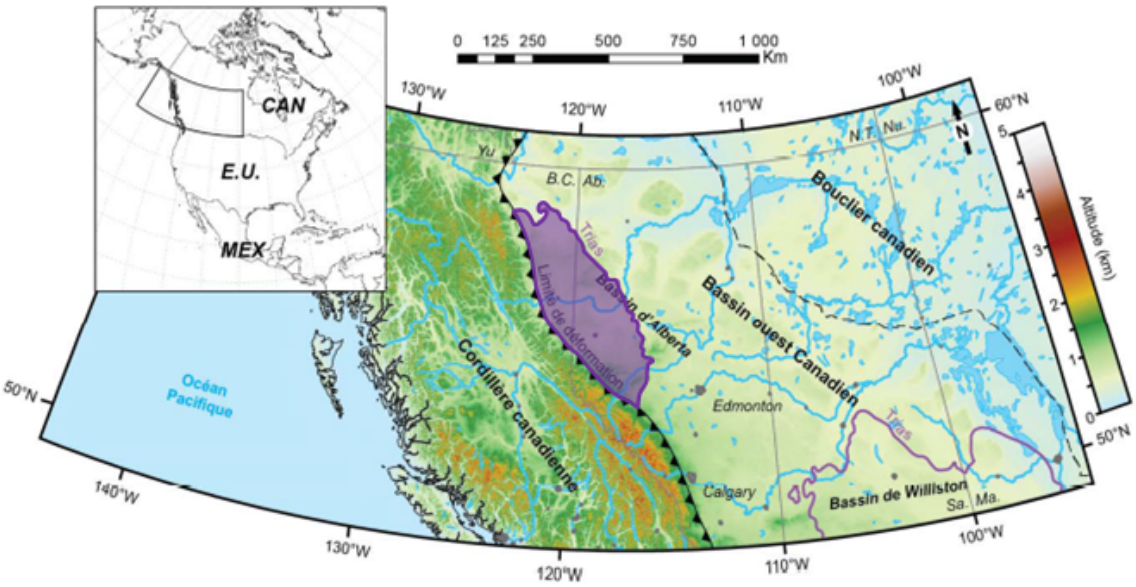


Figure 25 – Localisation du bassin sédimentaire ouest canadien et de ses principaux domaines structuraux. La zone mauve correspond aux limites de dépôts de la formation Montney et Doig.

L'étude stratigraphique réalisée par Crombez (2016) indique que la formation Montney correspond à une séquence stratigraphique de second ordre subdivisée en trois séquences stratigraphiques de troisième ordre : séquence 1 – lower Montney, séquence 2 – middle Montney et séquence 3 – upper Montney. De même, la formation Doig et la formation

Halfway correspondent à une seconde séquence stratigraphique de second ordre. D'après Rohais et al. (2016) et Crombez et al. (2017), l'architecture stratigraphique de la Montney suggère que l'axe du bassin était WNW-ESE et que les dépôts sédimentaires provenaient de l'Est et du Sud-Est. Quant à la formation Doig, les distributions des épaisseurs et des faciès suggèrent un bassin d'axe NW-SE avec des apports supplémentaires de l'ouest. Ces changements de source sédimentaire et la rotation de l'axe ont été reliés aux évolutions du proto-Canadian Cordillera (Crombez et al. 2016; Rohais et al. 2016; Crombez et al. 2017).

2.2 Application de l'approche expérimentale intégrée pour les formations Montney et Doig

2.2.1 Mise en place de l'approche expérimentale

L'approche expérimentale adoptée dans le cadre de cette thèse réside dans une succession d'essais permettant de caractériser les différentes propriétés et la microstructure de nos échantillons. Les échantillons prélevés correspondent à des cylindres de 38 mm (1,5″) ou 25,4 mm (1,0″) de diamètre. Au fait des difficultés de carottage des échantillons dans les formations étudiées et dans les roches mères en général qui ont tendance à fissurer, la longueur des échantillons varie.

Après le prélèvement, la vérification de l'intégrité des échantillons et de leur hétérogénéité est faite par scanner. Cette observation est suivie par la découpe des faces à l'aide d'une scie de précision, puis par la vérification du parallélisme et de l'horizontalité des faces (Figure 26).

Les dimensions des échantillons étant variables, la suite de l'approche expérimentale est à adapter. La réalisation d'essais triaxiaux impose un diamètre de 38 mm et une longueur supérieure à 76 mm. Les essais pétroacoustiques admettent des longueurs plus faibles. Le dispositif d'essai pétroacoustique a par ailleurs été adapté pour accueillir les échantillons de 25,4 mm de diamètre.

Les dimensions des échantillons que nous avons pu prélever font que notre étude a été orientée autour d'essais pétroacoustiques. Les échantillons ont été analysés tels qu'ils ont été reçus, c'est-à-dire sans ressaturation par un fluide interstitiel. L'essai pétroacoustique a été effectué sous confinement. La pression de pore n'est pas régulée et les circuits de pore sont connectés à l'extérieur (pression atmosphérique).

Après l'essai pétroacoustique (non destructeur), l'échantillon est placé dans une étuve à 60°C avant mesure de la porosité par pycnomètre hélium (Figure 26). Par la suite, l'échantillon pourra être redimensionné à l'aide d'une scie de précision afin que la longueur soit égale au diamètre. Ce redimensionnement est nécessaire pour réaliser l'essai brésilien et ainsi mesurer la résistance en traction.

La composition minéralogique et la teneur en matière organique sont déterminées par analyses DRX et Rock-Eval et sont faites sur de la poudre obtenue par broyage de morceaux d'échantillons provenant des embouts après découpe des faces ou des échantillons principaux après essai brésilien (Figure 26).

Des mesures complémentaires, telles que la porosité par intrusion mercure, analyse RMN ou perméabilité au gaz, peuvent être réalisées sur des morceaux d'échantillons obtenus lors de la découpe des échantillons principaux.

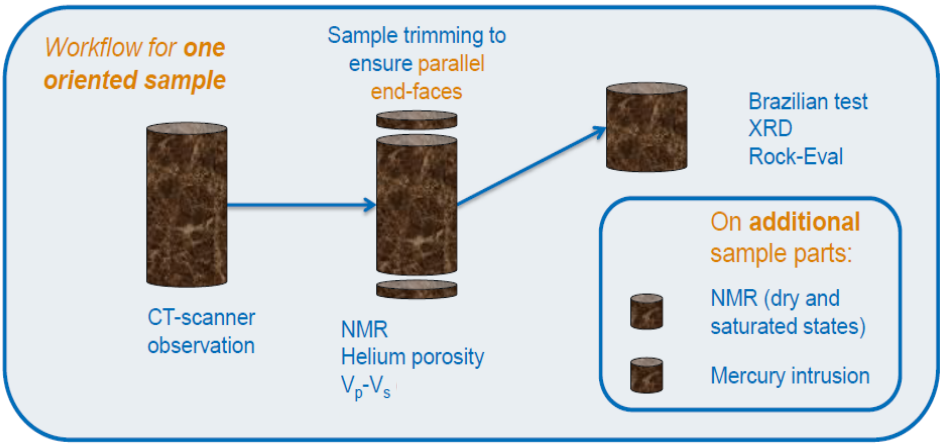


Figure 26 – Approche expérimentale articulée autour de mesures pétroacoustiques.

2.2.2 Echantillonnages

Les échantillons sélectionnés et étudiés (Figure 27, Tableau 1) dans le cadre de la thèse proviennent des formations Montney et Doig. L'objectif fixé est d'avoir des échantillons de différentes orientations, de différentes maturités thermiques, les plus riches possibles en matière organique et appartenant à la même formation géologique.

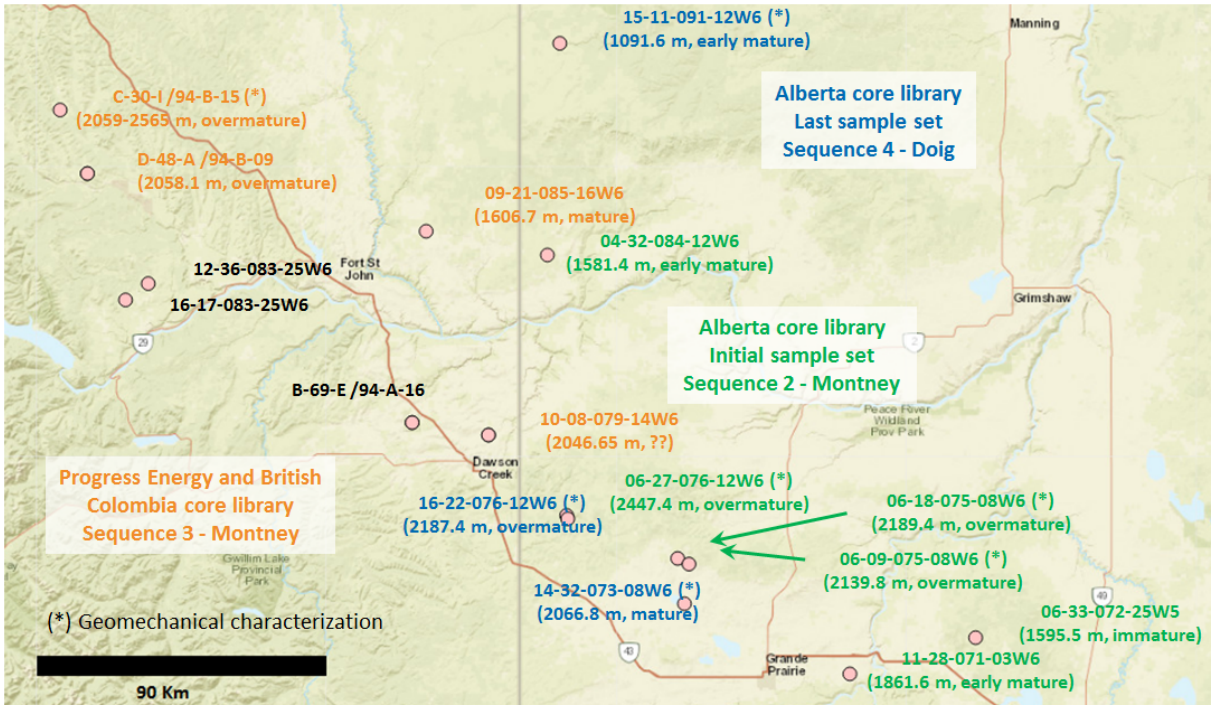


Figure 27 – Localisation des puits échantillonnés.

Le prélèvement des échantillons a toujours été fait par paire, c'est-à-dire que nous disposons à chaque fois de 2 échantillons « jumeaux ». Ce double échantillonnage a pour but d'une part, de disposer de différentes orientations : verticale (carottage réalisé perpendiculairement au litage) et horizontale (carottage réalisé parallèlement au litage) afin de permettre l'étude de l'anisotropie de la roche et d'autre part, d'étudier la variabilité des mesures dans les formations Montney et Doig, quand il est impossible de réaliser l'échantillon horizontal, les deux échantillons jumeaux étant alors verticaux.

Le premier échantillonnage a été fait en 2015 avant le début de la thèse et a ciblé la séquence 2 de la formation Montney. Au total, 6 échantillons verticaux ont été prélevés de 3 puits différents 0/06-27-76-12W6, 0/06-09-75-08W6, 2/06-18-75-08W6 (Tableau 1).

Un second échantillonnage a été fait en 2016 en collaboration avec la compagnie pétrolière canadienne Progress Energy et a ciblé un intervalle riche en matière organique de la séquence 3 identifié grâce aux travaux de Crombez (2016). L'atout de ce prélèvement est d'avoir des échantillons riches en matière organique et de différentes orientations (6 verticaux et 7 horizontaux) provenant du même puits (C-30-I/94-B-15) et permettant ainsi d'investiguer l'anisotropie au sein de la formation (Tableau 1).

Un troisième échantillonnage a été fait en 2017 et a ciblé la formation Doig. L'intérêt de ce prélèvement est d'avoir des échantillons de différentes maturités thermiques. Au final, 6 échantillons verticaux issus de 3 puits différents (15-11-091-12W6, 14-32-073-08W6, 16-22-076-12W6) ont pu être obtenus (Tableau 1).

Tableau 1 – Liste des échantillons caractérisés.

Puits	Formation	Profondeur (m)	Réf Geochim	Réf Petra	Orientation
15-11-091-12W6	Doig	1091,4	174158	3675	Verticale
		1091,8	174159	3676	Verticale
14-32-073-08W6	Doig	2067,2	174160	3673	Verticale
		2067,6	174161	3674	Verticale
16-22-076-12W6	Doig	2187,4	174162	3677	Verticale
		2187,5	174163	3678	Verticale
C-30-I/94-B-15	Montney - Séquence 3	2559,5	173894	3358	Verticale
		2559,5	173895	3359	Horizontale
		2561,7	173896	3360	Verticale
		2561,8	173897	3361	Horizontale
		2562,4	173898	3362	Verticale
		2562,4	173899	3363	Horizontale
		2564,5	173900	3364	Verticale
		2564,6	173901	3365	Horizontale
		2564,7	173902	3366	Horizontale
		2564,9	173903	3367	Verticale
		2565,0	173904	3368	Horizontale
		2565,1	173905	3369	Verticale
		2565,2	173906	3370	Horizontale
0/06-27-76-12W6	Montney - Séquence 2	2447,4	171270	2661	Verticale
		2447,4	171271	2662	Verticale
0/06-09-75-08W6	Montney - Séquence 2	2139,8	171272	2663	Verticale
		2139,8		2664	Verticale
		2139,8	171273	2665	Verticale
2/06-18-75-08W6	Montney - Séquence 2	2189,4	171274	2666	Verticale
		2189,4	171275	2667	Verticale

2.2.3 Composition des échantillons

2.2.3.1 Quantification de la matière organique

La pyrolyse a été réalisée par un Rock-Eval IV suivant la méthode « shale play » qui est plus appropriée pour les roches mères (Romero-Sarmiento et al. 2016). L'analyse a été faite sur de la poudre de roche brute. Les résultats obtenus sont regroupés dans l'Annexe 3.

L'évolution de la maturité thermique de la matière organique est visible à partir du signal FID de la pyrolyse notamment grâce au pic Sh2 qui correspond au craquage du kérogène résiduel. La Figure 28 présente différents signaux FID normalisés par le TOC pour des échantillons de maturité croissante appartenant à la formation Doig. Le craquage thermique de la matière organique tout au long de l'enfouissement conduit à la diminution du kérogène résiduel (diminution du pic Sh2) et à l'augmentation de Tmax (décalage du pic Sh2 vers la droite) comme le montre la Figure 28. Ainsi, plus la maturité thermique est importante et plus le pic Sh2 est faible et moins marqué conduisant à des erreurs dans la détermination de Tmax voire à des Tmax non physiques, car trop élevés. Cette observation permet d'expliquer les fortes variations de Tmax pour les échantillons très matures dont ceux de la formation Montney Séquence 2 et Séquence 3.

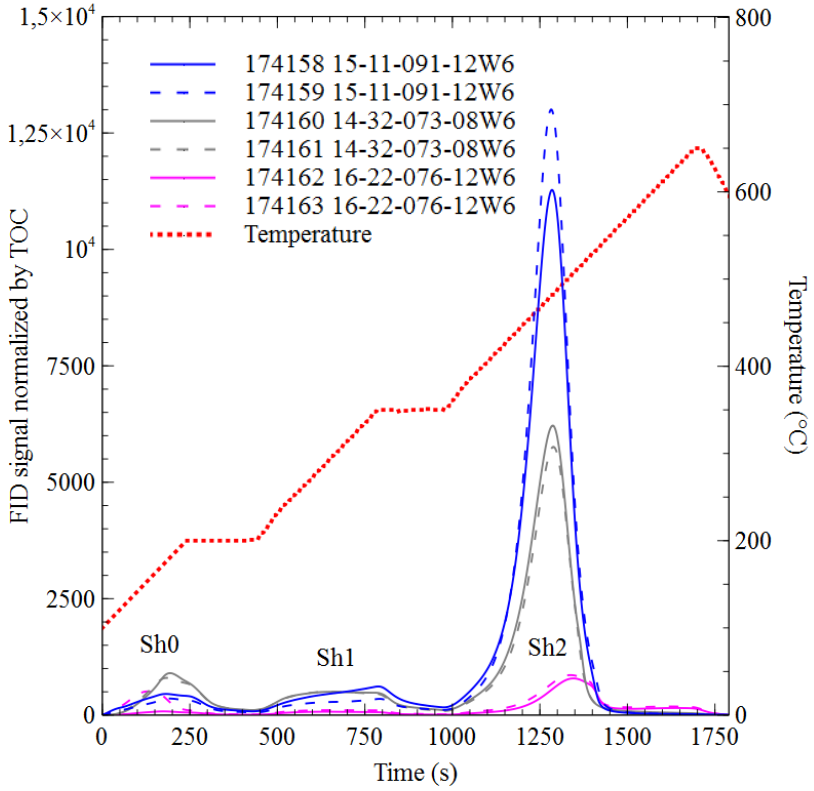


Figure 28 – Signal FID normalisé par le TOC en fonction du temps de pyrolyse et de la température illustrant l'évolution des courbes de pyrolyse en fonction de la maturité thermique.

La Figure 29 regroupe les différentes analyses Rock-Eval ayant permis la détermination d'une température maximale cohérente et montre l'évolution de l'indice d'hydrogène (IH) en

fonction des températures maximales (Tmax). D'après la Figure 29, la majorité des échantillons sont très matures (« overmature ») et ont un IH de 50 mgHC/gTOC laissant envisager le craquage total du kérogène résiduel et une génération totale des hydrocarbures. L'échantillon de plus faible maturité a un Tmax de 439 °C et un indice d'hydrogène élevé (IH=493mgHC/gTOC) indiquant un début de maturité de la matière organique (« earlymature »). Ces résultats suggèrent que l'origine de la matière organique est marine (type II) et/ou terrestre (type III). L'étude de Crombez et al., (2017) s'est intéressée au palinofaciès de la formation Montney et Doig et révèle que la matière organique est majoritairement associée à de la matière organique de type II.

Les échantillons appartenant à la Montney séquence 2 (puits 0/06-27-76-12W6, 0/06-09-75-08W6, 2/06-18-75-08W6) sont très matures ; leur TOC final moyen est de 1,2%. Les échantillons appartenant à la Montney séquence 3 (puits C-30-I/94-B-15) sont très matures, mais présentent un TOC final moyen de 5,7% largement supérieur à celui des échantillons de la Montney Séquence 2. Quant à la formation Doig (puits 15-11-091-12W6, 14-32-073-08W6, 16-22-076-12W6), la maturité de la matière organique des échantillons prélevés varie entre peu mature et très mature. Le TOC moyen des échantillons appartenant à la formation Doig est de 2,3%.

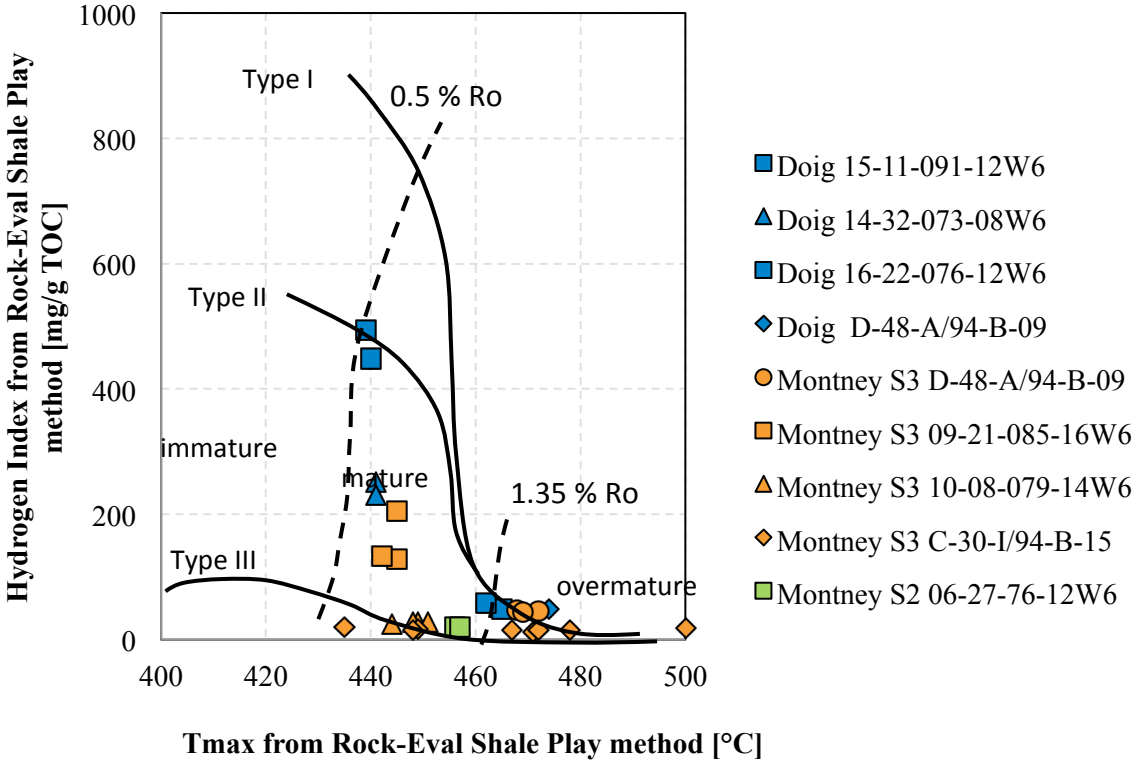


Figure 29 – IH en fonction de Tmax pour les différents échantillons analysés par Rock-Eval dans notre étude.

2.2.3.2 Quantification minéralogique

L'analyse de la composition minéralogique des formations Montney et Doig a été faite par diffraction aux rayons X sur de poudre de roche brute. Cette analyse permet uniquement la quantification des phases minéralogiques. Les échantillons étudiés sont ceux destinés à l'essai pétroacoustique. Le matériel utilisé est un diffractomètre à rayon X commercialisé sous le nom de Panalytical X'PERT PRO.

L'identification des différentes phases cristallines a été effectuée à partir de la base de données COD. L'analyse quantitative a ensuite été réalisée via la méthode de Rietveld. Les minéraux majeurs identifiés lors de l'analyse sont les suivants : quartz, dolomite, albite, orthose, muscovite, calcite, illite, pyrite. Une identification plus rigoureuse, d'une part du signal de la muscovite et d'autre part du signal de l'illite, aurait nécessité la réalisation d'une analyse DRX sur la partie fine de la roche broyée. Ne disposant pas de cette analyse supplémentaire, nous nous sommes appuyés sur les observations par lame mince de la littérature confirmant la présence de muscovite (Chalmers et Bustin, 2012). Les résultats des compositions minéralogiques massiques (%m) obtenus par DRX sont regroupés dans l'Annexe 4. Dans le cadre de notre étude, nous choisissions de regrouper les minéraux en 3 pôles : quartz-feldspath-pyrite (et muscovite), argiles, carbonates. Ce regroupement reflète les propriétés mécaniques des différents minéraux de la roche mère. Les composants souples correspondent au pôle argiles et les composants rigides correspondent au pôle quartz-feldspath-pyrite et au pôle carbonates. La Figure 30 permet de superposer les compositions minéralogiques massiques de nos échantillons à la large base de données établie par Chalmers et Bustin (2012). D'après le diagramme ternaire, les compositions minéralogiques sont caractérisées par des teneurs en argiles inférieures à 15%m, des teneurs en carbonates et QFP variant respectivement entre 10 et 60%m et entre 30 et 85%m. Ces compositions sont cohérentes avec celles publiées dans d'autres études (Cui et al. 2013; Ghanizadeh et al. 2015; Lan et al. 2015).

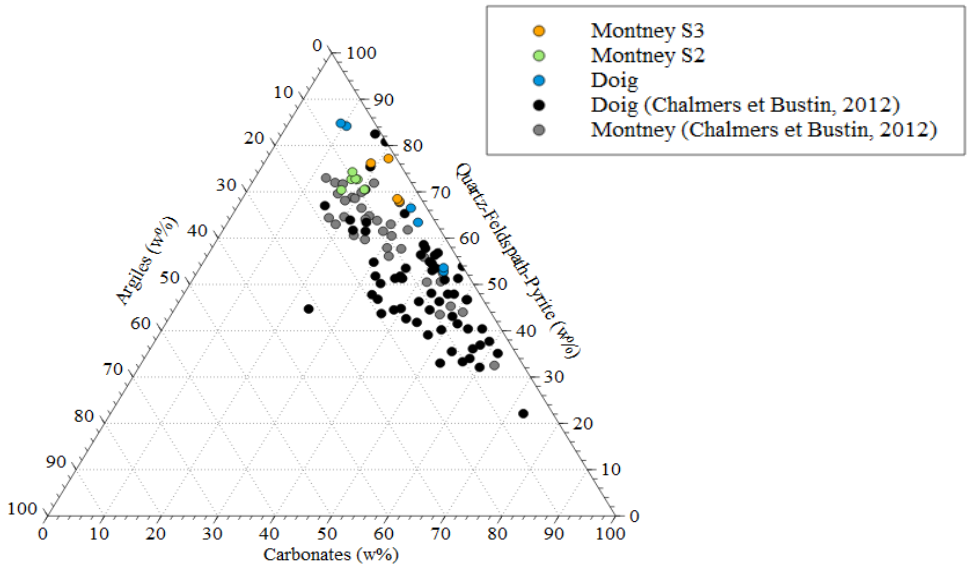


Figure 30 – Diagramme ternaire selon les pôles quartz-feldspath-pyrite (et muscovite), carbonates, argiles représentant la composition des échantillons exprimée en pourcentages massiques.

2.2.3.3 Calcul des compositions volumiques

La roche étant composée de minéraux et de matière organique, il faut tenir compte de la quantification des minéraux obtenue par DRX et de la quantification de la matière organique obtenue par Rock-Eval afin de pouvoir estimer la composition globale de la roche. Dans ce contexte, les données minéralogiques et organiques en unités massique ont été converties en données volumiques plus représentatives pour étudier l'impact de la composition de la roche sur les propriétés pétroacoustiques et nécessaires comme données d'entrée des modèles développés dans le Chapitre 4. Le calcul des teneurs volumiques (%vol) est expliqué succinctement ci-dessous et plus en détails en Annexe 6.

L'analyse DRX permet uniquement la quantification des phases minéralogiques. Les mesures obtenues correspondent donc aux fractions massiques (w_i) de chaque minéral par rapport à l'ensemble des minéraux. Il faut donc les convertir en fractions massiques (W_i) de chaque minéral par rapport aux minéraux et à la matière organique. Ce calcul n'est possible que si la fraction massique de la matière organique W_{OM} est connue.

$$W_i = w_i(1 - W_{OM})$$

La quantification de la fraction massique de la matière organique nécessite la réalisation d'un essai Rock-Eval. Comme expliqué paragraphe 2.2.3.1, cet essai permet de quantifier le carbone organique total issu du craquage du kérogène résiduel or celui-ci est aussi composé d'oxygène, d'hydrogène, d'azote et de souffre. La non prise en compte de ces éléments chimiques conduit à la sous-estimation du volume de la matière organique. D'après l'étude de Behar et al. (2001), la mesure du TOC correspond à 83% de la matière organique.

$$W_{OM} = \alpha \text{ TOC avec } \alpha = 1/0{,}83 = 1{,}20 \text{ (Behar et al. 2001)}$$

La conversion des fractions massiques W_i en fractions volumiques de chaque minéral f_i par rapport aux minéraux et à la matière organique se fait à partir de la densité solide de la roche ρ_s et des densités des différents minéraux ρ_i. Les calculs sont explicités en Annexe 6.

$$f_i = \frac{\rho_s}{\rho_i} W_i$$

$$f_{OM} = \frac{\rho_s}{\rho_{OM}} W_{OM}$$

$$\rho_s = \frac{1}{\sum_{i=1}^{N} \frac{W_i}{\rho_i} + \frac{W_{OM}}{\rho_{OM}}}$$

Les proportions volumiques des différents constituants et la densité solide des échantillons sont consignées dans le Tableau 2. Afin d'effectuer les calculs, nous avons considéré que la densité de la matière organique était constante et égale à 1,3 g/cm^3 (Mavko et

al. 2009). Les densités des minéraux pour les différents échantillons sont regroupées en Annexe 5.

Les constituants des formations Montney et Doig sont : quartz, dolomite, albite, orthose, muscovite, calcite, illite, pyrite et matière organique. Comme précédemment, nous choisissions de regrouper les minéraux en 3 pôles : quartz-feldspath-pyrite (et muscovite), argiles-MO, carbonates.

Les résultats obtenus (Figure 31) montrent que les échantillons « jumeaux » ont des compositions similaires. Les échantillons de la formation Montney sont composés de 61-73%vol de quartz-feldspath-pyrite, 16-24%vol de carbonates et ont des fractions d'argiles-MO inférieures à 13%vol. Les échantillons de la formation Doig sont composés de 49-79%vol de quartz-feldspath et pyrite, 10-39%vol de carbonates et ont des fractions d'argiles-MO inférieures à 5%vol. Les échantillons de la formation Doig se distinguent par l'absence de calcite et par de fortes proportions de muscovite et d'orthose par rapport aux échantillons de la formation Montney.

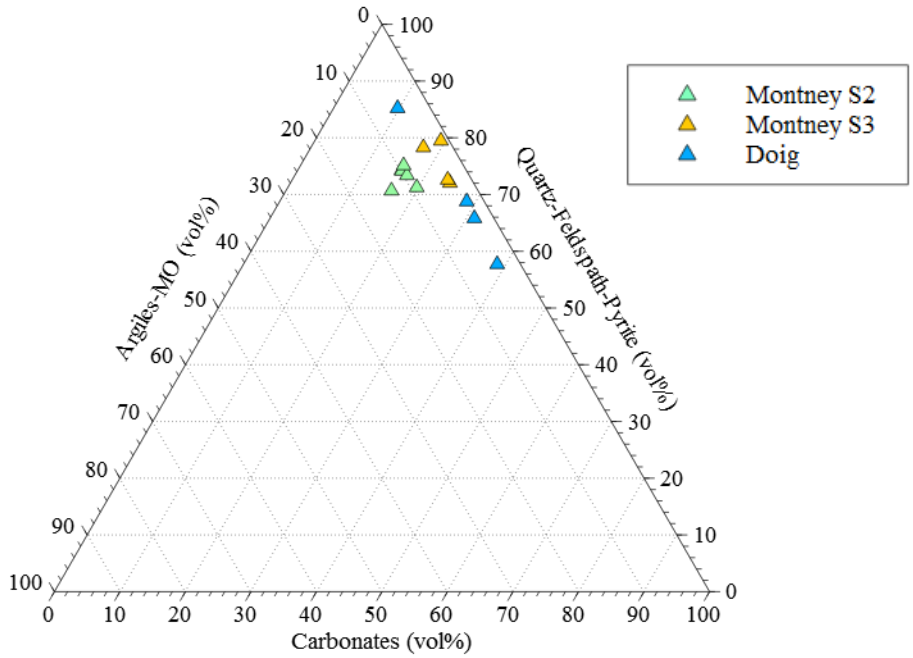


Figure 31 – Diagramme ternaire selon les pôles Quartz-Feldspath-Pyrite (et muscovite), Carbonates, Argiles-MO représentant la composition des échantillons des formations Montney et Doig.

Tableau 2 – Composition volumique des échantillons sélectionnés pour les essais pétroacoustiques. (QFP : quartz, albite, microcline, muscovite, pyrite, sanidine et barite. Carbonates : calcite, dolomite. Argiles : illite, kaolinite, chlorite)

Puits	Réf Geochim	Réf Petra	Formation	QFP	Carbonates	Argiles	MO	Densité solide (g/cm³)
15-11-091-12W6	**174158**	**3675**	Doig	78,8	9,8	5	6,4	2,75
	174159	**3676**		78,3	8,5	5,6	7,5	2,75
14-32-073-08W6	**174160**	**3673**		62,2	31,1	3	3,4	2,73
	174161	**3674**		65,4	28,4	2,7	3,1	2,73
16-22-076-12W6	**174162**	**3677**		47,8	38,7	3,6	9,9	2,7
	174163	**3678**		48,8	38,3	3,2	9,5	2,69
C-30-I/94-B-15	**173896**	**3360**	Montney S3	60,9	24,4	3,6	11,1	2,62
	173897	**3361**		61,1	23,8	3,7	11,5	2,61
	173905	**3369**		73,1	19,3	1,3	6,8	2,61
	173906	**3370**		70,4	17,2	4,5	7,8	2,66
0/06-27-76-12W6	**171270**	**2661**	Montney S2	68,5	15,8	9,8	5,6	2,67
	171271	**2662**						
0/06-09-75-08W6	**171272**	**2663**		72,1	17,5	9,2	1,5	2,71
	171273	**2664**		72	17,2	9,5	1,5	2,72
	171273	**2665**		69,6	19,7	9,1	1,5	2,72
2/06-18-75-08W6	**171274**	**2666**		72,4	15,7	9,2	2,8	2,71
	171275	**2667**		67,9	16,1	13,2	2,8	2,76

2.2.4 Mesures de porosité

2.2.4.1 Densité et porosité

La densité de l'échantillon (bulk density) ρ_b correspond à la masse de l'échantillon sec divisée par le volume total de l'échantillon (volume solide et volume poreux).

$$\rho_b = \frac{m_s}{V_t} = \frac{m_s}{V_s + V_{pores}}$$

Où m_s est la masse du solide (minéraux et matière organique), V_t le volume total de la roche, V_s le volume du solide et V_{pores} le volume du réseau poreux.

Dans notre étude, la densité est calculée à partir des dimensions des échantillons cylindriques et de leur masse sèche. Dans le cas où l'échantillon n'est pas cylindrique (impossible d'estimer les dimensions), on utilise un GeoPyc (micromeritics GeoPyc 1365) afin de mesurer le volume total.

La densité solide ρ_s correspond au poids total des minéraux et de la matière organique divisé par le volume qu'ils occupent (volume des minéraux et volume de la matière organique).

$$\rho_s = \frac{m_s}{V_s} = \frac{m_m + m_{mo}}{V_m + V_{mo}}$$

Où m_m et V_m sont la masse et le volume des minéraux et m_{mo}et V_{mo} sont la masse et le volume de la matière organique.

Dans notre approche, la densité solide peut être mesurée par pycnomètrie hélium (micromeritics AccuPyc II 1340) ou calculée à partir de la composition des échantillons comme explicité en Annexe 6.

La mesure de porosité est basée sur deux paramètres indépendants : le volume solide ou le volume poreux d'une part et le volume total d'autre part, ou de manière équivalente la densité ρ_b et la densité solide ρ_s.

$$\phi = \frac{V_{pores}}{V_T} = \frac{V_T - V_S}{V_T} = 1 - \frac{\rho_b}{\rho_s}$$

Dans notre étude, la porosité est déduite de mesures par pycnométrie hélium (micromeritics AccuPyc II 1340), porosimétrie mercure (micromeritics AutoPore IV) ou résonance magnétique nucléaire. La principale difficulté de réalisation de ces essais provient des dimensions d'échantillon à adapter pour chaque méthode. Ainsi, si la mesure de porosité (volume solide) par pycnométrie hélium est réalisée sur le plug après l'essai pétroacoustique, la mesure de porosité (volume poreux) par porosimétrie mercure est destructrice (contamination par mercure) et doit être réalisée en toute fin de workflow ou sur un échantillon jumeau. Les échantillons destinés à l'intrusion mercure ne sont pas nécessairement cylindriques. Ils doivent pouvoir rentrer dans la cellule de 25 mm diamètre et de 20 mm de hauteur. Ils sont séchés en étuve à 60°C avant analyse. La mesure de porosité (volume poreux) par RMN est réalisée sur un cylindre jumeau ou découpé a posteriori dans l'échantillon de pétroacoustique (paragraphe 2.2.1). L'échantillon destiné à cet essai fait 15 mm de diamètre et environ 15 mm de longueur. Il doit être préalablement séché à 60°C avant d'être analysé en condition sèche, puis en condition saturée (eau). Comme les échantillons ont aussi été analysés par DRX et Rock-Eval, nous sommes capables de calculer la densité solide des échantillons et d'en déduire la porosité (Annexe 6).

Le Tableau 3 et la Figure 32 synthétisent les différentes mesures de porosité pour chaque échantillon. La porosité déduite de mesures DRX et Rock-Eval correspond systématiquement aux valeurs de porosité les plus élevées. Cette approche conduit à une surestimation moyenne de la porosité des échantillons étudiés pouvant être estimée à deux unités de porosité (2,3%). Dans certains cas, comme pour les échantillons 3675 et 3370, les écarts peuvent être très importants, laissant penser que cette méthode n'est pas représentative.

Si l'on considère à présent uniquement les échantillons pour lesquels on dispose de données obtenues au pycnomètre à hélium, par porosimétrie mercure et par RMN, on observe une bonne cohérence pour les échantillons 2664, 2665 et 2666, dont la porosité hélium est supérieure à 2%. Pour les échantillons 2661 et 2667, les mesures hélium et mercure sont similaires, mais la RMN fournit une porosité plus élevée. Les deux premières méthodes impliquent un séchage des échantillons et donnent accès à une porosité dite accessible. La RMN est réalisée sur des échantillons saturés et donne accès à une porosité totale. Le séchage des échantillons de faible porosité n'a peut-être pas permis d'atteindre les plus petits pores.

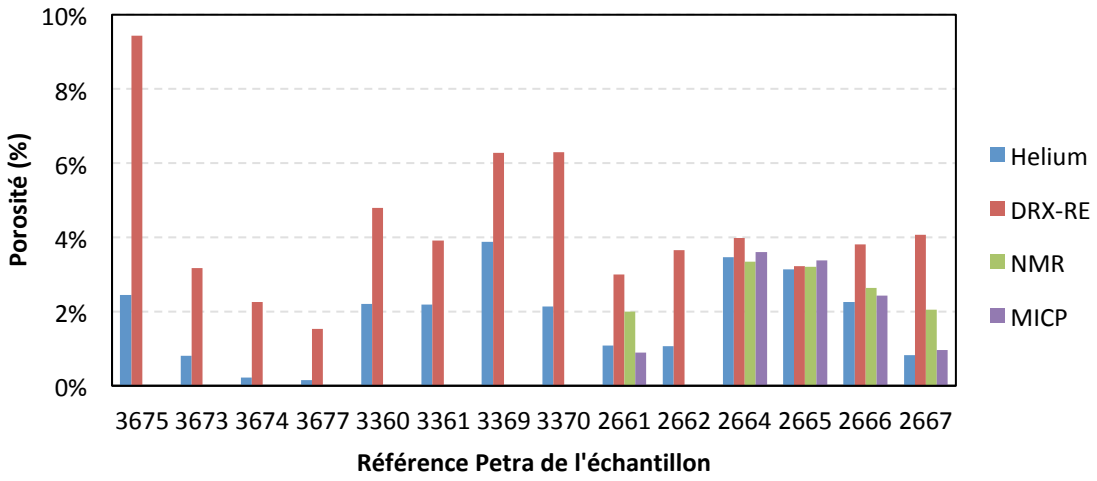


Figure 32 – Histogramme des porosités (hélium, mercure, RMN et DRX-RE) pour les échantillons étudiés.

Tableau 3 – Différentes mesures et calculs de la porosité pour les échantillons étudiés.

Puits	Réf Geochim	Réf Petra	ρ_b (g/cm^3)	Porosité (%)			
				Hélium	DRX-RE	NMR	MICP
15-11-091-12W6	174158	3675	2,49	2,5%	9,4%		
	174159	3676					
14-32-073-08W6	174160	3673	2,65	0,8%	3,2%		
	174161	3674	2,66	0,2%	2,3%		
16-22-076-12W6	174162	3677	2,66	0,2%	1,5%		
	174163	3678					
C-30-I/94-B-15	173896	3360	2,50	2,2%	4,8%		
	173897	3361	2,51	2,2%	3,9%		
	173905	3369	2,45	3,9%	6,3%		
	173906	3370	2,49	2,1%	6,3%		
0/06-27-76-12W6	171270	2661	2,59	1,1%	3,0%	2,0%	0,9%
	171271	2662	2,61	1,1%	3,7%		
0/06-09-75-08W6	171272	2663					
	171273	2664	2,61	3,5%	4,0%	3,3%	3,6%
	171273	2665	2,63	3,1%	3,2%	3,2%	3,4%
2/06-18-75-08W6	171274	2666	2,61	2,3%	3,8%	2,6%	2,4%
	171275	2667	2,65	0,8%	4,1%	2,1%	1,0%

2.2.4.2 Distribution des rayons de pores

Les distributions des rayons de gorges de pores des échantillons de Montney S2 étudiés à IFPEN sont représentées sur la Figure 33. On retrouve deux types de distributions, une distribution centrée sur des rayons d'accès de pores supérieurs à 0,01 µm et une distribution avec des rayons d'accès majoritairement inférieurs à 0,01 µm. L'étude des distributions des rayons de gorges de pores obtenues par intrusion mercure montre que :

- Les distributions présentant des rayons de gorges de pores majoritairement inférieurs à 0,01 µm correspondent aux échantillons de faible porosité (2661 et 2667) pour lesquels les valeurs de porosité RMN sont plus élevées que les valeurs de porosité hélium et mercure. La valeur de porosité au mercure sous-estime donc la valeur réelle pour ces deux échantillons. La différence entre les mesures de porosité s'explique, par l'existence de très faibles rayons de gorges de pores. Ces pores peuvent ne pas être dessaturés lors du séchage et rester inaccessibles au mercure et à l'hélium. La mesure RMN effectuée sur des échantillons saturés va quant à elle prendre en compte l'intégralité de la porosité. Les échantillons 2661 et 2667 ne présentent pas de pic dans leur distribution (Figure 33), car ils possèdent des rayons d'accès inférieurs à la limite de la méthode de mesure.
- Les distributions présentant des rayons de gorges de pores majoritairement supérieurs à 0,01 µm correspondent aux échantillons dont les valeurs de porosités RMN, hélium et mercure sont similaires.

Les distributions des rayons de gorges de pores réalisées pour les échantillons des formations Montney S3 et Doig révèlent des distributions de pores majoritairement inférieurs à 0,01 µm.

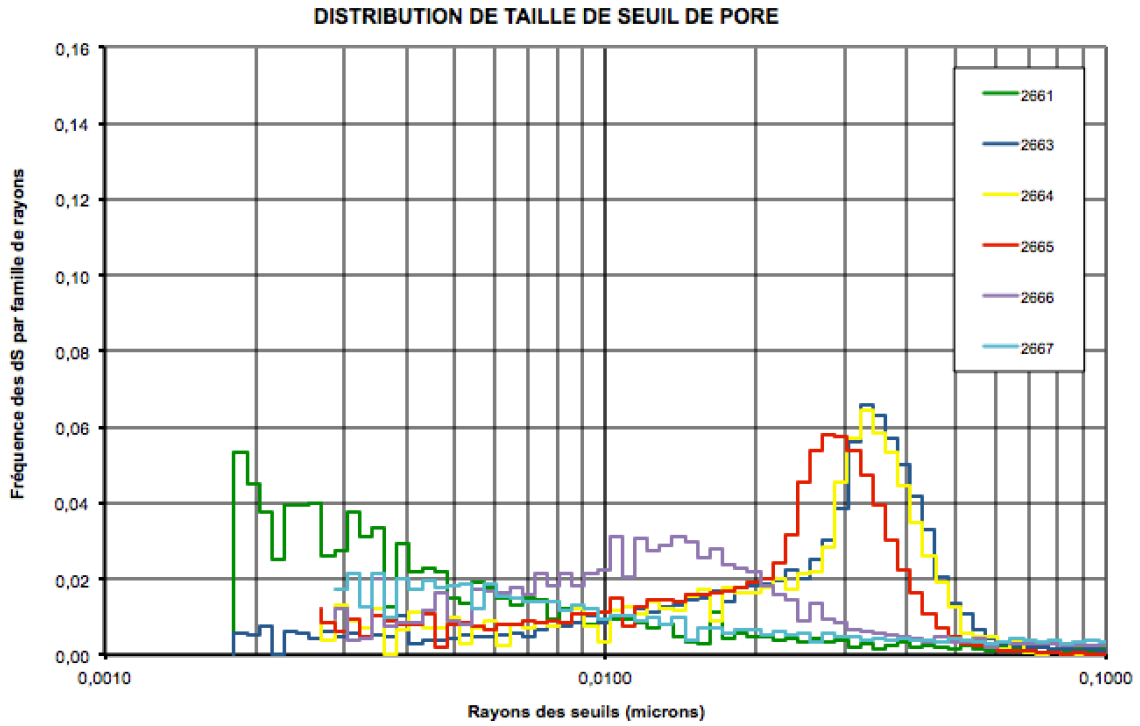


Figure 33 – Distributions des rayons de gorges de pores à partir de l'injection de mercure pour les échantillons de la formation Montney S2 analysés à IFPEN.

La Figure 34 correspond aux distributions des rayons des gorges de pores en fonction de la pénétration du mercure pour 11 échantillons étudiés par Wood et al. (2015), auxquels sont superposés les pics des distributions (indiqués par des flèches) d'Anderson et al. (2010); Chalmers et Bustin (2012); Cui et al. (2013), ainsi que les pics des distributions des rayons de gorges de pores des échantillons de Montney analysés à IFPEN (aucun pic n'est observé pour les échantillons 2661 et 2667, d'où leur représentation par des flèches horizontales). Les différentes conditions de réalisation des porosimétries mercure sont résumées dans le Tableau 4.

Les mesures relevées dans la littérature (Figure 34) sont cohérentes avec celles réalisées à IFPEN et révèlent l'existence de deux types de distributions de tailles des pores : des distributions avec des rayons de gorges de pores majoritairement supérieurs à 0,01 µm et des distributions indiquant des rayons de gorges de pores majoritairement inférieurs à 0,01 µm.

Tableau 4 – Synthèse des conditions de mesure par porosimétrie mercure dans la bibliographie pour la formation Montney.

Sources	Condition of measurements
Chalmers and Bustin (2015)	as received
Wood et al. (2015)	cleaned with toluene et methanol and then oven-dried at 100°C of 24h prior measurement
Cui et al. (2013)	dean-stark cleaning with toluene for 24 hours followed by ovendrying 70°C for 24 hours, oil permeabilty measurement, re-clean by dean-stark for 96 hours and oven-drying for 24 hours at 70°C

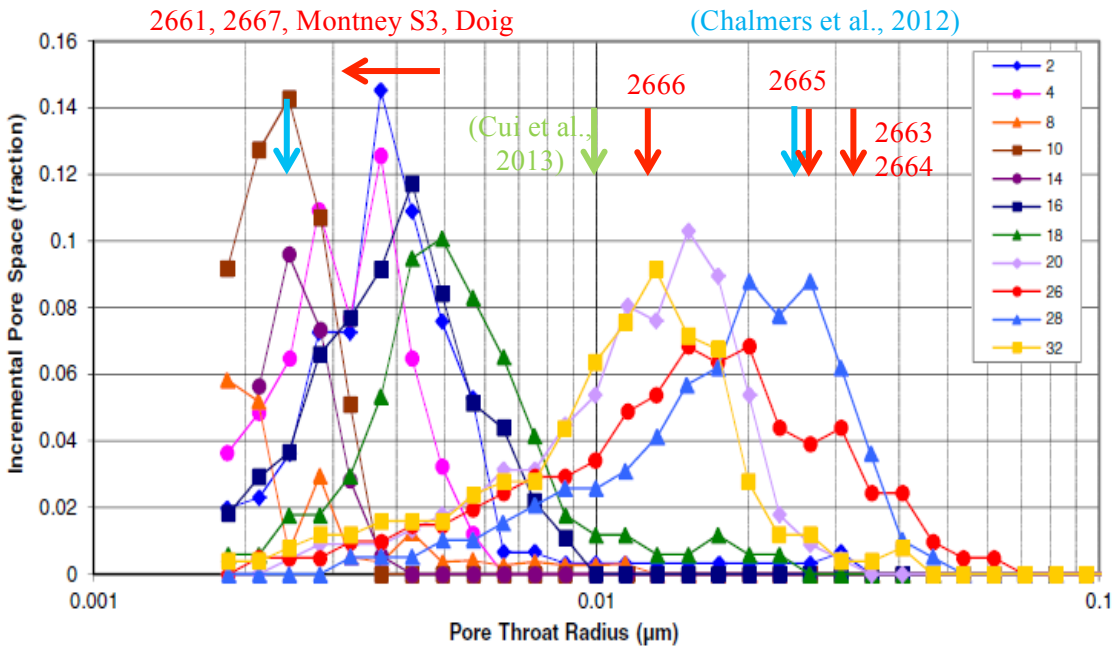


Figure 34 – Distributions des rayons de gorges de pores en fonction du volume de mercure injecté (Wood et al. 2015). Les flèches rouges indiquent les distributions des rayons de gorges de pores de nos échantillons. Les échantillons des formations Doig, Montney S3 et Montney S2 (2661 et 2667) n'ont pas de pic. Les autres flèches correspondent aux distributions de la littérature (Chalmers et Bustin 2012; Cui et al. 2013).

2.2.5 Mesures pétroacoustiques

2.2.5.1 Visualisation des échantillons par imagerie scanner

Après carottage, l'intégrité des échantillons et leur niveau d'hétérogénéité sont vérifiés par scanner (GE Healthcare Discovery™ CT 750 HD). La Figure 35-A correspond à un échantillon présentant une large hétérogénéité associée à une fissure marquée ; la Figure 35-B correspond à un échantillon présentant plusieurs fissures importantes. Les images A et B de la Figure 35 correspondent aux images scanner d'échantillons considérés comme non satisfaisants pour l'essai pétroacoustique. A contrario, la Figure 35-C correspond à un échantillon jugé satisfaisant pour l'essai pétroacoustique.

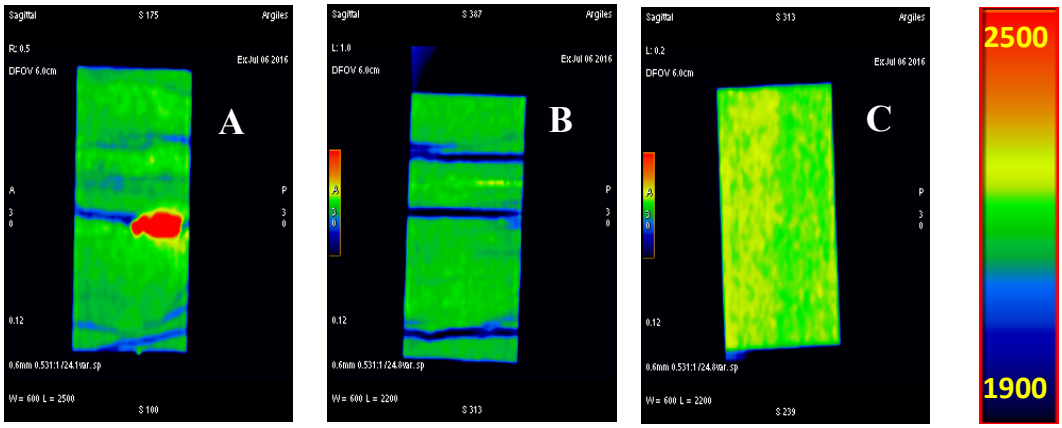


Figure 35 – Exemples d'images scanner. L'image A correspond à l'échantillon 3364 et révèle la présence d'une hétérogénéité. L'image B correspond à l'échantillon 3362 et révèle l'existence de plusieurs fissures. L'image C correspond à l'échantillon 3361.

2.2.5.2 Dispositif et réalisation des essais pétroacoustiques

Comme expliqué précédemment, l'approche expérimentale mise en place est centrée autour d'essais pétroacoustiques. En fonction des dimensions des carottes et du matériel utilisé lors de l'échantillonnage, les échantillons réalisés ont un diamètre de 38 mm (1,5″) ou de 25,4 mm (1,0″) (Tableau 5). De même, leur longueur varie à cause des difficultés d'échantillonnage (Tableau 5).

Les échantillons sont analysés tels qu'ils sont reçus (i.e. sans séchage, ni saturation). Les échantillons de diamètre 38 mm correspondent au diamètre standard de la cellule de pétroacoustique et sont directement glissés dans une gaine viton déformable et étanche qui permettra d'isoler l'échantillon du fluide de confinement (Figure 36). Par contre, la réalisation d'essais pétroacoustiques sur des échantillons mesurant 25,4 mm de diamètre nécessite une seconde gaine qui permettra de compenser la différence de diamètre (Figure 36). Cette adaptation a été validée sur des échantillons de calcaire de Lavoux. Les embases inférieures et supérieures de la cellule placées au contact des deux faces des échantillons contiennent des capteurs piézoélectriques (500KHz) permettant de mesurer les vitesses d'ondes P et S. La pression du réseau poreux n'est pas régulée et les circuits de pores sont connectés à l'extérieur (pression atmosphérique). Une fois le montage terminé et l'échantillon placé dans la cellule,

différents cycles de confinement sont réalisés. Les erreurs du dispositif liées aux mesures de vitesses correspondent à 2%.

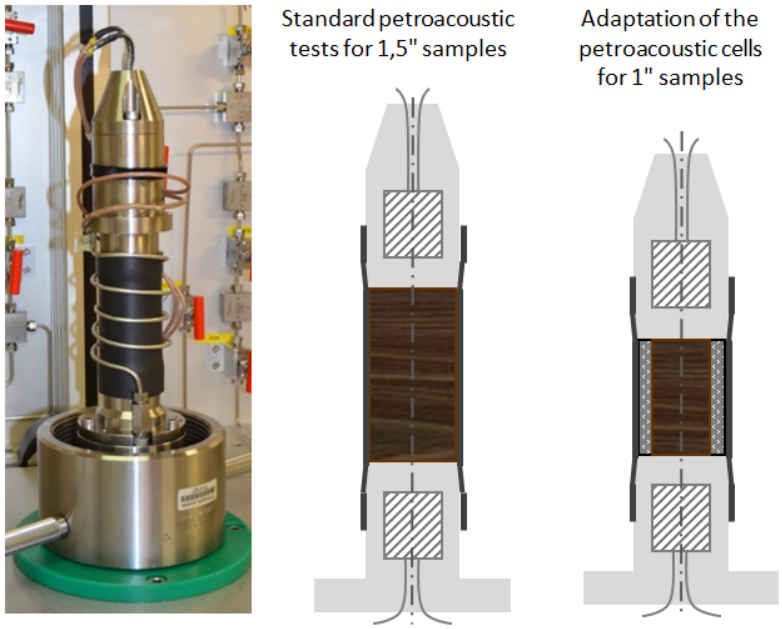


Figure 36 – Photo et schémas du dispositif d'essai pétroacoustique pour les échantillons mesurant 38 mm (1,5") et 25,4 mm (1,0") de diamètres.

Les roches étudiées ayant un comportement isotrope transverse (axe de symétrie perpendiculaire au litage, voir Annexe 2), le positionnement des échantillons dans la cellule doit être réalisé en tenant compte de la polarisation de l'onde S (Figure 37).

L'échantillon vertical permet de mesurer les ondes propagées perpendiculairement au litage, c'est-à-dire les ondes P et S à 0° (Figure 37). Le matériau étant isotrope transverse avec un axe de symétrie perpendiculaire au litage, la polarisation des ondes S n'a pas d'influence ici $V_S(0°) = V_{SH}(0°) = V_{SV}(0°)$.

L'échantillon horizontal permet de mesurer les ondes propagées parallèlement au litage, c'est-à-dire les ondes P et S à 90°. Le matériau étant isotrope transverse avec un axe de symétrie perpendiculaire au litage, la polarisation des ondes S a une influence et donc l'orientation du capteur piézoélectrique est à prendre en compte (Figure 37). La polarisation de l'onde S parallèle au litage permet de mesurer $V_{SH}(90°)$, alors qu'une polarisation perpendiculaire au litage permet de mesurer $V_{SV}(90°)$ qui correspond à $V_S(0°)$ pour un matériau isotrope transverse.

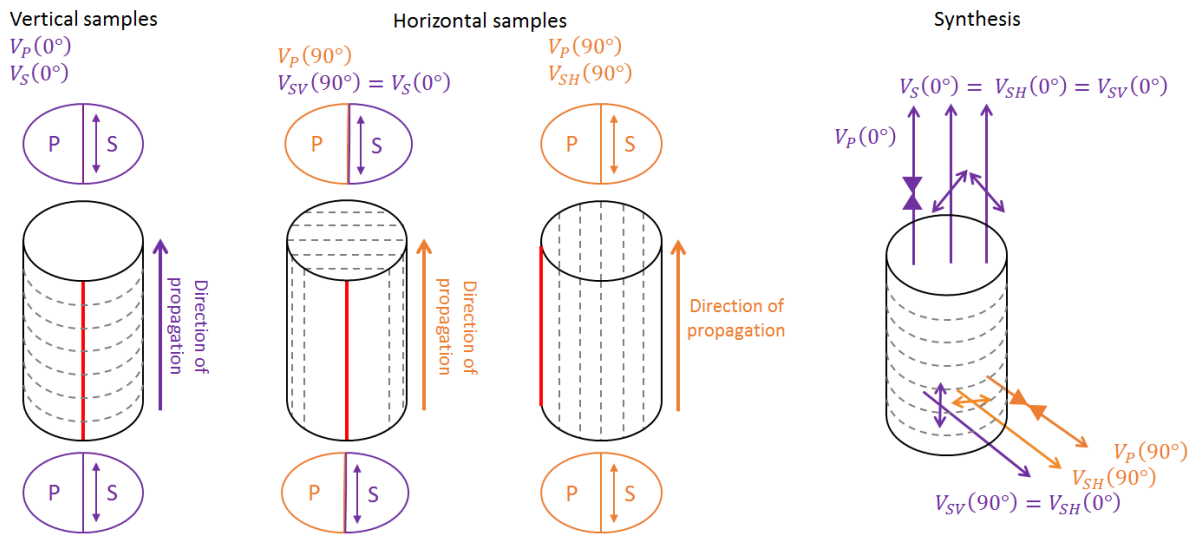


Figure 37 – Illustration des directions de propagation (flèche à sens unique) et de polarisation (flèche à double sens) des ondes P et S en fonction de l'orientation de l'échantillon et du positionnement des capteurs piézoélectriques.

Tableau 5 – Dimensions et masses des échantillons étudiés en pétroacoustique.

Puits	Réf Geochim	Réf Petra	Orientation	Masse (g)	Hauteur (mm)	Diamètre (mm)
15-11-091-12W6	174158	3675	Verticale	89,45	30,75	38,30
	174159	3676				
14-32-073-08W6	174160	3673	Verticale	172,93	58,80	37,96
	174161	3674	Verticale	148,44	49,30	37,96
16-22-076-12W6	174162	3677	Verticale	141,09	47,11	37,99
	174163	3678				
C-30-I/94-B-15	173896	3360	Verticale	58,83	45,41	26,09
	173897	3361	Horizontale	62,37	49,04	25,24
	173905	3369	Verticale	68,28	53,14	25,36
	173906	3370	Horizontale	68,44	53,34	25,33
0/06-27-76-12W6	171270	2661	Verticale	176,52	60,23	37,95
	171271	2662	Verticale	178,87	60,60	37,95
0/06-09-75-08W6	171272	2663	Verticale	177,42	60,07	37,95
	171273	2664				
	171273	2665	Verticale	179,68	60,50	37,95
2/06-18-75-08W6	171274	2666	Verticale	165,47	56,00	37,95
	171275	2667	Verticale	114,12	38,01	37,95

2.2.5.3 Evolution des vitesses en fonction du confinement

Les mesures des vitesses de propagation des ondes P et S ont été réalisées pour des confinements différents et selon plusieurs cycles. Les premiers échantillons étudiés (formation Montney S2) ont été soumis à 15, 25, 35, puis 25, 15 MPa lors de l'essai. Les échantillons étudiés par la suite (formation Montney S3 et Doig) ont été soumis à deux cycles de confinement de 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, puis 35, 30, 25, 20, 15, 10 et 5 MPa. Les mesures pétroacoustiques réalisées par Jiang et al. (2013) sans confinement sont plus dispersées et présentent de faibles vitesses par rapport aux mesures des échantillons de la formation Barnett de Sone (2012) (paragraphes 2.3.4.4 et 2.3.4.6). L'application d'une pression de confinement permet de fermer les microfissures et de mesurer les propriétés élastiques intrinsèques du matériau (Sarout 2006).

La Figure 38 et la Figure 39 regroupent les mesures de vitesses de propagations respectivement des ondes P et des ondes S selon l'axe 0° (échantillons verticaux) pour le premier cycle de chargement. Les puces en bleu correspondent aux échantillons de la formation Doig et proviennent de 3 puits différents. Les échantillons 3673 et 3674 sont des échantillons jumeaux. Les échantillons représentés en vert appartiennent à la formation Montney S2 et sont issus de 3 puits différents. Les échantillons 2664 et 2665, de même que les échantillons 2666 et 2667, sont jumeaux. Les deux échantillons de la formation Montney S3 correspondent aux puces en orange et sont issus du même puits, la distance entre les deux prélèvements étant de 2,4 m. Pour rappel, les références des puits et les profondeurs des échantillons sont consignées dans le Tableau 1. D'après les résultats, les échantillons présentent une sensibilité plus ou moins marquée au confinement. Les vitesses augmentent avec le confinement en tendant vers une asymptote.

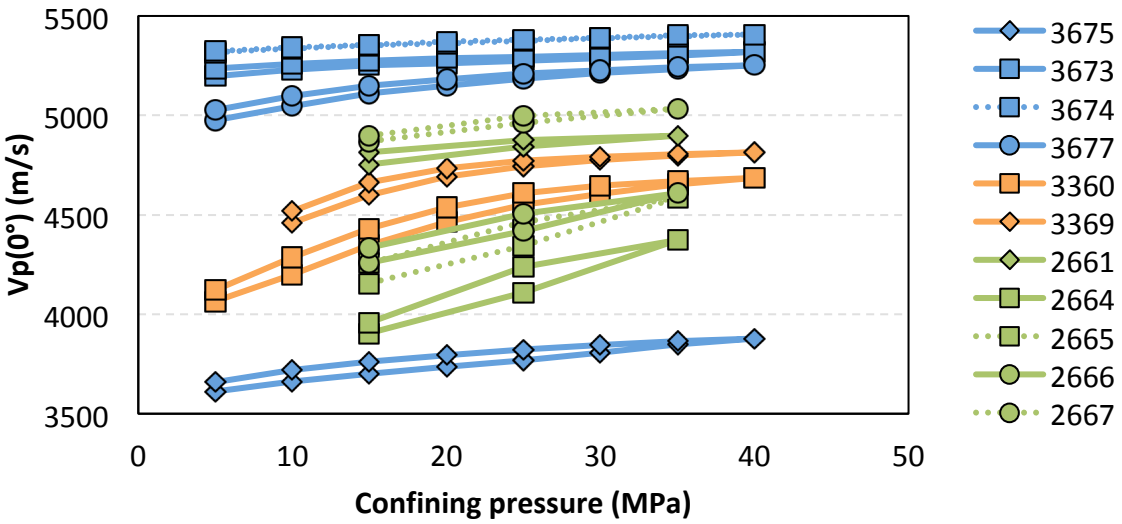


Figure 38 – Evolution des vitesses de propagation des ondes P selon l'axe 0° pour un cycle de confinement : en bleu, les échantillons de la Doig ; en orange et vert, les échantillons de la formation Montney appartenant respectivement à la séquence 3 et la séquence 2. Les traits en pointillés correspondent au cycle de chargement/déchargement des échantillons jumeaux.

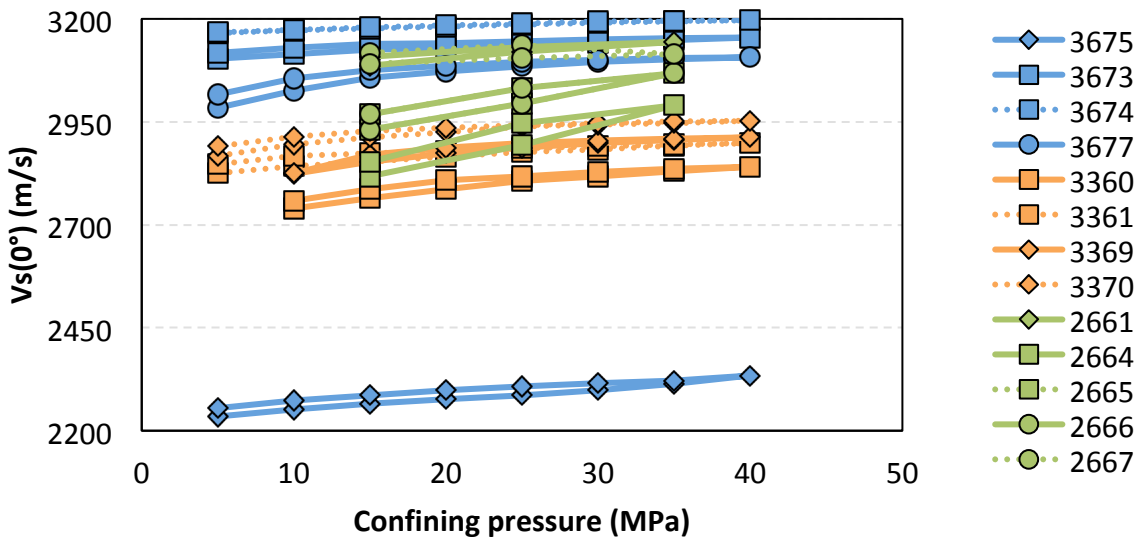


Figure 39 – Evolution des vitesses de propagation des ondes S selon l'axe 0° pour un cycle de confinement : en bleu, les échantillons de la Doig ; en orange et vert, les échantillons de la formation Montney appartenant respectivement à la séquence 3 et séquence 2. Les traits en pointillés correspondent au cycle de chargement/déchargement des échantillons jumeaux

2.2.5.4 Variations des vitesses en fonction des composants

Les vitesses mesurées ont été comparées en fonction des compositions volumiques en QFP, carbonates et argiles-MO ainsi que des mesures de porosité. Nous n'avons pas observé de tendances permettant de relier les variations de vitesses aux fractions volumiques en QFP ou carbonates. La Figure 40 représente les vitesses de propagation des ondes P et S selon l'axe vertical en fonction de la porosité et de la MO. Les résultats montrent une tendance à la diminution des vitesses de nos échantillons lorsque la la porosité augmente. L'influence des argiles et de la MO semble secondaire par rapport à l'influence de la porosité.

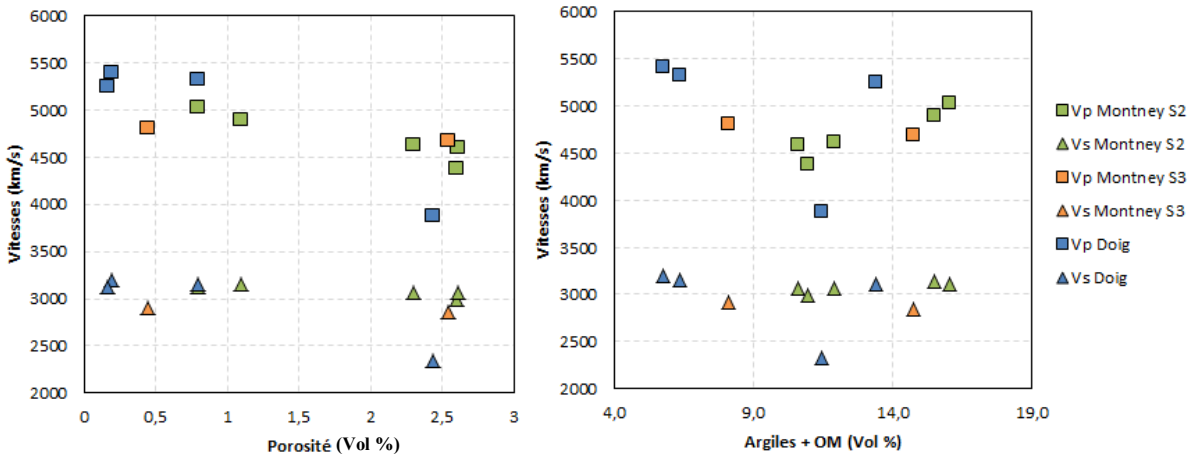


Figure 40 – Variations des vitesses de propagation des ondes P et S selon l'axe 0° en fonction de la porosité et de la fraction volumique en argiles-MO.

Le ratio Vp/Vs a été calculé et relié à la composition de l'échantillon. La Figure 41 correspond aux variations de ce ratio en fonction de la porosité et de la fraction volumique en argiles-MO. De même que les vitesses, le ratio Vp/Vs diminue globalement avec l'augmentation de la porosité et l'influence des argiles et de la MO semble secondaire.

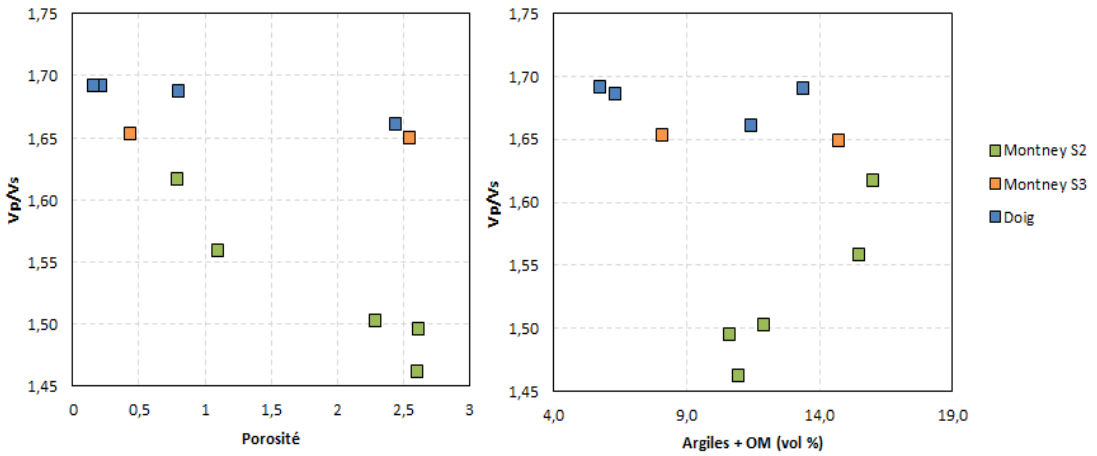


Figure 41 – Variations du ratio Vp/Vs selon l'axe 0° en fonction de la porosité et de la fraction volumique en argiles-MO.

2.2.5.5 Anisotropie

Comme expliqué paragraphe 2.2.1 et Annexe 2, les roches mères sont considérées comme ayant un comportement isotrope transverse. La caractérisation mécanique du milieu nécessite la mesure de 5 vitesses de propagation d'ondes Vs(0°), Vp(0°), Vsh(90°), Vp(90°) et Vs(45°), ce qui correspond à la réalisation d'essais pétroacoustiques pour 3 cylindres de différentes orientations : 0° (vertical), 45° et 90° (horizontal). Malheureusement, nous ne disposons d'aucun échantillon carotté à 45° et seulement deux échantillons horizontaux ont pu être réalisés pour la séquence 3 de la formation Montney. Les seules paires jumelles d'échantillons de différentes orientations disponibles sont : l'échantillon 3360 d'orientation verticale et son jumeau l'échantillon 3361 d'orientation horizontale ; l'échantillon 3369 d'orientation verticale et son jumeau l'échantillon 3370 d'orientation horizontale. Les couples d'échantillons (3360-V, 3661-H) et (3369-V, 3370-H) ont été prélevés dans le même puits (C-30-I/94-B-15) à 2,4 m d'intervalle.

La Figure 42 regroupe les mesures de vitesses Vp(0°) et Vp(90°) des couples d'échantillons (3360-V, 3661-H) et (3369-V et 3370-H) lors du premier cycle de confinement et montre que les vitesses de propagation des ondes P parallèles au litage (Vp(90°)) sont plus élevées que les vitesses de propagation des ondes P perpendiculaires au litage (Vp(0°)) .

D'après les résultats, les vitesses de propagation des ondes P pour les deux couples d'échantillons (3360-V, 3661-H) et (3369-V et 3370-H) sont similaires (écarts respectifs à 40MPa de 3% et 1% pour Vp(0°) et Vp(90°).

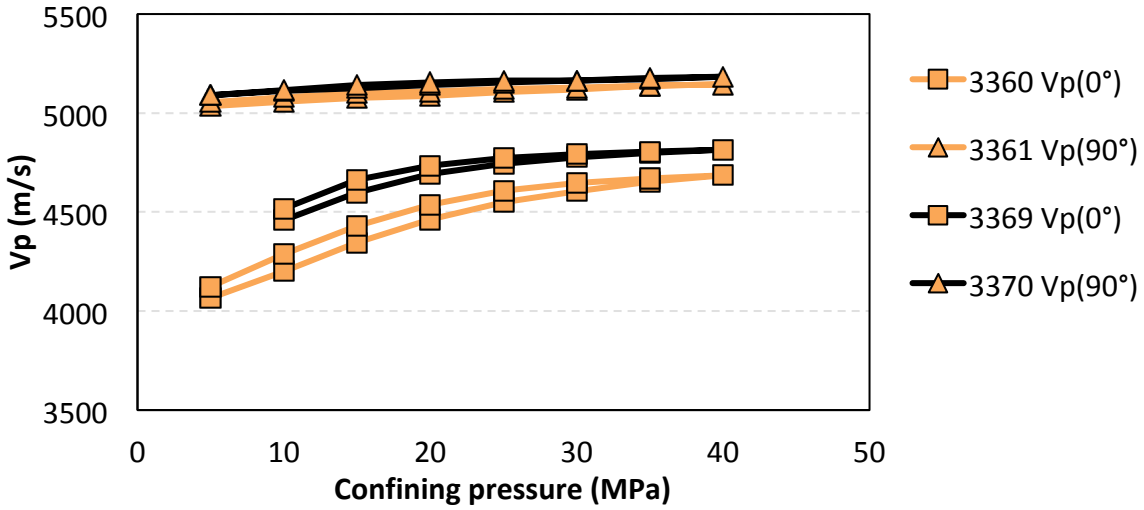


Figure 42 – Evolution des vitesses Vp(0°) et Vp(90°) pour les couples d'échantillons (3360-V, 3661-H) et (3369-V, 3370-H) pour un cycle confinement.

La Figure 43 regroupe les mesures de vitesses Vs(0°), Vsh(90°) et Vsv(90°) pour les couples d'échantillons (3360-V, 3661-H) et (3369-V et 3370-H) pour le premier cycle de confinement.

Pour un même échantillon (3361 ou 3370), la comparaison des vitesses de propagation des ondes S parallèles au litage en fonction de la polarisation montre que Vsh(90°) est plus élevée que Vsv(90°).

Les vitesses Vsv(90°) mesurées à partir des échantillons horizontaux sont comparés aux vitesses Vs(0°) mesurées sur les échantillon jumeaux verticaux. La comparaison révèle que ces deux vitesses sont similaires (écart de 40 MPa inférieur à 2% pour les deux couples d'échantillons).

Les résultats obtenus révèlent une bonne cohérence des mesures entre les échantillons jumeaux, mais aussi entre les deux paires d'échantillons traduisant une faible dispersion intrinsèque, pour rappel, la distance de prélèvement entre les deux paires d'échantillons est de 2,4 m. Les observations réalisées à savoir: Vp(90°) > Vp(0°), Vsh(90°) > Vsv(90°) = Vs(0°), sont conformes à un comportement isotrope transverse du matériau.

Les vitesses de propagation des ondes P et S mesurées selon l'axe horizontal varient très peu en fonction de la pression de confinement sont quasi-constantes par rapport aux vitesses associées à l'axe vertical. Ces observations sont conformes à des fissures orientées parallèlement au litage, ce que confirment les images scanner réalisées et la modélisation par milieu effectif (paragraphe 4.4.3).

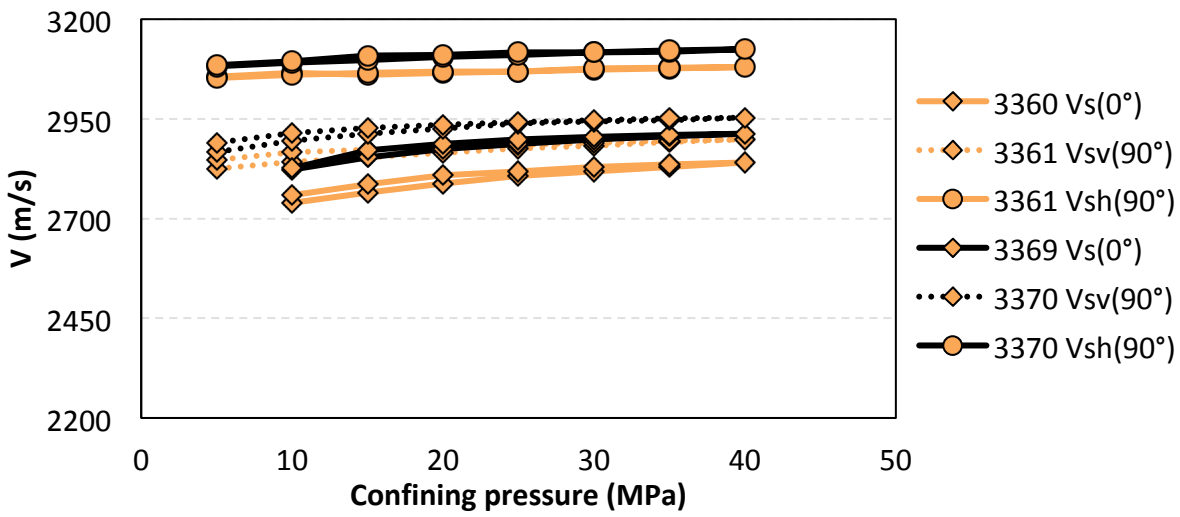


Figure 43 – Evolution des vitesses Vsh(90°), Vsv(90°) et Vs(0°)pour les couples d'échantillons (3360-V, 3661-H) et (3369-V et 3370-H) pour un cycle confinement.

Il est possible de quantifier l'anisotropie des ondes P et ondes S grâce au paramètre de Thomsen (1986) epsilon et gamma (Annexe 2). La Figure 44 correspond aux paramètres d'anisotropie calculés pour les couples d'échantillons (3360-V, 3661-H) et (3369-V et 3370-H) pour le premier cycle de confinement. L'anisotropie diminue avec l'augmentation du confinement et tend vers une asymptote. Le confinement influence principalement le paramètre epsilon (caractérisant l'anisotropie des ondes P). Comme expliqué précédemment, ces évolutions sont dues à la fermeture de fissures orientées parallèlement au litage et sont cohérentes avec la modélisation par milieu effectif (paragraphes 4.4.3).

L'anisotropie mesurée pour nos couples d'échantillons de la formation Montney S3 ($\varepsilon = 0{,}10$ et $\gamma = 0{,}08$) est faible par rapport à celle des échantillons de Sone (2012) ou d'Abousleiman et al. (2007) et Bobko (2008) (paragraphe 2.3.4.7).

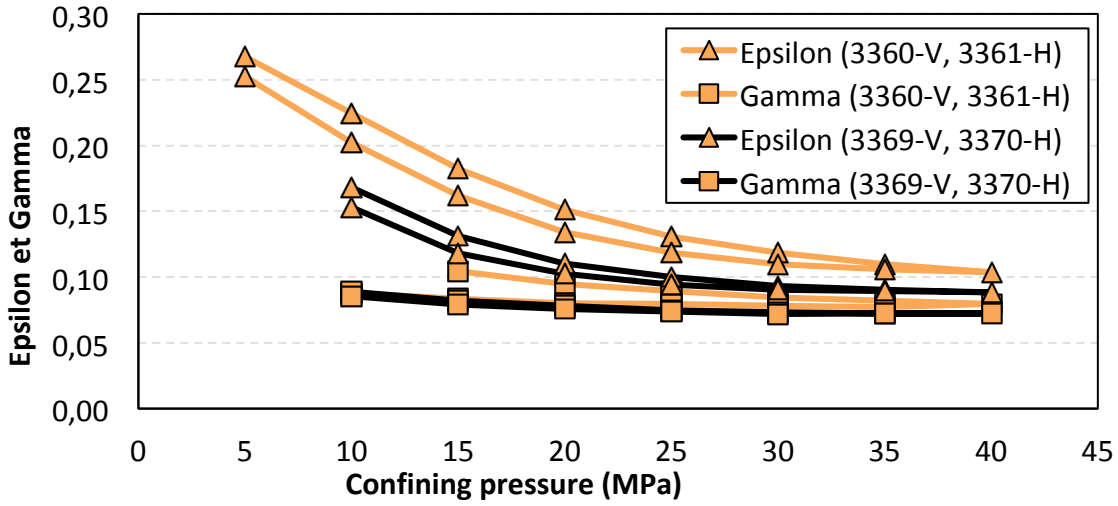


Figure 44 – Paramètres d'anisotropie epsilon et gamma pour les couples d'échantillons (3360-V, 3661-H) et (3369-V et 3370-H) pour un cycle confinement.

2.3 Base de données : Mise en perspective de l'approche expérimentale

La synthèse bibliographique réalisée a permis de collecter les résultats d'essais poromécaniques (essais géomécaniques et pétroacoustiques) effectués sur des roches mères d'Amérique du Nord. Dans notre étude, nous nous sommes focalisés sur les données pétroacoustiques d'une part, plus abondante dans la littérature et d'autre part, en adéquation avec l'approche expérimentale que nous avons mise en oeuvre et réalisée sur les échantillons des formations Montney et Doig. La base de données regroupe également des données essentielles à l'interprétation des essais pétroacoustiques dès lors qu'elles sont précisées par les différents auteurs : les conditions de préservations des échantillons, les conditions expérimentales, la composition minéralogique, la teneur en matière organique, la maturité, la porosité des échantillons…

L'intérêt de ce travail consiste à (1) collecter et investiguer le traitement des données essentielles à l'interprétation des essais pétroacoustiques dans la littérature, (2) harmoniser et comparer les données collectées à nos essais expérimentaux réalisés sur des échantillons des formations Montney et Doig, (3) ressortir des comportements et des tendances propres à chaque formation ou généralisables aux différentes roches mères, (4) fournir des données d'entrées pour la modélisation (Chapitre 4).

2.3.1 Données collectées dans la littérature

- **Conditions expérimentales**

Comme pour nos essais réalisés sur des échantillons des formations Montney et Doig, les essais regroupés dans la base de données correspondent à des mesures pétroacoustiques faites sur des échantillons non saturés (ou supposés non saturés pour Abousleiman et al. (2007) et Bobko (2008)). Ces essais ont été réalisés dans différentes conditions de confinement : sans pression de confinement (Abousleiman et al. 2007; Bobko 2008; Jiang et al. 2013; Zhou et al. 2013), à un seul niveau de confinement de 70 MPa (Vernik et Landis 1996; Vernik et Liu 1997) ou à différentes pressions de confinement 10, 20, 30 et 40 MPa (Sone 2012).

La préparation et la conservation des échantillons varient d'une source à l'autre. Ainsi, certains échantillons ont été lavés au toluène, puis séchés (Jiang et al. 2013) ; d'autres ont été préservés de la dessiccation : en étant séchés à humidité contrôlée (Zhou et al. 2013) ou en étant plongés dans une huile synthétique (Abousleiman et al. 2007; Bobko 2008) ou tout simplement en étant conservés dans un sachet en plastique (Vernik et Landis 1996; Vernik et Liu 1997). D'autres échantillons ont été scellés dans de la paraffine : les échantillons à porosité élevée et peu compacts (Vernik et Landis 1996; Vernik et Liu 1997) et les échantillons des formations Barnett et Fort St John de Sone (2012). Finalement, certains échantillons ont été analysés tels qu'ils ont été reçus notamment les échantillons de Haynesville et Eagle Ford (Sone 2012).

Les différences de niveau de confinement et de préservation des échantillons sont naturellement susceptibles d'induire une dispersion supplémentaire dans les mesures de vitesses considérées, qui devra être gardée à l'esprit lors de l'analyse des données.

- **Mesures de porosité et densité**

La densité est systématiquement mesurée et fournie pour presque tous les échantillons. Elle est obtenue à partir des mesures des dimensions des échantillons et de leur masse (Zhou et al. 2013; Vernik et Liu 1997; Vernik et Landis 1996; Sone 2012; Jiang et al. 2013). La densité solide n'a été fournie que par certains auteurs. Elle est soit mesurée par pycnométrie à hélium, soit calculée par intrusion mercure (Vernik et Landis 1996; Vernik et Liu 1997), soit déduite des mesures DRX et de la teneur en matière organique (Vernik et Landis 1996; Vernik et Liu 1997; Abousleiman et al. 2007; Bobko 2008; Sone 2012; Jiang et al. 2013). La formule de calcul de la densité solide est explicitée au paragraphe 2.2.3.3 et dans l'Annexe 6.

En l'absence d'information sur le TOC, Jiang et al. 2013 ont calculé une densité de matrice minérale à partir des mesures DRX. La densité de la matrice minérale ρ_s^{min} ne prend pas en compte la composante organique de la roche (Annexe 6). Elle correspond au poids total des minéraux divisé par le volume qu'ils occupent. La densité de matrice minérale déduite des mesures DRX est calculée à partir : des fractions massiques de chaque minéral par rapport aux minéraux w_i et de la densité des minéraux ρ_i. Les calculs sont explicités en Annexe 6.

$$\rho_s^{min} = \frac{1}{\sum_{i=1}^{N} \frac{w_i}{\rho_i}}$$

Les porosités issues de la littérature ont été estimées par différentes approches :
- mesure au pycnomètre à hélium (Vernik et Landis, 1996; Vernik et Liu, 1997) ;
- calcul par différence entre poids sec et saturé (Vernik et Landis, 1996; Vernik et Liu, 1997) ;
- mesure par intrusion de mercure (Abousleiman et al. 2007; Bobko 2008) ;
- calcul à partir de données diagraphiques (Abousleiman et al. 2007; Bobko 2008) ;
- calcul à partir de la composition et de la densité l'échantillon (Jiang et al. 2013; Sone 2012).

$$\phi = 1 - \frac{\rho_b}{\rho_s}$$

- **Quantification de la matière organique**

Le calcul de la teneur en matière organique nécessite la réalisation d'un essai Rock-Eval. Comme expliqué au paragraphe 2.2.3.2, cet essai permet de quantifier le carbone organique total issu du craquage du kérogène résiduel. Afin d'estimer la fraction volumique en matière organique, nous avons besoin de α et de ρ_{OM}. Ces paramètres sont amenés à varier en fonction de l'étude : pour l'étude de Sone (2012) α et ρ_{OM} valent respectivement 1,0 et 1,3 gcm^{-3}, tandis que, pour l'étude de Vernik, α vaut 1,5 (Tissot et Welte 1978) et ρ_{OM} est compris entre 1,0-1,4 gcm^{-3}.

Si certaines études explicitent leurs calculs ainsi que la méthode de quantification de la matière organique (Vernik et Landis 1996; Vernik et Liu 1997; Sone 2012), ce n'est le cas pour celles d'Abousleiman et al. (2007)/Bobko (2008) et nous n'avons alors d'autre choix que de considérer que la teneur publiée correspond à la teneur en matière organique. Enfin, d'autres études n'ont pas quantifié les teneurs en matière organique (Jiang et al. 2013; Zhou et al. 2013).

- **Quantification de la composition minéralogique**

Afin de déterminer la composition minéralogique des échantillons, les différents auteurs les ont systématiquement analysés par diffraction aux rayons X (DRX). Les auteurs ont par la suite interprété ces données différemment (Tableau 6). Certains auteurs présentent les résultats DRX pour chaque échantillon en fonction de la minéralogie (Abousleiman et al. 2007; Bobko 2008; Jiang et al. 2013) ou de groupes minéralogiques : quartz-feldspath-pyrite, argiles-OM, carbonates (Sone 2012). D'autres les présentent sous forme de composition moyenne par formation (Vernik et Landis 1996; Vernik et Liu 1997; Zhou et al. 2013).

Tableau 6 – Synthèse résumant les conditions expérimentales et les données disponibles pour les échantillons de la base de données selon les différentes sources. Les échantillons des formations Montney et Doig étudiés à IFPEN sont également reportés.

References	Porosity measurement	Density	Saturation and preservation	MO	Mineral Composition		P_c (MPa)
Sone (2012)	Calculated using dbluk and dsolid (from DRX)	Bulk Solid (DRX)	As received (Haynesville and Eagle ford were sealed in wax, Barnett and Fort St John were exposed to room-humidity)	TOC (Rock-Eval) α=1,0	Mean mineralogy for each sample (QFP, Carbonate, clay-OM)	%vol	10, 20, 30, 40
Jiang et al. (2013)	Calculated using dbluk and dsolid (from DRX)	Bulk Matrix (DRX)	Cleaned with toluene and oven dried	No	XRD mineralogy for each sample (quartz, orthoclase, albite, pyrite, calcite, dolomite, aragonite, siderite, sulfates, apatite, smectite, illite, mixed layer, kaolinite, mica, chlorite)	%weight	no
Zhou et al. (2013)	Calculated using dbulk and dmineral (from DRX)	Bulk	Preserved from desiccation with controlled humidity environments	No	Mean XRD mineralogy for each formation (quartz, K feldspar, plagioclase, calcite, dolomite and dolomite Fe, pyrite, total clay)	%weight	no
Vernik and Landis (1996); Vernik and Liu (1997)	Dried and saturated weights Helium pycnometer	Bulk Solid (helium pycnometry)	As received (high porosity samples were sealed, more compacted were preserved in plastic bags to avoid major dessication)	TOC (Rock-Eval) α=1,5	Mean mineralogy for formation (quartz and feldspar, opal-CT, clay, OH-apatite, pyrite)	%vol	70
Abousleiman et al. (2007); Bobko (2008)	From well logging MICP Calculated using dbluk and dsolid (from DRX)	Bulk Solid (MICP)	Preserved from desiccation in mineral oil	Unknown method	XRD mineralogy for each sample (quartz, K feldspar, plagioclase, calcite, dolomite, ankerite, Pyr+Marc, kaolonite, chlorite, illite, OM)	%vol	no
IFPEN, (Montney sequence 2)	Calculated using dbluk and dsolid (from DRX) Helium pycnometer Mercury porosimetry RMN	Bulk Solid	As received	Rock Eval	XRD mineralogy for each sample (albite, calcite, dolomite, Illite, microcline, muscovite, Pyrite, quartz, barite, chlorite, orthoclase, kaolinite, sanidine, OM)	%vol	15, 25, 35
IFPEN, (Montney sequence 3, Progress Energy)	Helium pycnometer Calculated using dbluk and dsolid (from DRX)	Bulk Solid	As received	Rock Eval	XRD mineralogy for each sample (albite, calcite, dolomite, illite, muscovite, pyrite, quartz, orthoclase, OM)	%vol	15, 25, 35,40
IFPEN (DOIG)	Helium pycnometer Calculated using dbluk and dsolid (from DRX)	Bulk Solid	As received	Rock Eval	XRD mineralogy for each sample (albite, calcite, dolomite, illite, muscovite, pyrite, quartz, orthoclase, OM)	%vol	15, 25, 35,40

2.3.3 Harmonisation des données de la littérature

L'harmonisation des données de la littérature consiste à traiter les données publiées en utilisant les mêmes paramètres et de présenter les résultats obtenus sous le même format tout en tenant compte des spécificités de chaque étude. Pour rappel, nous avons décidé au paragraphe 2.2.3.3 de convertir les données minéralogiques et organiques en unités volumiques ainsi que de regrouper les minéraux en 3 pôles : quartz-feldspath-pyrite, argiles-MO, carbonates. Le traitement réalisé est décrit ci-dessous.

- **Sone (2012)**

Nous avons tout d'abord calculé les TOC des échantillons à partir des données publiées. Puis, nous avons calculé les teneurs massiques en matière organique en considérant $\alpha = 1{,}2$ (Behar et al., 2001). Ensuite, nous avons recalculé la densité solide et les compositions volumiques en considérant que α et ρ_{OM} valent respectivement 1,2 et 1,3 g.cm^{-3}.

- **Vernik, Landis (1996); Vernik, Liu (1997)**

La teneur volumique en matière organique a été recalculée à partir des TOC (mesure Rock-Eval) et de la densité solide (mesure pycnomètre à Hélium) en prenant $\alpha = 1{,}2$ et $\rho_{OM} = 1{,}3$ g.cm^{-3}. En l'absence de mesures de composition minéralogique distinctes pour chaque échantillon, les calculs ont été effectués en se basant sur la composition minéralogique volumique moyenne pour les formations Bazhenov et Bakken et Monterey issue des données de Vernik et Landis (1996) (Vernik et Landis 1996). Nous avons donc considéré que les proportions minéralogiques volumiques (hors matière organique) sont les mêmes pour l'esemble des échantillons de chaque formation.

- **Abousleiman et al. (2007)/ Bobko (2008)**

Les teneurs minéralogiques massiques et la teneur en matière organique massique pour chaque échantillon ont été converties en fractions volumiques. La densité de la matière organique est considérée égale à 1,3 g.cm^{-3}. La densité solide utilisée pour la conversion a été calculée à partir des mesures par DRX et de la teneur en MO (Annexe 6).

- **Jiang et al. (2013)**

Les données par DRX de Jiang et al. (2013) correspondent à des fractions massiques minéralogiques pour chaque échantillon. Aucune quantification de la teneur en matière organique n'a été réalisée. Comme les échantillons proviennent de la formation Barnett, nous avons supposé que : le TOC est de 4 % (Loucks et al. 2009), la densité de la matière organique est égale à 1,3 g.cm^{-3} et $\alpha = 1{,}2$. La densité solide utilisée pour la conversion a été calculée à partir des mesures par DRX et de la teneur en MO (Annexe 6).

- **Zhou et al. (2013)**

Les données par DRX de Zhou et al. (2013) correspondent à une seule analyse représentative par formation. Aucune quantification de la teneur en matière organique n'a été réalisée. Nous avons considéré que le TOC est de 4% pour les échantillons de la formation Barnett (Loucks et al., 2009) et pour les échantillons de la formation Eagle Ford (choix arbitraire), que la densité de la matière organique vaut 1,3 g.cm^{-3} et que $\alpha = 1{,}2$. La densité solide utilisée pour la conversion a été calculée à partir des mesures par DRX et de la teneur en MO (Annexe 6).

2.3.4 Etude des variations de propriétés des roches mères

La base de données ayant été constituée et harmonisée, l'objectif est à présent d'étudier les corrélations entre les propriétés pétroacoustiques des roches mères et différents paramètres intrinsèques (densité, porosité, composition minéralogique) et extrinsèques (niveau de confinement appliqué pendant les essais).

Certains points dans les graphiques correspondent à des mesures effectuées sur un même échantillon à différentes pressions de confinement. Ces points sont facilement identifiables car bien alignés. Ils correspondent aux échantillons de Sone (2012) testés à des pressions de confinement de 10, 20, 30 et parfois 40 MPa, et aux échantillons testés dans le cadre de la thèse à des pressions de confinement de 15, 25 et 35 MPa (Montney Séquence 2) ou 15, 25, 35 et 40 MPa (Montney Séquence 3 et Doig).

2.3.4.1 Composition volumique

Les compositions extraites de la base de données sont exprimées en fractions volumiques et regroupées en trois pôles : quartz-feldspath-pyrite, argiles-MO et carbonates. Le diagramme ternaire de la Figure 45 permet de représenter les différentes compositions volumiques selon la formation géologique (couleurs de puces) et la source bibliographique (formes de puces).

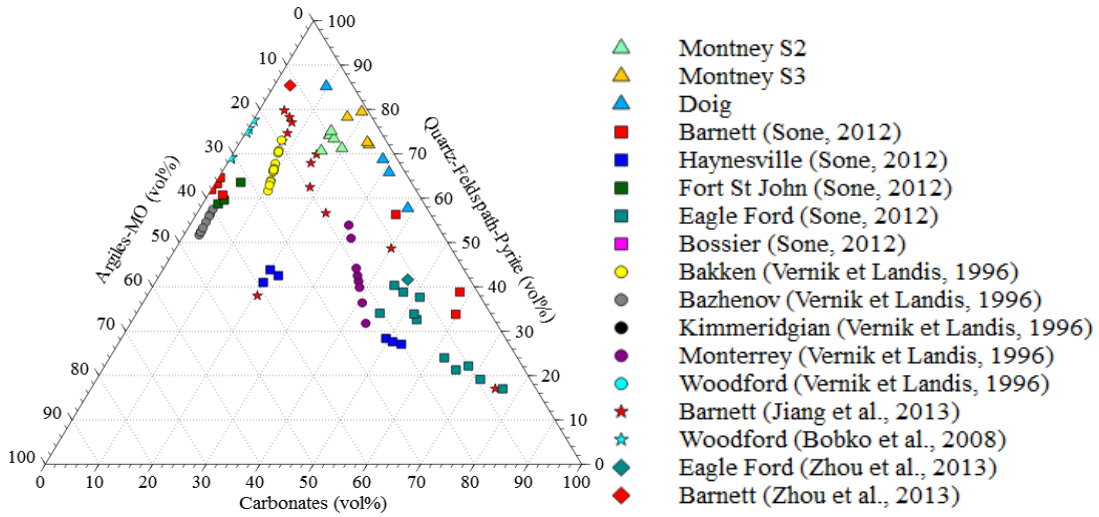


Figure 45 – Diagramme ternaire selon les pôles Quartz-Feldspath-Pyrite (et muscovite), Carbonates et Argiles-MO représentant la composition des échantillons exprimée en fractions volumiques.ères de la base de données.

La Figure 45 montre la grande variabilité de la composition des roches mères de la base de données. Il est possible d'avoir des échantillons riches en quartz-feldspath-pyrite comme les échantillons de la formation Montney, ou des échantillons riches en carbonates comme ceux de la formation Eagle Ford, ou encore riches en argiles-MO comme les échantillons des formations Bazhenov, Bakken et certains échantillons des formations Barnett et Fort St John. Les teneurs en argiles-MO des échantillons ne dépassent pas 50%vol.

L'alignement des échantillons des formations Bakken, Bazhenov et Monterey (Vernik and Landis 1996 ; Vernik and Liu 1997) est dû à l'absence de données de composition minéralogique distinctes pour chaque échantillon et des hypothèses en découlant : les calculs ont été effectués à partir d'un composition minéralogique moyenne pour chaque formation et des mesures Rock-Eval disponibles pour chaque échantillon.

2.3.4.2 Porosité et densité

Globalement, la tendance d'évolution de la porosité et de la densité est celle attendue : plus la porosité de l'échantillon est élevée, plus sa densité est faible. Si cette tendance est bien observée pour les échantillons à porosité élevée (Figure 46), elle est cependant moins nette pour les échantillons de faible porosité (Figure 47).

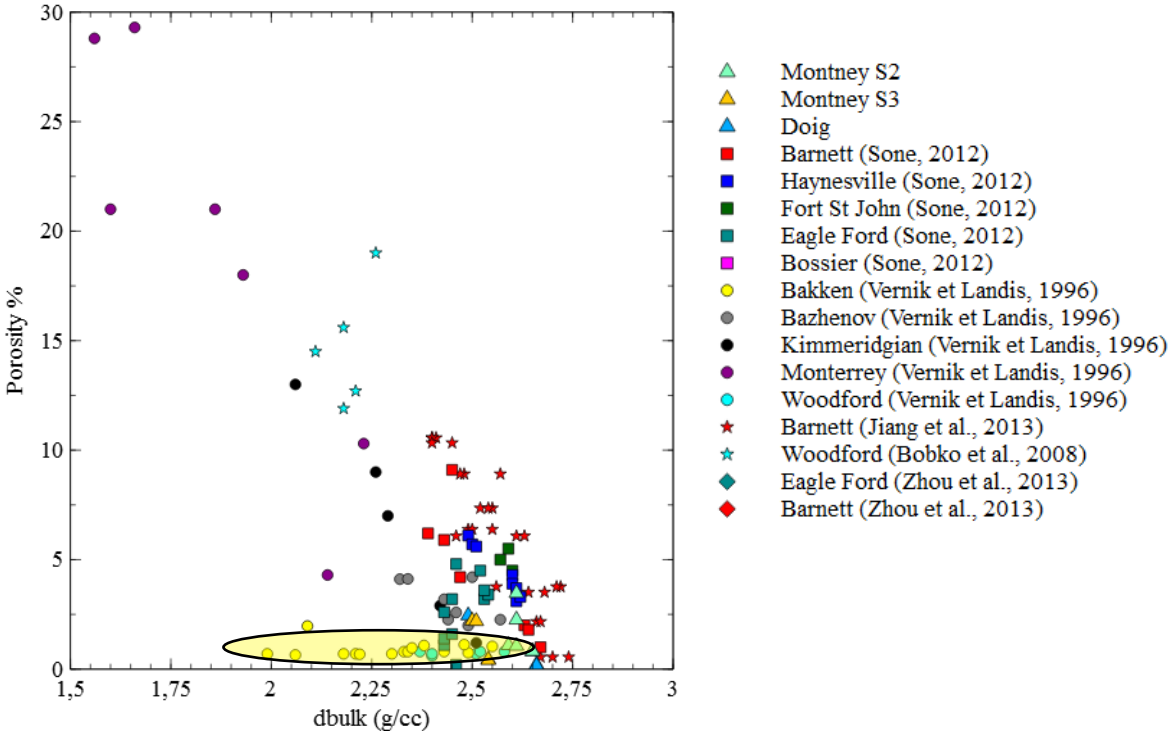


Figure 46 – Graphique représentant la densité en fonction de la porosité pour les échantillons de la base de données.

Les données encerclées en jaune sur la Figure 46 correspondent à des échantillons de la formation Bakken : les valeurs de densité vont de 2 à 2,7 g/cc pour une porosité d'environ 2%. Ne disposant que de la composition minéralogique moyenne pour la formation, il n'est pas possible d'aller plus loin dans le raisonnement pour comprendre la très faible variabilité

de la porosité comparée à la large gamme de densité de ces échantillons. Il est néanmoins important de constater que les échantillons de la formation Bakken sont très riches en MO, les TOC varient entre 5,9% à 16,5%, et sont immatures ou de maturité fenêtre à huile. Le graphique représentant la densité en fonction du TOC, on constate que les variations de densité dans la formation Bakken sont fonction des variations des teneurs en matière organique. D'après les observations au microscope électronique de Zargari et al. (2015), ces teneurs en MO et ces gammes de maturités sont cohérentes avec une microstructure de faible porosité telle que la MO semble saturer la porosité.

L'interprétation des porosités pour les échantillons de la base de données est compliquée par le fait que les porosités ont été caractérisées selon différentes méthodes d'une source à l'autre. Toutefois, l'utilisation de différentes méthodes (pycnomètre à hélium, porosimètre mercure, RMN, calcul à partir de la composition) pour quantifier la porosité conduit à une dispersion des résultats qui n'est pas suffisante pour expliquer l'inexistence de relation entre la densité et les faibles porosités (inférieures à 10%) de la base de données.

Un lien entre porosité et densité existe pour les échantillons de porosité élevée : plus la porosité de l'échantillon est élevée, plus sa densité est faible. Pour les échantillons de faible porosité, il semble que les variations de densité soient contrôlées par la composition des échantillons.

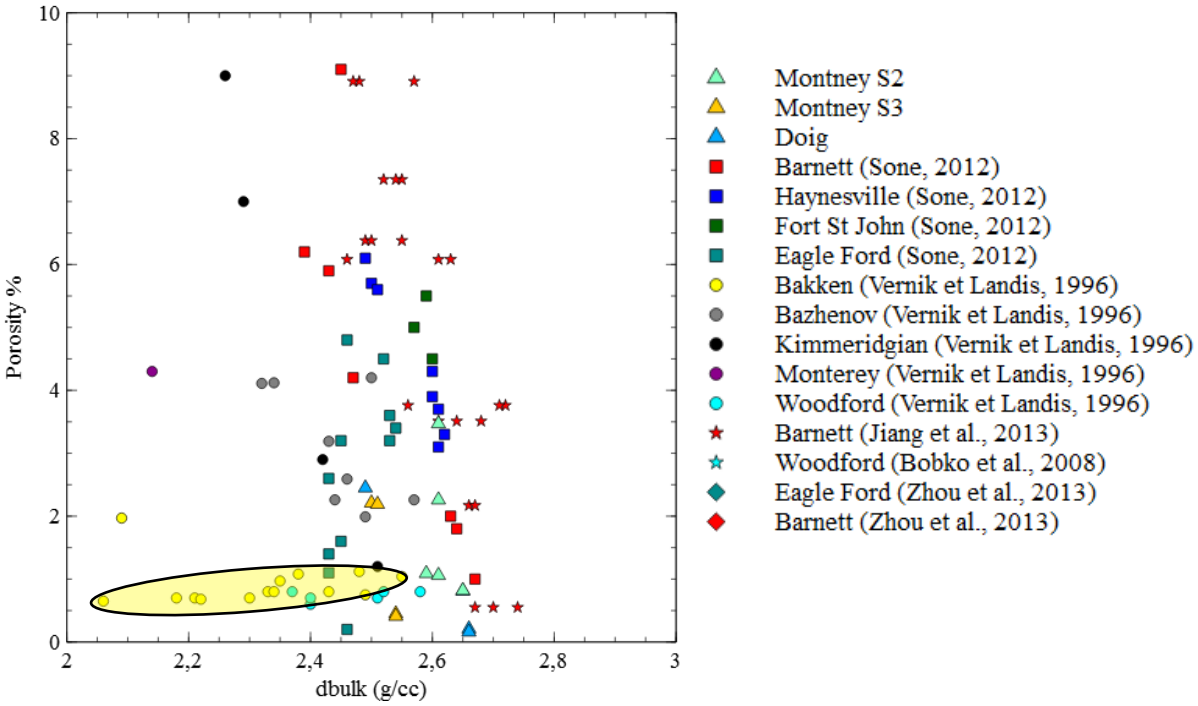


Figure 47 – Graphique représentant la densité en fonction de la porosité pour les échantillons de faible porosité de la base de données.

2.3.4.3 Mesures de vitesses

Les vitesses des ondes P (Vp) et des ondes S (Vs) sont globalement corrélées pour une orientation donnée (axe vertical ou axe horizontal) comme l'illustre la Figure 48. Une simple régression linéaire donne un rapport Vp/Vs de 0,6 pour les deux orientations avec un coefficient de régression respectivement de 0,88 pour l'axe vertical et 0,85 pour l'axe horizontal. Les échantillons à fortes vitesses (zone bleue sur la Figure 48) sont des échantillons pauvres en argiles-MO, dont les échantillons des formations Montney Séquence 2, Montney Séquence 3 et Doig. Les échantillons à faibles vitesses (zone rouge sur la Figure 48) sont les échantillons de la formation Monterey (Vernik et Landis 1996; Vernik et Liu 1997) et de la formation Woodford (Abousleiman et al. 2007; Bobko 2008), dont les porosités sont élevées (supérieures à 10%).

Dans la suite de ce chapitre, on présentera uniquement les données en Vp(0°) pour illustrer le lien entre les différentes vitesses mesurées et les données de densité, porosité et composition.

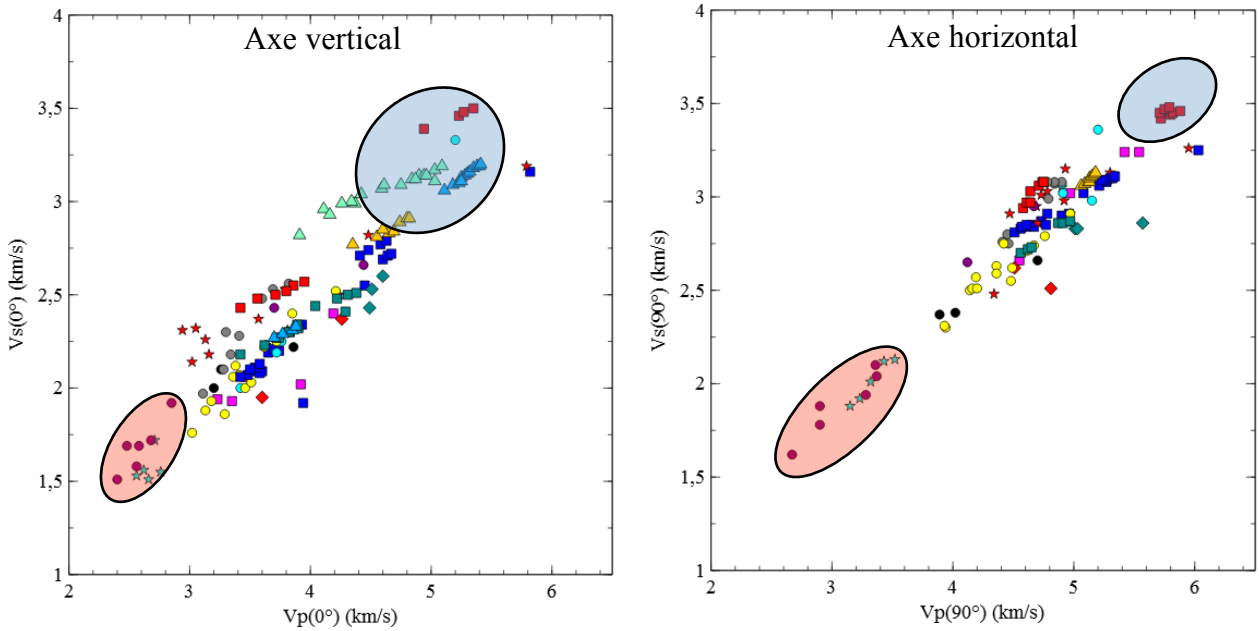


Figure 48 – Graphique représentant les mesures de vitesses des ondes P en fonction des mesures de vitesses des ondes S pour un axe de mesure vertical et horizontal.

2.3.4.4 Variation des vitesses en fonction de la densité

La Figure 49 reporte les vitesses Vp(0°) en fonction de la densité des échantillons. Les différentes roches mères suivent globalement la tendance attendue d'augmentation de la vitesse avec la densité. Comme pour la Figure 48, les échantillons de porosité élevée sont repérés par la zone rouge et les échantillons de faible teneur en argiles-MO par la zone bleue.

La Figure 50 reprend les données de la Figure 49 en y superposant la pression de confinement à laquelle les vitesses ont été mesurées. Ce second graphique avec comme troisième variable la pression de confinement montre bien que les échantillons testés sans pression de

confinement ont des vitesses plus faibles (Jiang et al. 2013) que les échantillons dont les vitesses ont été mesurées sous confinement (Vernik et Landis 1996; Vernik et Liu 1997; Sone 2012) dont font partie nos échantillons.

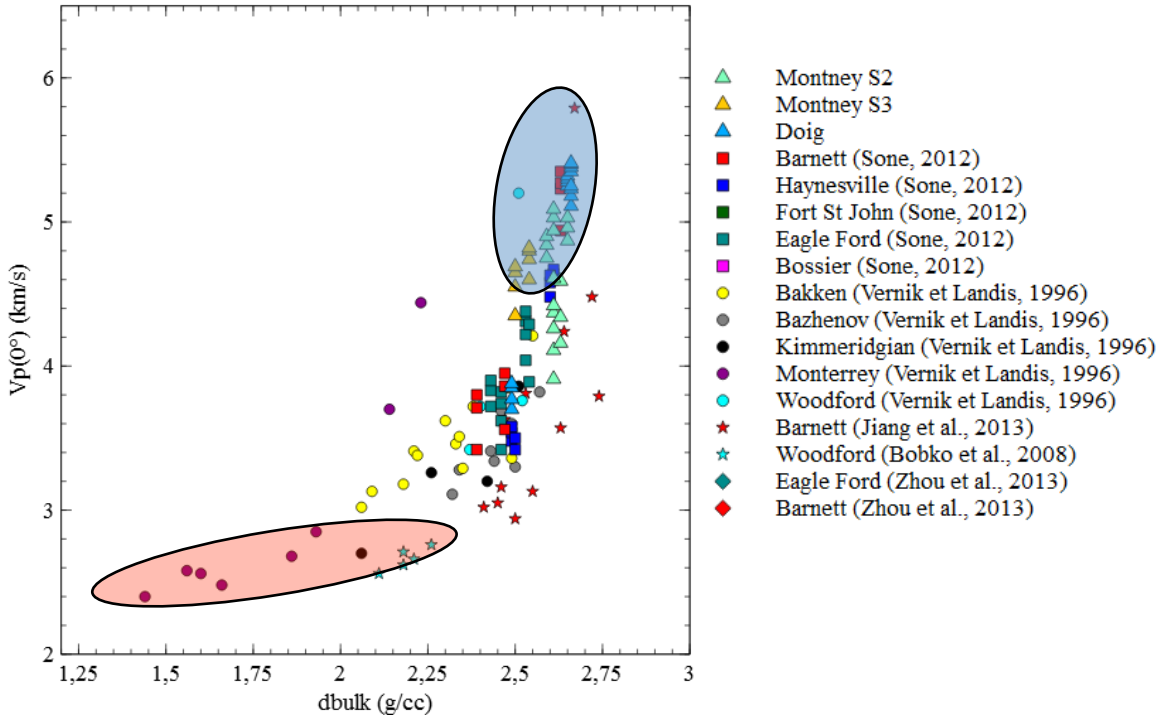


Figure 49 – Graphique représentant les mesures de vitesses Vp(0°) en fonction de la densité.

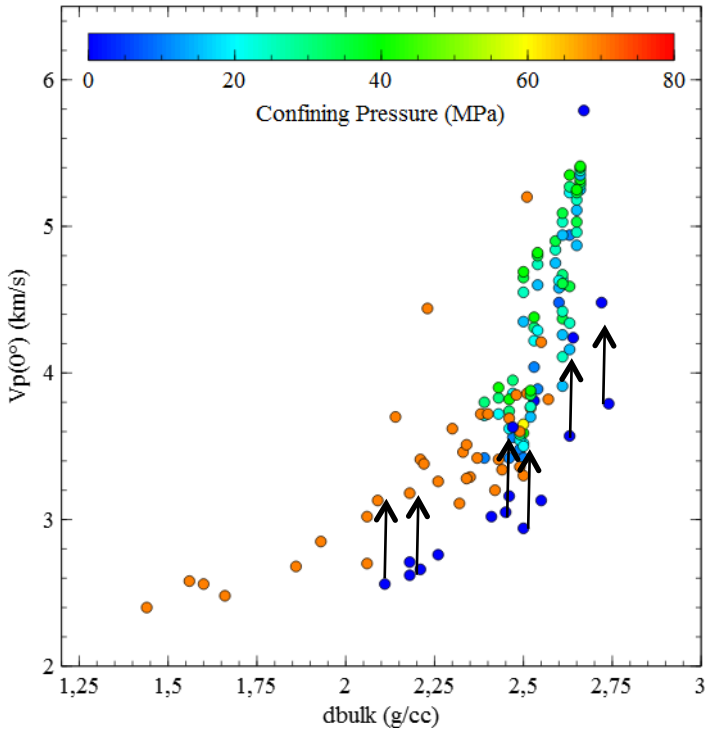


Figure 50 – Graphique représentant les mesures de vitesses Vp(0°), colorées selon la pression de confinement appliquée lors de la mesure, en fonction de la densité.

2.3.4.5 Variation des vitesses en fonction de la porosité

Une porosité plus élevée est classiquement associée à des vitesses d'ondes acoustiques plus faibles. Cette tendance ressort globalement dans les graphiques représentant les mesures de vitesses en fonction de la porosité, mais n'est pas complètement vérifiée pour les échantillons de faible porosité.

La Figure 51 correspond aux vitesses des ondes P mesurées selon l'axe vertical en fonction de la porosité. Les échantillons de porosité inférieure à 5% présentent des valeurs de vitesses allant de 3 km/s à 5,8 km/s et ne montrent aucune relation directe entre la porosité et les vitesses d'ondes. Les échantillons concernés sont ceux de la formation Eagle Ford (Sone 2012), la formation Bakken et la formation Bazhenov (Vernik et Landis 1996; Vernik et Liu 1997). Comme pour la formation Bakken, l'origine de cette variabilité est à rechercher dans les différences de minéralogie, de teneur en matière organique et de microstructure. Pour conclure, il aurait néanmoins fallu disposer des compositions minéralogiques détaillées pour les échantillons de Vernik, Landis (1996); Vernik, Liu (1997).

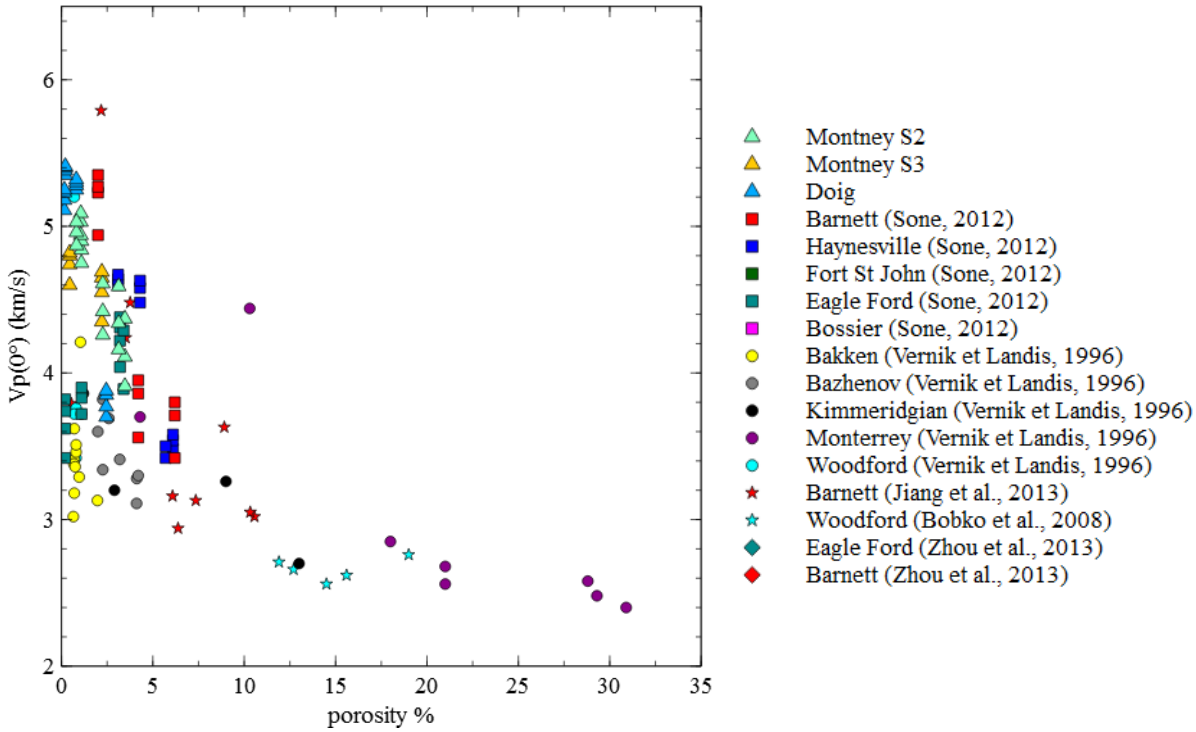


Figure 51 – Graphique représentant les mesures de vitesses Vp(0°) en fonction de la porosité.

L'interprétation des vitesses en fonction de la porosité pour les échantillons de la base de données est difficile du fait que les porosités ont été obtenues selon différentes méthodes d'une source à l'autre (paragraphe 2.3.1). L'interprétation des relations vitesses-porosité de la base de données est donc qualitative.

L'absence de lien direct entre les vitesses et la porosité pour l'ensemble des échantillons de la base de données a été rattachée à des variations de compositions. Certains paramètres

géologiques non pris en compte dans la synthèse bibliographique, comme les processus diagenétiques lors de l'enfouissement, notamment la cimentation et la dissolution, peuvent conduire à des modifications de la microstructure induisant des variations de porosité et de vitesses.

2.3.4.6 Variation des vitesses en fonction de la composition

L'évolution des vitesses en fonction de la composition des échantillons est complexe à étudier car elle fait intervenir trois pôles : quartz-feldspath-pyrite, argiles-MO et carbonates. La Figure 49 illustre l'éventail des variations de vitesses en fonction de la fraction volumique en quartz-feldspath-pyrite. De manière très schématique, entre 0% et 40%vol en QFP, les vitesses semblent diminuer avant de réaugmenter entre 50 et 70%vol.

Les échantillons de la zone rouge correspondent aux échantillons de porosité élevée des formations Woodford et Monterey, ce qui explique les faibles vitesses observées (zone rouge Figure 52). Certains échantillons de la formation Barnett (Jiang et al. 2013) ont des vitesses Vp(0°) faibles (zone orange Figure 52) par rapport aux échantillons de la base de données issus de la même formation et de minéralogie similaire (Sone 2012; Zhou et al. 2013), ce qui n'est pas le cas pour les autres mesures de vitesses Vp(90°), Vs(0°) et Vsh(90°) laissant ainsi envisager la présence de fissures parallèles au litage. D'après ce constat, il s'avère essentiel de réaliser les mesures pétroacoustiques sous confinement afin de mesurer les propriétés intrinsèques du matériau. Ainsi, les mesures faites dans le cadre de la thèse ont été réalisées sous confinement (paragraphe 2.2.5.3).

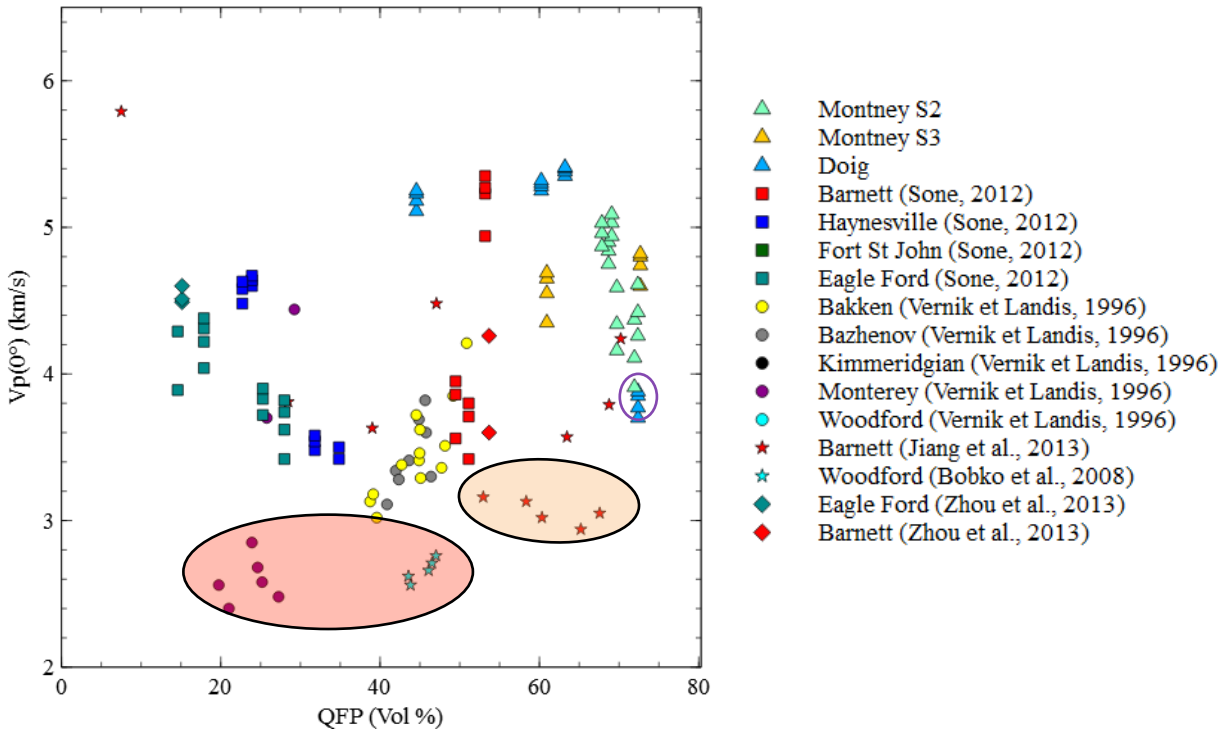


Figure 52 – Graphique représentant les mesures de vitesses Vp(0°) en fonction de la fraction volumique en quartz-feldspath-pyrite.

La superposition d'une troisième variable correspondant à la fraction volumique en argiles-MO (Figure 53) montre que :

- Les échantillons de faibles vitesses correspondent aux échantillons plus riches en argiles-MO.
- L'intervalle 0 à 40 %vol en QFP correspond à des échantillons plus riches en carbonates, les vitesses baissent dans cet intervalle à cause de l'augmentation de la teneur en argiles-MO.
- L'intervalle 50 à 70 %vol en QFP correspond à des échantillons riches en QFP. Les vitesses augmentent dans cet intervalle à cause de l'augmentation de la teneur en QFP au détriment de la teneur en argiles-MO.

Les échantillons de la formation Doig ont des teneurs en argile-MO faibles (entre 6 et 13 %vol) et des teneurs variables en QFP et carbonates expliquant ainsi les vitesses élevées, hormis pour l'échantillon 3675 dont les vitesses mesurées sont faibles (cercle violet Figure 53). D'après les observations par microscopie électronique de l'échantillon 3675, la microstructure de cet échantillon est différente de celles des autres échantillons de la formation Doig. Ces différences résident dans des hétérogénéités de composition et de granulométrie, ainsi que dans une taille plus faible des minéraux de muscovite.

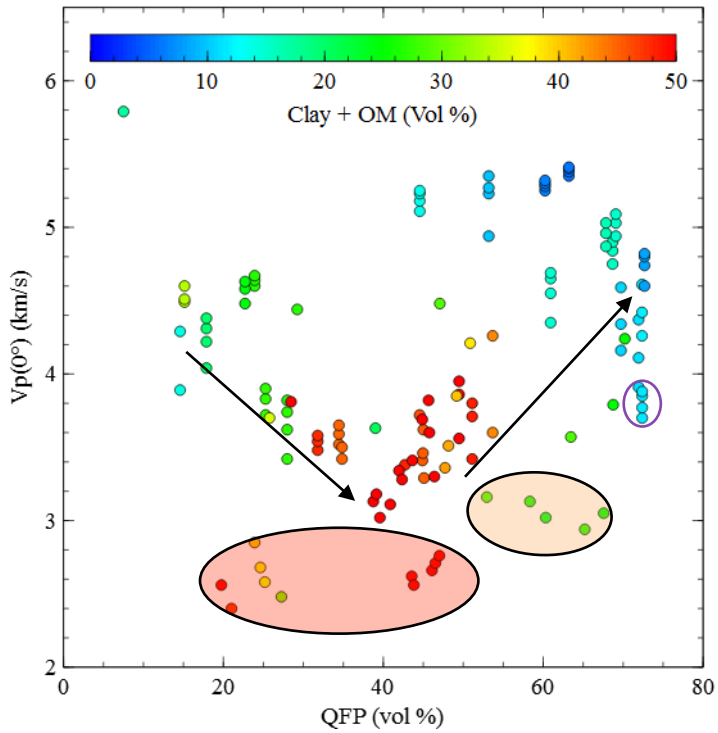


Figure 53 – Graphique représentant les mesures de vitesses Vp(0°) colorées selon la fraction volumique en argiles-MO en fonction de la fraction volumiques en quartz-feldspath-pyrite.

L'évolution des vitesses en fonction de la composition en argiles-MO illustrée Figure 54 montre une corrélation bien plus nette traduisant une diminution des vitesses sous l'effet d'une augmentation des fractions en argiles-MO. Sur cette figure, les points spécifiques évoqués préalablement sont repérables : en particulier une partie des échantillons de la

formation Barnett étudiés par Jiang et al. (2013) (zone orange) et les échantillons de forte porosité de la formation Woodford et Monterey de Vernik, Landis (1996) (zone rouge).

La Figure 55 représente les mesures des vitesses Vp(0°) en fonction de la composition en argiles-MO et de la pression de confinement appliquée lors de la mesure. Cette figure illustre l'impact de la pression de confinement sur la dispersion des données. Les essais pétroacoustiques réalisés sous confinement sont moins dispersés que les essais réalisés sans confinement principalement du fait de la fermeture de micro-défauts.

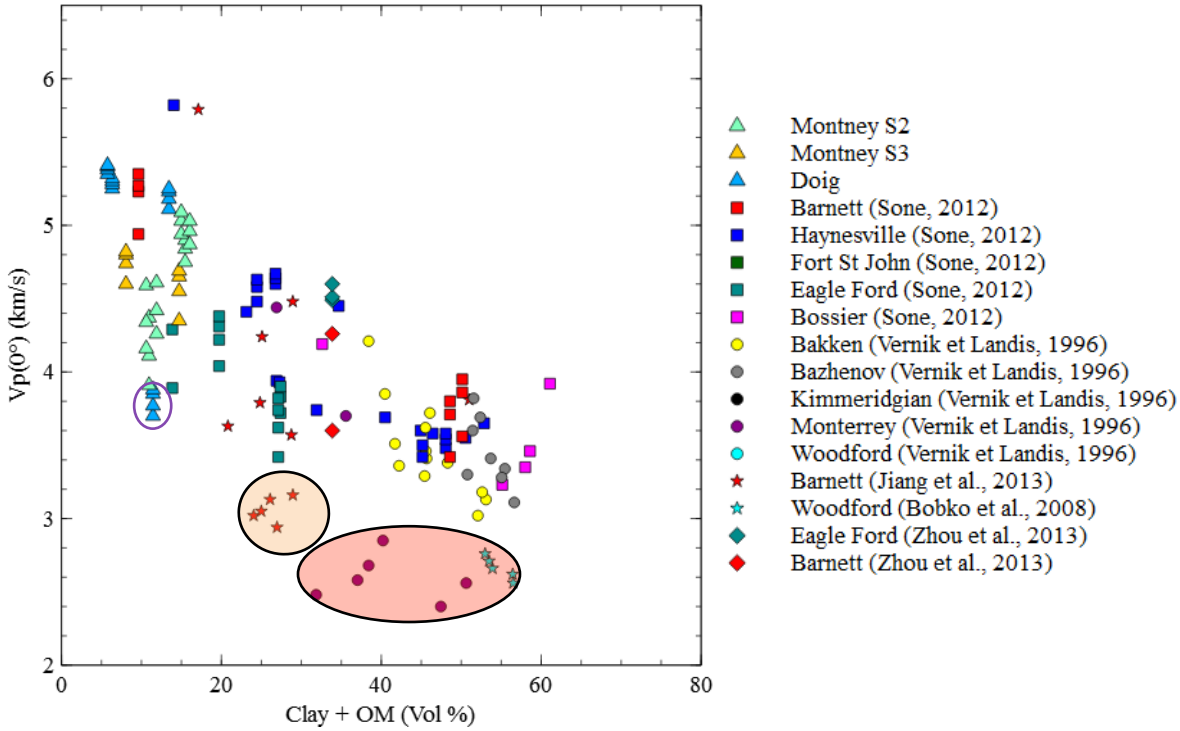


Figure 54 – Graphique représentant les mesures de vitesses Vp(0°) en fonction de la fraction volumique en argiles-MO.

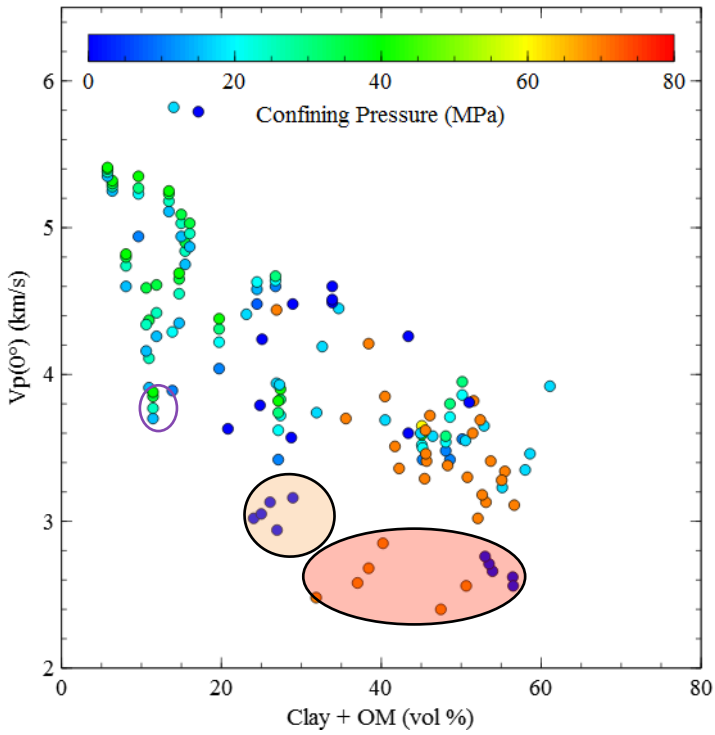


Figure 55 – Graphique représentant les mesures de vitesses Vp(0°) en fonction de la fraction volumique en argiles-MO et de la pression de confinement.

2.3.4.7 Paramètres d'anisotropies

Les paramètres d'anisotropie de Thomsen ε et γ permettent de quantifier respectivement l'anisotropie par rapport aux ondes P et aux ondes S (Annexe 2). La Figure 56 représente les paramètres de Thomsen en fonction de la fraction volumique en argiles-MO calculée pour les échantillons de la base de données et illustre l'augmentation de l'anisotropie en fonction de la teneur en argiles-MO. Les échantillons appartenant à la formation Barnett de Jiang et al. (2013) présentent des paramètres d'anisotropie élevés pour les ondes P du fait des faibles vitesses Vp(0°) obtenues pour ces échantillons. Ces mesures ont été réalisées sans confinement. Comme expliqué précédemment, nous soupçonnons la présence de fissures parallèles au litage dans ces échantillons.

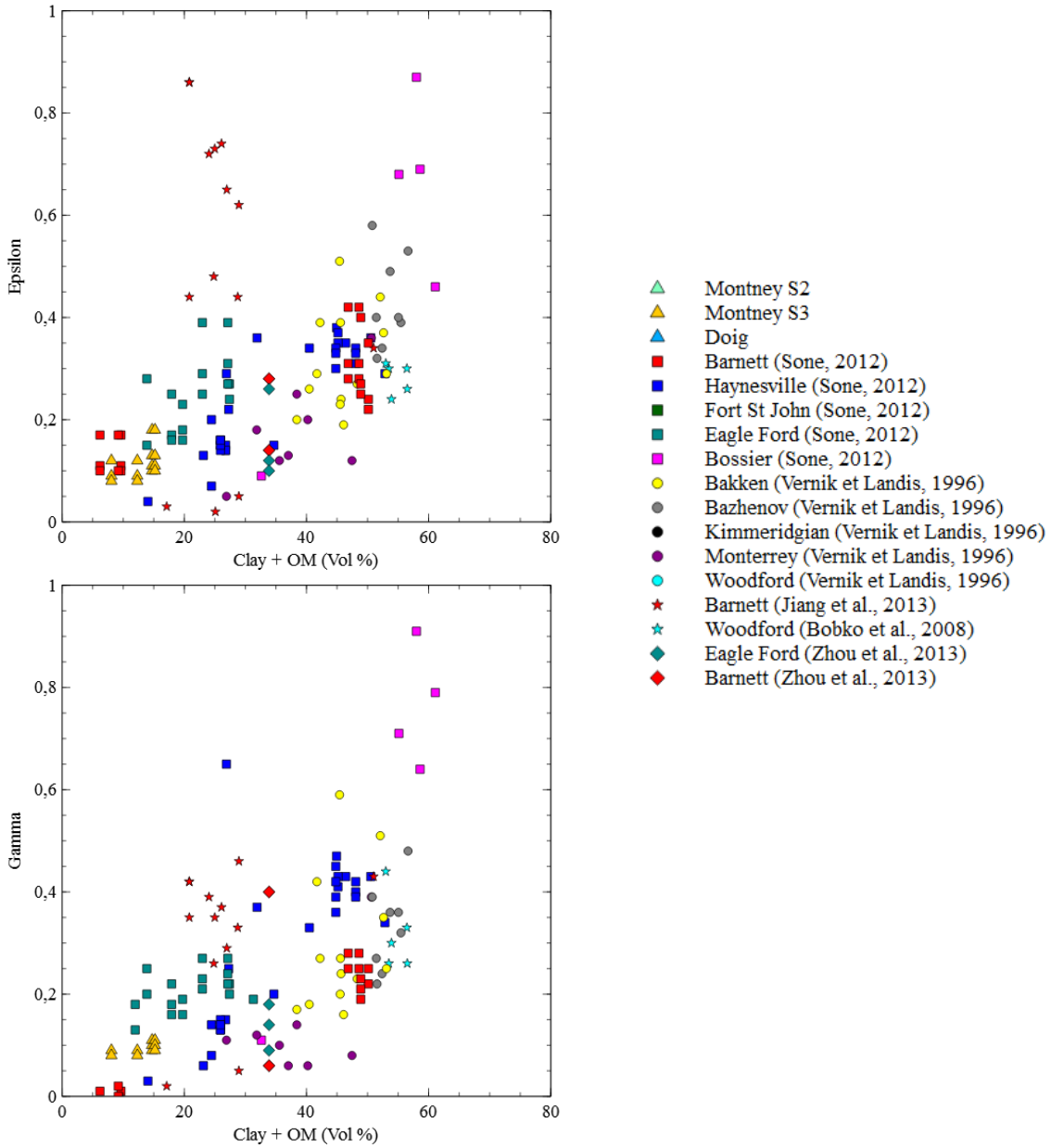


Figure 56 – Graphiques représentant les mesures des paramètres d'anisotropie de Thomsen (epsilon et gamma) en fonction de la fraction volumique en argiles-MO.

2.4 Bilan de l'approche expérimentale

La quantification volumique des différents composants des formations Montney et Doig montre que nos échantillons ont des fractions élevées en quartz-feldspath-pyrite qui varient entre 60 et 90%vol. Ils se distinguent par de faibles fractions en argiles-MO par rapport aux échantillons des formations Haynesville, Eagle Ford, Bzehenov, Bakken, Woodford et certains échantillons des formations Barnett et Eagle Ford (Vernik et Landis 1996; Vernik et Liu 1997; Abousleiman et al. 2007; Bobko 2008; Sone 2012).

Les vitesses de la littérature ont été mesurées dans différentes conditions : sans confinement, avec un seul niveau de confinement et à différentes pressions de confinement. Ces données montrent que les mesures réalisées sans confinement présentent des dispersions importantes. Nos vitesses ont été mesurées à différents confinements afin de fermer les microfissures et ainsi caractériser les propriétés intrinsèques de nos échantillons.

Les porosités que nous avons mesurées au pycnomètre à hélium pour les échantillons des formations Montney et Doig sont inférieures à 4%. Les vitesses mesurées pour ces formations semblent diminuer avec l'augmentation de la porosité. Les données de la littérature correspondent à des porosités allant de valeurs très faibles (<1%) à 33% pour des échantillons de subsurface. De même que pour nos échantillons, les vitesses compilées semblent diminuer avec l'augmentation de la porosité, cependant cette tendance n'est pas vérifiée pour les échantillons de porosité inférieure à 5%. Certes les porosités de la littérature ont été obtenues par différentes méthodes, mais cela n'explique pas l'absence de lien direct entre porosité et vitesses. Ces différentes tendances ont été rattachée aux variations de composition des échantillons issus d'une même formation ou de différentes formations. Enfin, d'autres paramètres géologiques non pris en compte dans la synthèse, comme les processus diagénétiques, pourraient être à l'origine de ces variations.

L'étude des variations des vitesses en fonction des compositions montre que l'augmentation des fractions volumiques en argiles-MO conduit à la diminution des vitesses et à l'augmentation de l'anisotropie dans les roches mères. Nos échantillons qui ont une faible teneur en argiles-MO s'inscrivent dans cette tendance.

3 Couplage entre nanoindenteur et MEB-EDS : Caractérisation mécanique des phases

Préambule

Dans le cadre de cette thèse, nous utilisons un nanoindenteur afin de mesurer les propriétés mécaniques des constituants des roches mères. La simple observation des phases via le microscope optique ou à force atomique équipant le nanoindenteur ne permettant pas leur identification directe, nous avons couplé nos mesures de nanoindentation avec des observations MEB-EDS afin d'identifier systématiquement la composition chimique des zones indentées et ainsi de superposer de manière univoque propriétés mécaniques et composition minéralogique.

Nous avons donc défini et validé une approche permettant de coupler les mesures de nanoindentation et les analyses au MEB-EDS. Le couplage repose sur la préparation de surfaces adéquates, la définition de conditions expérimentales adaptées pour l'essai d'indentation, la superposition des mesures mécaniques aux identifications chimiques et enfin l'analyse des données acquises. La mise au point de cette méthodologie de caractérisation minéralogique et mécanique des phases a été réalisée en utilisant quatre échantillons jumeaux dont les surfaces ont été préparées selon différentes techniques.

Après avoir validé l'approche expérimentale pour la caractérisation mécanique des composants des roches mères, nous avons cherché à caractériser des échantillons de différentes maturités et de différentes orientations afin d'étudier d'une part, l'impact éventuel de la maturité sur les propriétés mécaniques des composants des roches mères et d'autre part, l'anisotropie intrinsèque des phases minérales en particulier de la muscovite et l'illite. Les essais réalisés ont permis de mesurer les modules d'indentation moyens et les écarts-types pour les différentes phases.

Pour la suite, les modules d'indentation mesurés permettront d'estimer les propriétés élastiques des différentes phases (Chapitre 4), qui seront utilisées comme données d'entrée dans notre modèle de milieu effectif.

3.1 Nanoindentation

3.1.1 Principe de la nanoindentation

L'essai d'indentation consiste en l'étude de l'enfoncement d'un indenteur (pointe diamantée) de propriétés mécaniques connues dans le matériau étudié dont on cherche à caractériser les propriétés.

- Courbe d'indentation

L'enfoncement de l'indenteur et la force appliquée sont enregistrés en continu et peuvent varier respectivement entre 100 nm et 40 µm et entre 0,1 mN et 500 mN. La Figure 57 correspond à la courbe force-déplacement obtenue lors d'un cycle de charge et décharge. L'enfoncement et le chargement maximaux sont atteints à la fin du chargement et correspondent respectivement à h_{max} et P_{max} (Figure 57). L'enfoncement résiduel subsistant après déchargement correspond à h_f. Le comportement du matériau est élastoplastique lors du chargement et élastique lors du déchargement. La Figure 58 est issue de Fischer-Cripps et al. (2011) et regroupe différents essais d'indentation correspondant aux comportements mécaniques les plus fréquents.

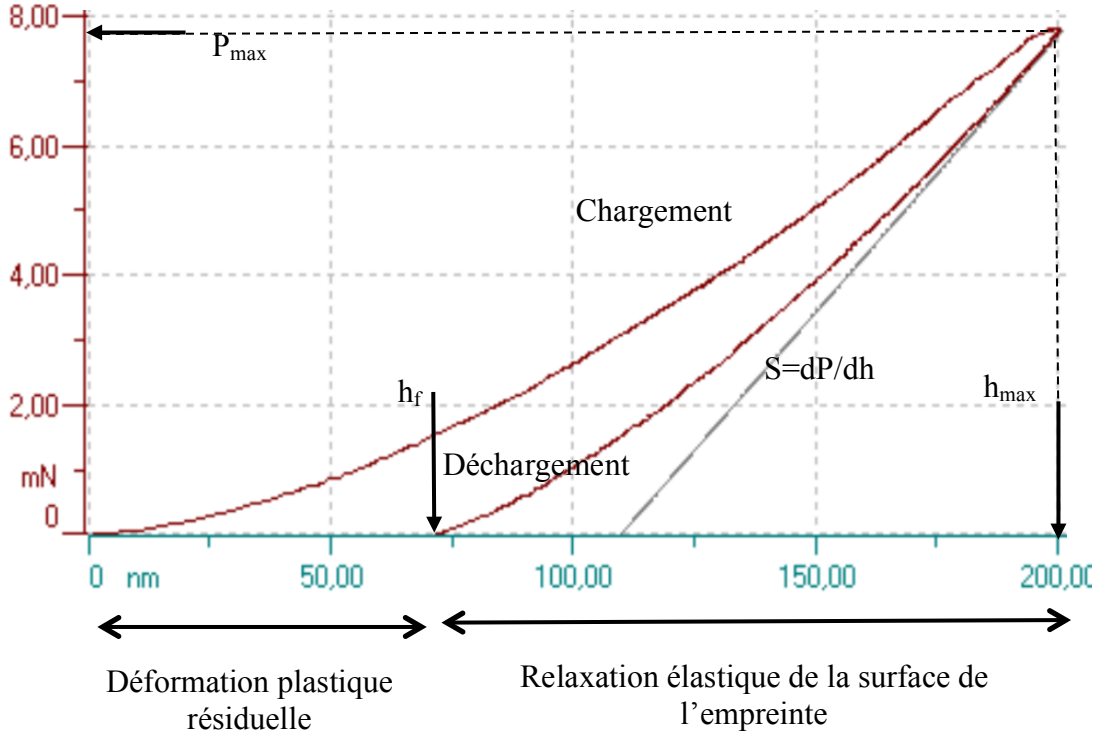


Figure 57 – Exemple de courbe représentant la force appliquée P en fonction de l'enfoncement h pour du quartz (échantillon 3361H, grille 1, indentation numéro 46).

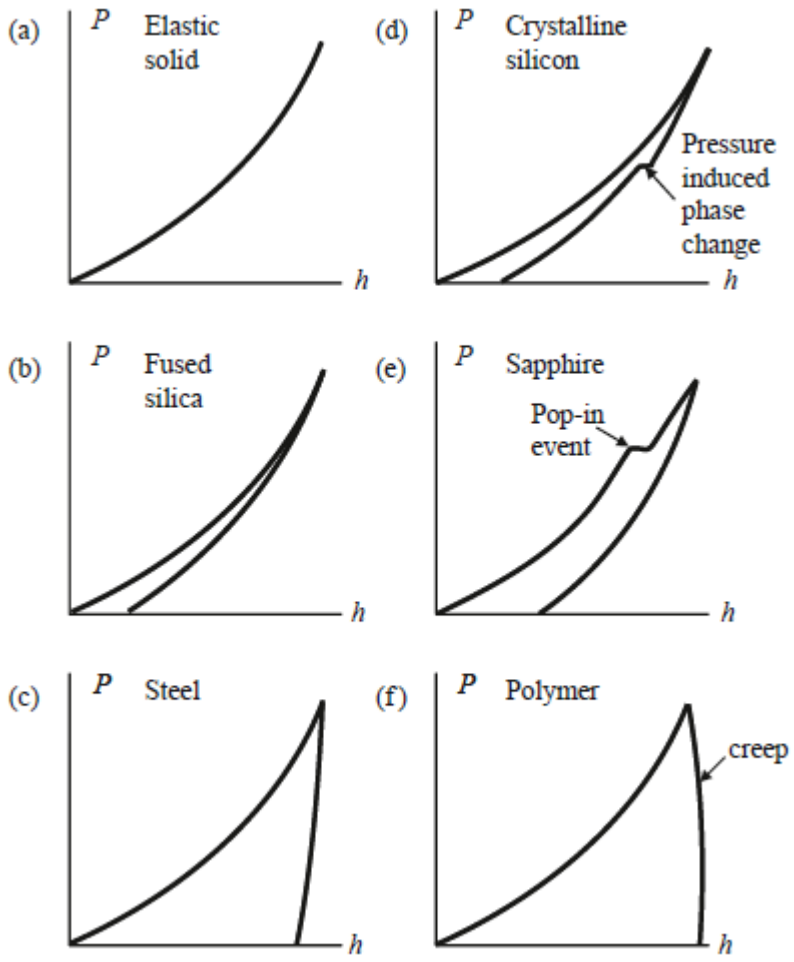


Figure 58 – Courbes d'indentation force-enfoncement pour des matériaux de propriétés différentes. (a) Solide élastique, (b) Solide fragile, (c) Solide ductile, (d) Solide cristallin, (e) Solide fragile avec fissuration durant la phase de charge et (f) polymère (Fischer-Cripps et al. 2011).

- Principales propriétés mécaniques mesurées

Dans le cadre de notre étude, nous avons considéré que les essais d'indentation réalisés caractérisent des phases isotropes. Cette simplification permet d'exploiter directement les essais d'indentation sans avoir à réaliser de modélisation numérique. Une estimation de l'anisotropie sera néanmoins obtenue via la caractérisation de certaines phases dans différentes orientations. L'exploitation des essais a été réalisée suivant le modèle mécanique isotrope d'Oliver et Pharr (2004) et se focalise sur deux propriétés: le module élastique d'indentation E_{ind} et la dureté H.

La dureté du matériau est estimée à partir de la force appliquée et de l'aire de contact projetée A (Oliver et Pharr 2004). Il est important de noter que l'aire de contact projetée dépend de la géométrie de l'indenteur. Dans le cadre de notre étude, nous utilisons une pointe à diamant Berkovich.

$$H = \frac{P}{A}$$

Le module élastique effectif (E_{eff}) est calculé à partir de la raideur élastique S, de la surface indentée A et d'une constante β dépendant de la géométrie de l'indenteur (Oliver et Pharr 2004). La raideur élastique est mesurée expérimentalement à partir de la partie supérieure de la courbe de déchargement qui correspond à une déformation purement élastique.

$$E_{eff} = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta\sqrt{A}} S \text{ avec } S = \left(\frac{\partial P}{\partial h}\right)_{h=hmax}$$

Le module élastique effectif dépend du module de Young et du coefficient de Poisson du matériau testé (E, ν) ainsi que du module de Young et du coefficient de Poisson de l'indenteur (E_i et ν_i) (Oliver et Pharr 2004).

$$\frac{1}{E_{eff}} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-{\nu_i}^2}{E_i}$$

Afin de ne pas introduire une incertitude supplémentaire associée au coefficient de Poisson du matériau, il est préférable d'exploiter les données au travers du module élastique d'indentation E_{ind} qui ne dépend que du module élastique effectif (E_{eff}), et des propriétés élastiques de l'indenteur (E_i et ν_i).

$$\frac{1}{E_{ind}} = \frac{1-\nu^2}{E} = \frac{1}{E_{eff}} - \frac{1-{\nu_i}^2}{E_i}$$

- Facteurs influençant l'essai d'indentation

L'essai d'indentation est basé sur l'exploitation des mesures précises de la force exercée par l'indenteur et de son déplacement. Cependant, certains facteurs peuvent influencer les résultats des essais. Les principaux facteurs propres à l'instrument sont la souplesse de l'appareil d'indentation et les défauts de forme de l'indenteur (Fischer-Cripps 2002). Les facteurs propres au matériau correspondent à la rugosité de l'échantillon et à l'évolution de la surface de contact réelle lors de l'essai (Pilling-up et Sinking-In) (Fischer-Cripps 2002). D'autres facteurs, tels que la profondeur d'indentation, peuvent conduire à des propriétés mécaniques différentes (Fischer-Cripps 2002). Lors de notre étude, nous nous sommes intéressés à la préparation de la surface des échantillons, à leur rugosité et à la profondeur d'indentation optimale.

3.1.2 Nanoindentation des matériaux hétérogènes

La caractérisation mécanique des constituants de matériaux hétérogènes est généralement faite via des grilles d'indentations automatiques (Ortega et al. 2007, 2009; Bobko 2008; Vandamme 2008; Nguyen 2017). Cette approche nécessite la vérification de plusieurs critères portant sur la taille des phases, l'homogénéisation des propriétés des phases indentées, les dimensions de grilles d'indentation et la rugosité de la surface à indenter.

- Dimensions des phases à indenter

L'objectif étant de mesurer les propriétés mécaniques de chaque phase, la surface de contact lors de l'essai d'indentation doit être largement inférieure à la taille de la phase à caractériser, notée D, pour négliger les effets d'interactions entre phases (Constantinides et al. 2006; Bobko 2008). Larsson et al. (1996) estime que la surface de contact correspond à 3 (voire 5) fois la profondeur maximale d'indentation pour un indenteur de type Berkovich. Le critère énoncé correspond donc à l'inégalité suivante :

$$3h_{max} \ll D$$

- Dimensions des grilles d'indentation

Pour éviter l'interaction qui peut exister entre les mesures, il est important que la distance entre chaque indentation, notée a, soit largement supérieure à la surface indentée qui peut être estimée à $3h_{max}$ (Figure 59).

$$3h_{max} \ll a$$

Afin d'assurer une bonne représentativité statistique des indentations, il faut que les dimensions de la grille d'indentation soient largement supérieures à la taille des phases à caractériser (Figure 59). Pour un nombre d'indentation N, le critère énoncé peut s'écrire :

$$D \ll a\sqrt{N}$$

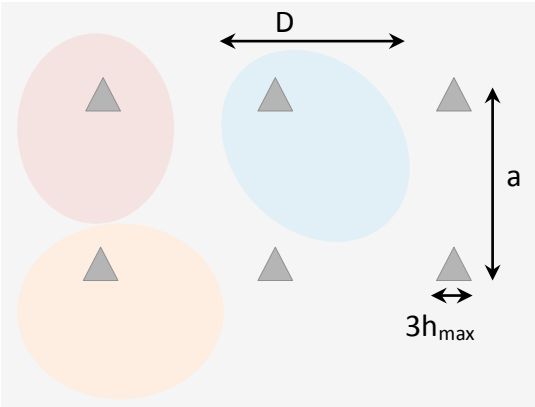


Figure 59 – Schéma d'une portion de grille d'indentation pour un matériau hétérogène. Les triangles gris correspondent à des empreintes résiduelles d'indentation et les formes colorées à différentes phases du matériau.

- Homogénéisation des propriétés des phases indentées

La mesure d'indentation réalisée doit être représentative des propriétés mécaniques de la phase indentée. Si celle-ci correspond à une phase composite, il faut appliquer les conditions de séparation d'échelle. Le volume élémentaire représentatif de taille L doit être largement supérieure à la taille des hétérogénéités du composite, notée d, et petit devant la surface indentée:

$$d \ll L \ll 3\, h_{max}$$

- Rugosité de la surface

L'essai de nanoindentation doit être idéalement réalisé sur une surface lisse et plane. Malheureusement, même après une préparation soignée, les surfaces des échantillons présentent toujours de faibles variations par rapport au plan moyen. Ces variations correspondent à la rugosité et peuvent être calculées grâce aux formules ci-dessous.

La rugosité arithmétique (R_a) est définie par la moyenne arithmétique des écarts à la ligne moyenne.

$$R_a = \frac{1}{N^2}\sum_{i=1}^{N}\sum_{j=1}^{N} z_{ij}$$

Où z_{ij} est l'écart du point ij par rapport à la ligne moyenne et N^2 le nombre de pixels.

La rugosité quadratique (R_q) est définie comme l'écart moyen quadratique par rapport à la ligne moyenne.

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{N^2}\sum_{i=1}^{N}\sum_{j=1}^{N} z_{ij}^2}$$

La rugosité fait partie des facteurs influençant les mesures d'indentation. Lors de la caractérisation expérimentale d'os avec un nanoindenteur à pointe Berkovich, Donnelly et al. (2006) ont montré que les indentations réalisées à une profondeur maximale trois fois supérieure à la rugosité quadratique ne sont pas influencées par les effets de rugosité, ce qui revient à formuler le critère lié à la rugosité de surface sous la forme :

$$3R_q \leq h_{max}$$

L'étude de l'effet de rugosité sur les essais de nanoindentation réalisée par Miller et al. (2008) sur de la pâte de ciment avec une pointe Berkovich montre que la rugosité quadratique doit être inférieure à un cinquième de la profondeur maximale. La zone de mesure de la rugosité pour l'étude de Miller et al. (2008) est une zone carrée dont le côté correspond à 200 fois la profondeur maximale. Le critère énoncé correspond à :

$$5\, R_q^{\,200h_{max}\times 200h_{max}} \leq h_{max}$$

3.2 Mise au point de l'approche expérimentale couplée

3.2.1 Introduction

La caractérisation des propriétés mécaniques des différents composants des roches mères a été réalisée grâce à la superposition de cartes de composition chimique obtenues par

spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDS) aux grilles d'indentation. Cette approche permet l'observation et l'identification une par une des phases indentées (Figure 60). Les différentes étapes sont :

- La préparation de surface et la caractérisation de son état par microscopie ;
- La réalisation des essais de nanoindentation ;
- L'observation des indentations et l'identification des phases chimiques indentées ;
- L'analyse des données.

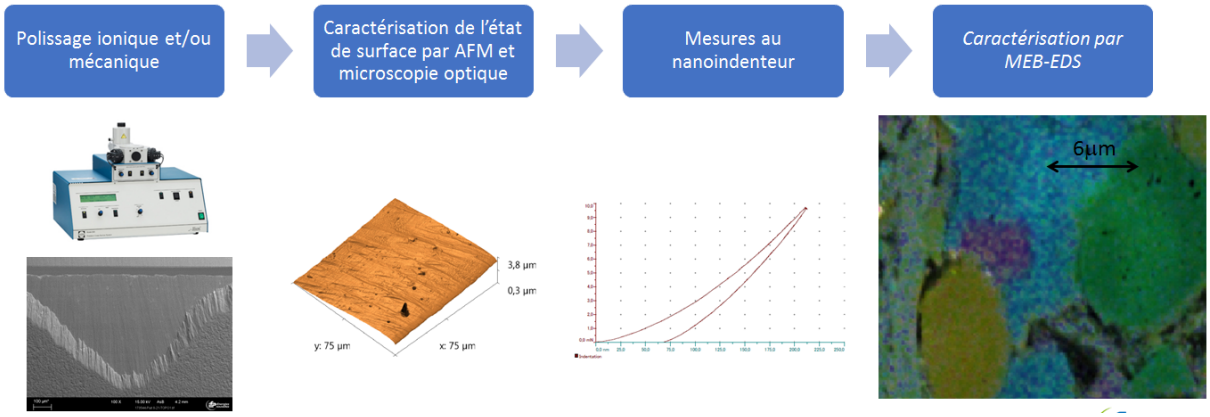


Figure 60 – Approche expérimentale pour le couplage entre des mesures par nanoindenteur et des analyses au MEB-EDS.

3.2.2 Matériels expérimentaux

Les différents instruments utilisés sont référencés dans le Tableau 7. Ils consistent en un polisseur ionique et un polisseur mécanique, un microscope optique, un nanoindenteur combiné à un microscope à force atomique (AFM) et un microscope optique, et deux microscopes électroniques couplés à un EDS.

Tableau 7 – Instruments utilisés dans le cadre du couplage.

Instruments	Marque	Modèle	Spécificités
Polisseur ionique	Gatan	Ilion+™ 693	polisseur à double canon
Polisseur mécanique	Struers	Tegramin-25	
Microscope Optique	Zeiss	Scope	agrandissement x10 x30 x50
Nanoindenteur – AFM – microscope optique	CSM	NHT^{2}s	nanoindenteur combiné à un microscope à force atomique et à un microscope optique
Microscope électronique – EDS	Zeiss Oxford	Evo-ma 10 X-Max	canon à émission thermoïonique de tungstène détecteur de 80 mm^2
	FEI Oxford	Nova NanoSEM X-Max	canon à émission de champs (FEG) détecteur de 80 mm^2

3.2.3 Echantillon

La mise au point du couplage entre les mesures de nanoindentation et les analyses au MEB-EDS a été réalisée sur un échantillon de la formation Montney (173544) prélevé à 1606,7 m de profondeur dans le puits 09-21-85-12W6. L'analyse Rock-Eval suivant la méthode « shale play » indique une teneur en carbone organique total de 3,5% et une matière organique mature (Figure 29). L'analyse de la composition minéralogique de l'échantillon a été faite par DRX. L'échantillon est constitué de 36,8%vol quartz, 15,0 %vol dolomite, 14,5%vol muscovite, 9,8%vol calcite, 8,8%vol OM, 4,6%vol orthose, 3,3%vol albite, 2,5%vol illite. Les calculs des compositions volumiques ont été réalisés suivant l'Annexe 6. La composition de cet échantillon est cohérente avec les données d'autres échantillons de la formation Montney provenant de notre étude ou de la littérature (paragraphe 2.2.3.3).

3.2.4 Préparation de surface

La préparation de surface doit assurer des conditions optimales pour les essais de nanoindentation :

- la surface préparée doit avoir une faible rugosité afin que son état n'influence pas les résultats de l'essai ;
- la planéité de l'échantillon doit être assez bonne afin de permettre la réalisation de grilles d'indentations automatiques ;
- la surface préparée doit être suffisamment grande pour garantir la représentativité statistique des phases.

Nous avons caractérisé selon le protocole de la Figure 60 quatre préparations de surface différentes pour l'échantillon 173544 afin de déterminer la préparation de surface la plus adaptée. Trois de ces quatre préparations ont été réalisées par polissage ionique et la quatrième par polissage mécanique. Les surfaces réalisées sont perpendiculaires au litage.

3.2.4.1 Polissage ionique

Différentes approches de polissage ionique ont été testées en faisant varier la durée et l'intensité du faisceau d'ions bombardant la surface d'une préparation à l'autre (Tableau 8). Nous avons également testé l'option « planar mode » qui permet de préparer des surfaces plus larges.

Tableau 8 – Durée et intensité du faisceau d'ions lors du polissage.

Polissage	Durée et intensité
Type 1	4 heures à 5kV
Type 2	1.5h à 5 kV - 3h à 4 kV - 10h à 3 kV (afin d'enlever un front de polissage qui est apparu à 4 kV)
Type 3 « planar mode »	4 heures à 5kV

3.2.4.2 Polissage mécanique

Le polissage mécanique est réalisé en deux étapes : un pré-polissage grossier à l'eau et un polissage fin avec des suspensions diamantées et un solvant à base d'alcool. Le pré-polissage est réalisé avec des films abrasifs au carbure de silicium de granulométries de plus en plus fines #220 (68 µm), #500 (30 µm), #1200 (14 µm), #2000 (10 µm) et #4000 (5 µm). La durée du pré-polissage grossier varie entre 1 et 12 minutes suivant la granulométrie. Le polissage fin est effectué avec deux disques synthétiques composés de fibres de soie auxquelles sont ajoutés des suspensions de pâte diamantée, de 3 µm, puis 1 µm. La durée du polissage fin est d'environ 3h pour chaque étape. Tout au long du processus de polissage mécanique, la vitesse de rotation du disque est de 80 tr/min, alors que la vitesse de rotation de l'échantillon est de 50 tr/min. Ces deux rotations se font dans le même sens. La force d'appui est fixée à 10 N.

3.2.4.3 Caractéristiques des surfaces polies

La géométrie des échantillons et des surfaces polies est conditionnée par le type de polissage réalisé. Les polissages ioniques de types 1 et 2 nécessitent un échantillon de petite dimension faisant au maximum 10 mm x 5 mm x 5 mm (Figure 61-A). La surface polie est localisée sur le bord de l'échantillon attenant au support métallique. Elle est de forme triangulaire et fait 300 µm de hauteur et 500 µm de base.

Le polissage ionique de type 3 « planar mode » nécessite un échantillon faisant 10 mm x 10 mm x 5 mm (Figure 61-B). La surface polie est localisée au centre de l'échantillon. Elle est circulaire avec un diamètre de 2 à 3 mm.

Le polissage mécanique est réalisé sur un échantillon faisant 10 mm x 10 mm x 5 mm, enrobé d'une résine acrylique afin de former un cylindre de 30 mm de diamètre (Figure 61-C). La surface polie correspond à la totalité de la surface de l'échantillon.

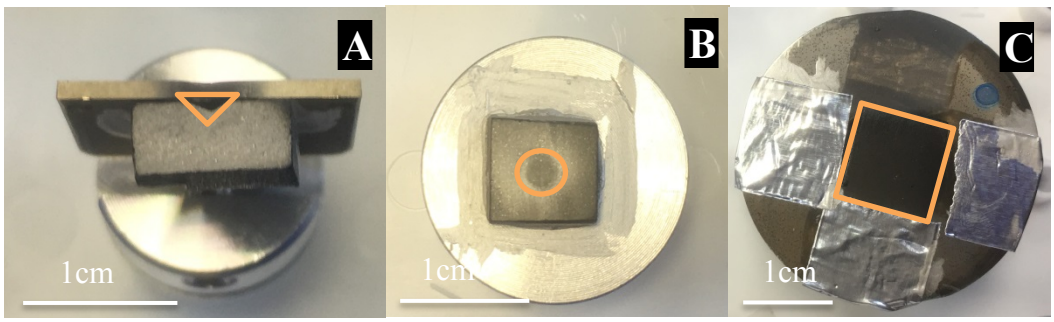


Figure 61 – Photos des échantillons selon le polissage : A- polissage ionique de type 1 ou type 2, B- polissage ionique de type 3 «planar mode», C- polissage mécanique. Les contours en orange correspondent à la zone polie.

3.2.5 Caractérisation des surfaces polies

L'état de surface obtenu après polissage a été caractérisé qualitativement par microscopie optique et par microscopie électronique (MEB). Les mesures de rugosité permettant une

caractérisation quantitative de cet état de surface ont été réalisées à l'aide d'un microscope à force atomique.

3.2.5.1 Observations par microscopie optique

Dans un premier temps, les images acquises à partir du microscope optique permettent de visualiser la géométrie et l'étendue des surfaces polies, ainsi que les irrégularités induites par les différents types de polissage.

Les Figure 62-A et Figure 63-A et B illustrent bien la géométrie triangulaire des surfaces obtenues par polissage ionique de types 1 et 2. La surface obtenue par polissage ionique de type 3 « planar mode » est quant à elle bien circulaire comme l'illustre la Figure 64-A. La surface obtenue par polissage mécanique n'a pas de géométrie particulière : elle correspond à la totalité de la surface de l'échantillon.

Les images des échantillons préparés par polissage ionique de types 1 et 2 montrent des stries verticales qui correspondent aux traces du faisceau d'ions (Figure 62 et Figure 63) et sont spécifiques à ce type de polissage. Les images partiellement floutées correspondent à des zones pour lesquelles la mise au point n'a pas pu être faite à cause des irrégularités de surface. Les stries de polissage sont indépendantes de la morphologie et de la nature chimique des grains. La comparaison entre les images de la Figure 62 et de la Figure 63 montre que le polissage ionique de type 1 génère moins de stries que le polissage ionique de type 2. De plus, le polissage ionique de type 2 conduit à l'obtention d'un second front de polissage problématique pour la réalisation de grilles d'indentations automatiques.

La surface obtenue par polissage ionique de type 3 « planar mode » (Figure 64) ne présente pas de stries. Toutefois, la forme des grains semble inhabituelle (Figure 64-B). L'utilisation d'une lame quart d'onde permettant de visualiser le relief (Figure 64-C) révèle que ces irrégularités correspondent à des cassures franches dépendant de la nature minéralogique du grain.

Les images de la surface polie mécaniquement (Figure 65) mettent en lumière les différents grains, car les irrégularités de surface générées par ce type de polissage sont fonction de la dureté des minéraux.

Les importantes stries et le second front de polissage générés par le polissage de type 2 et les surfaces de grains irrégulières induites par le polissage de type 3 « planar mode » ne permettront pas à la pointe de l'indenteur de pénétrer perpendiculairement la surface des grains. Ces deux méthodes de préparation ne sont donc pas adaptées aux essais mécaniques.

Le polissage ionique de type 1 génère peu de stries et des surfaces de grains assez planes. De même, le polissage mécanique conduit à de faibles irrégularités de surface et des surfaces des grains planes. Ces deux préparations de surface peuvent donc être considérées pour la nanoindentation.

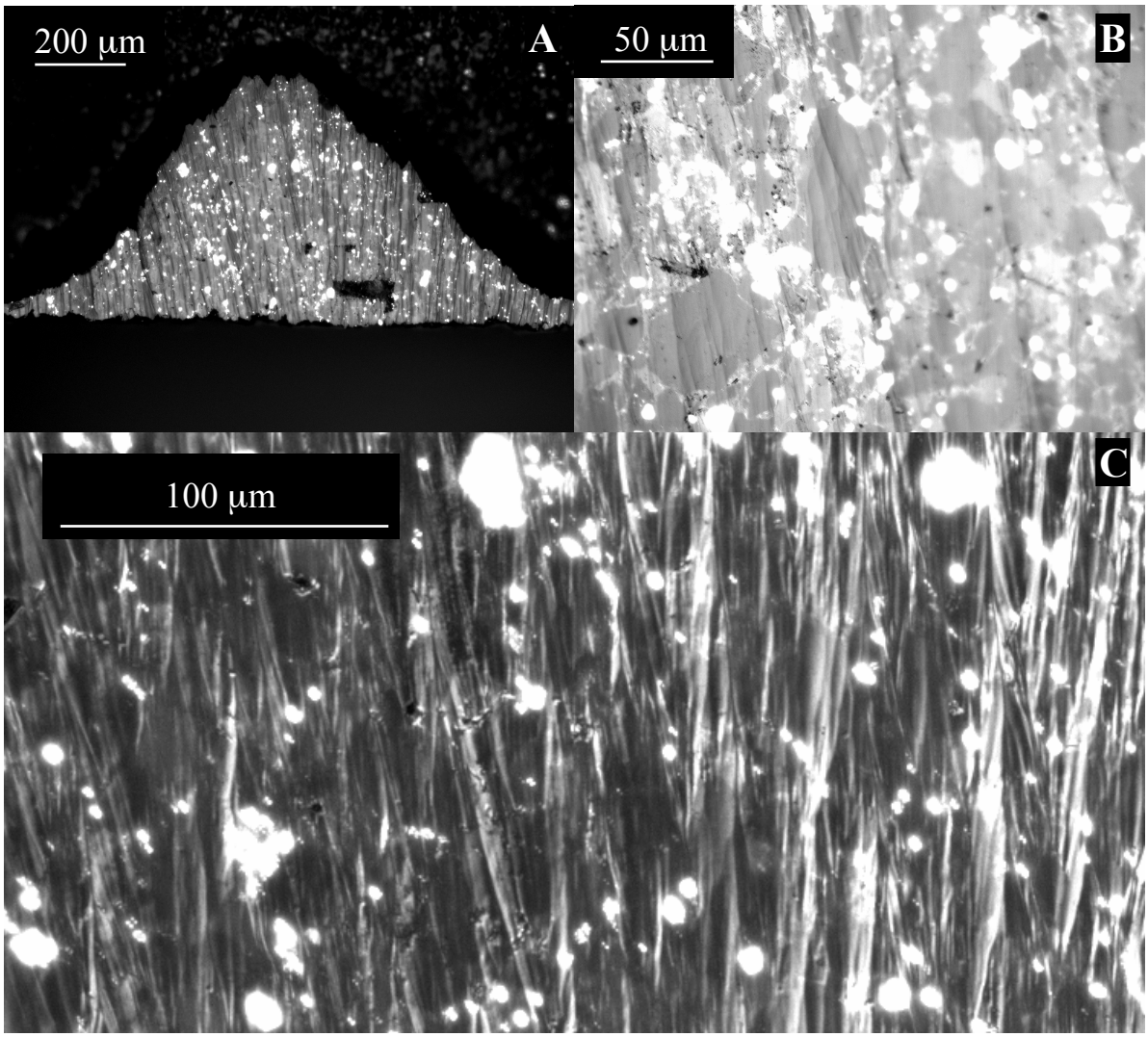


Figure 62 – Images par microscopie optique de la surface préparée selon le polissage ionique de type 1. Image A sans lame quart d'onde, images B et C avec lame quart d'onde. (Les images de cette figure ont été acquises après les essais d'indentation, ceux-ci sont à l'origine de la zone sombre de la photo A).

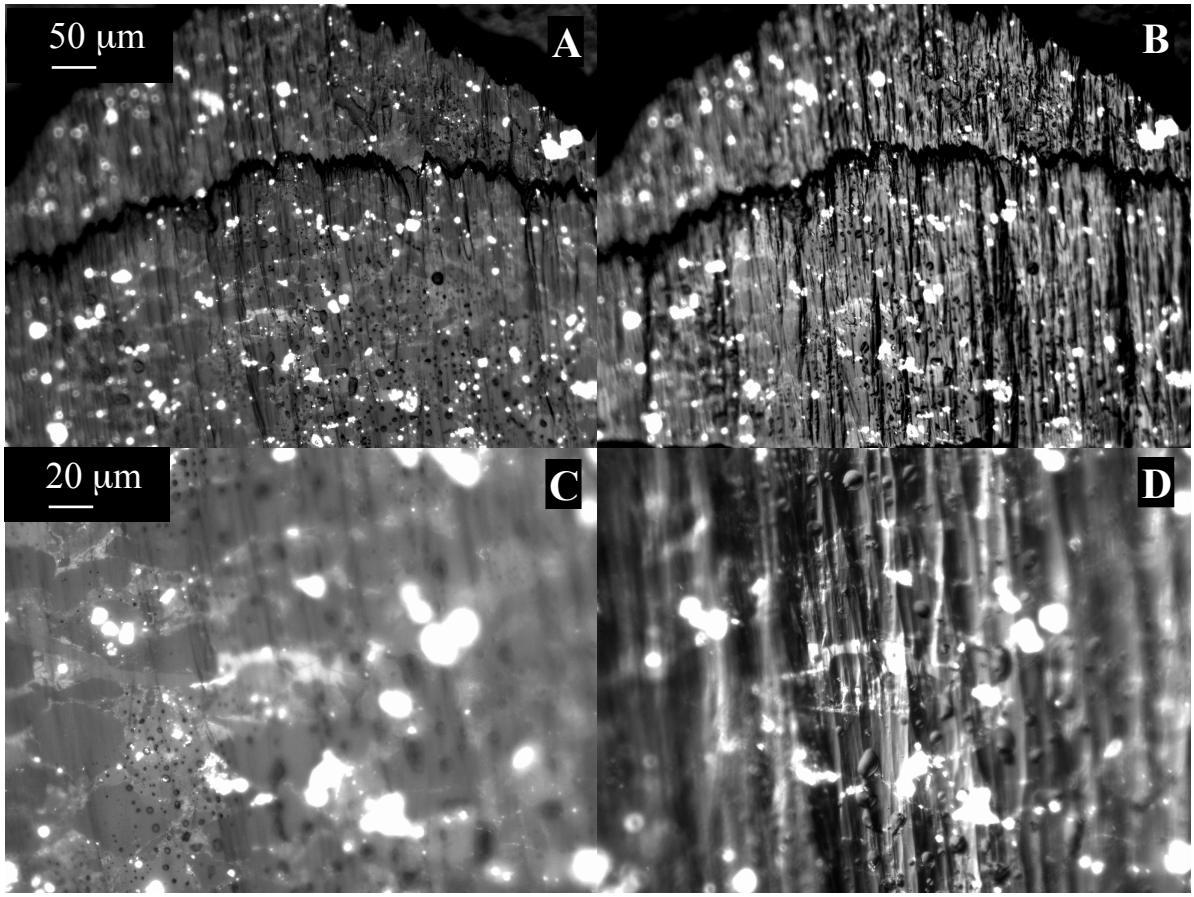


Figure 63 – Images par microscopie optique de la surface préparée par le polissage ionique de type 2. Images A et C sans lame quart d'onde, images C et D avec lame quart d'onde.

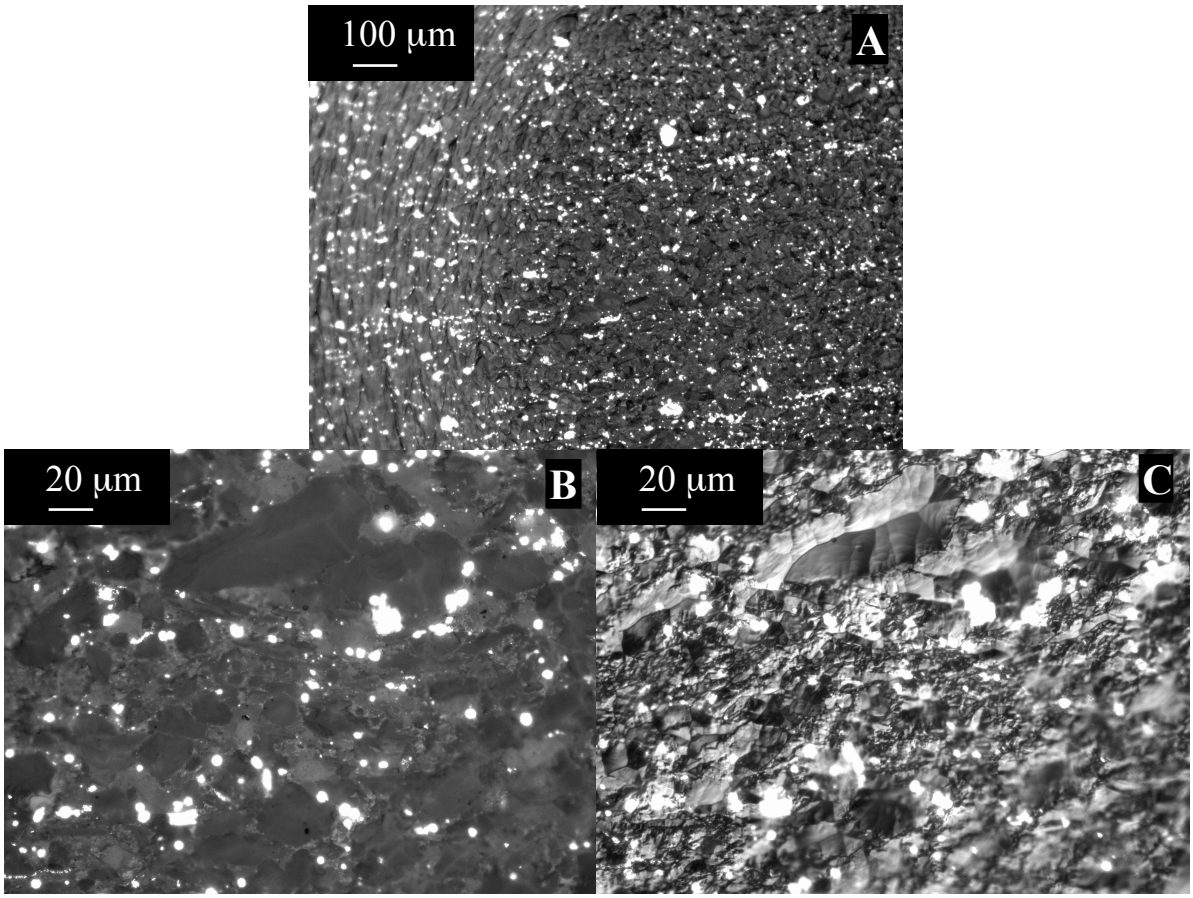


Figure 64 – Images par microscopie optique de la surface préparée par le polissage ionique de type 3 « planar mode ». Images A et B sans lame quart d'onde, image C avec lame quart d'onde.

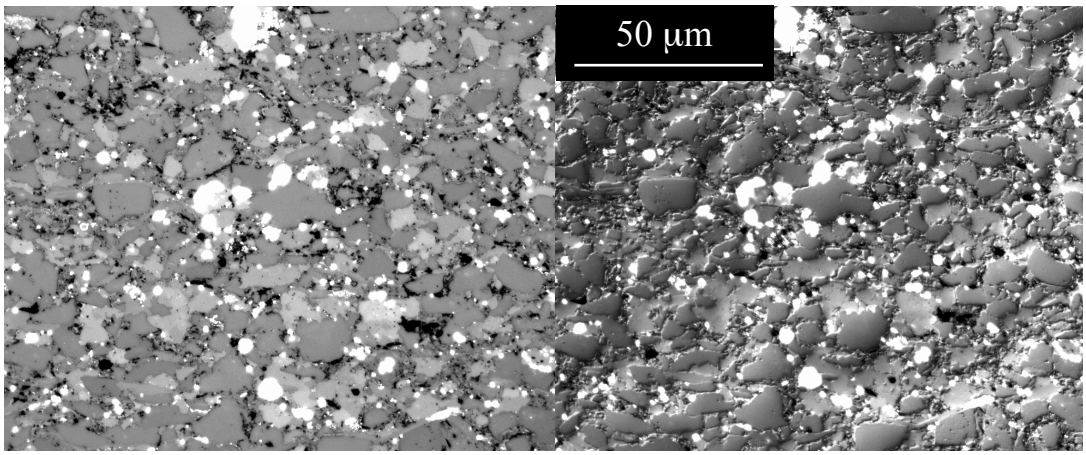


Figure 65 – Images par microscopie optique de la surface polie mécaniquement. Image A sans lame quart d'onde, image B avec lame quart d'onde.

3.2.5.2 Caractérisation de la rugosité par AFM

Les surfaces retenues pour la suite de l'étude et pour la caractérisation AFM sont celles jugées satisfaisantes à l'issue de l'observation par microscopie optique, c'est-à-dire celles réalisées par polissage ionique de type 1 et par polissage mécanique.

Les acquisitions AFM permettent de visualiser la surface 3D et de calculer les rugosités de surface. Ces opérations sont faites grâce au logiciel Gwyddion qui permet de corriger les défauts locaux dus aux acquisitions. Les profils acquis le long de l'axe rapide (l'axe d'acquisition) peuvent être décalés les uns par rapport aux autres d'une certaine quantité, ou bien présenter de légères différences de pente. Ce défaut est corrigé à l'aide d'une méthode d'alignement de lignes. La méthode de correction sélectionnée est la correction polynomiale de degré 3 qui permet de soustraire à chaque ligne une courbe due à la méthode d'acquisition. La Figure 66-A et la Figure 67-A sont des topographies de surface brutes avant correction, qui sont très différentes des observations par microscopie optique (Figure 62-C et Figure 65). La Figure 66-B et la Figure 67-B obtenues après correction sont par contre cohérentes avec les observations réalisées.

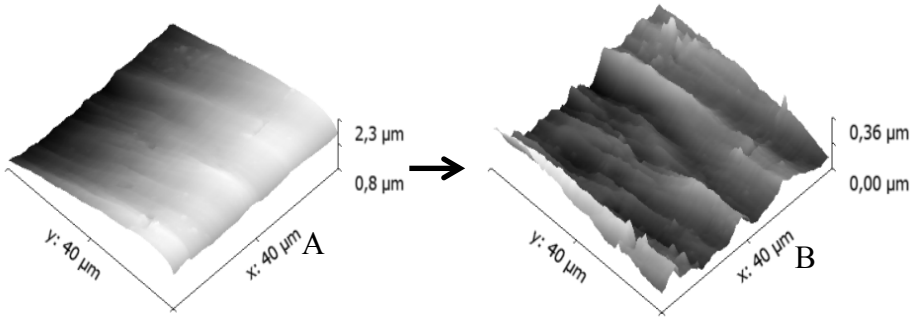


Figure 66 – Topographie AFM de la surface obtenue par polissage ionique de type 1. A, Topographie brute. B, Topographie après correction.

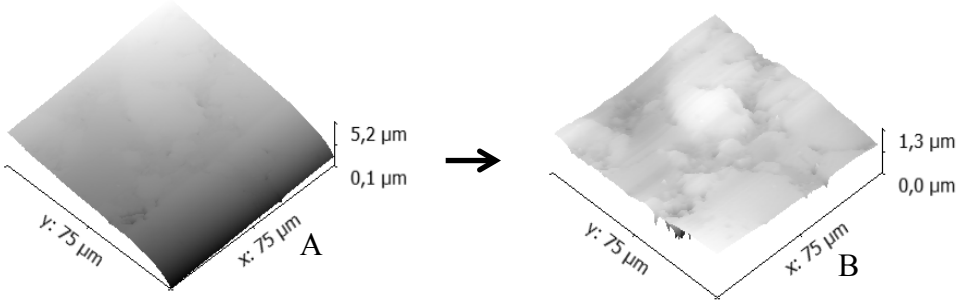


Figure 67 – Topographie AFM de la surface obtenue par polissage mécanique. A, Topographie brute. B, Topographie après correction.

Les rugosités arithmétiques (R_a) et quadratiques (R_q) ont été calculées et regroupées dans le tableau ci-dessous. Ces calculs montrent que la qualité de la surface polie mécaniquement est très satisfaisante et est similaire à ce qui peut être obtenu à l'aide d'un polisseur ionique (Tableau 9).

Si les rugosités des deux types de surface sont du même ordre de grandeur, la localisation des variations de topographie est différente. La surface préparée par polissage ionique de type 1 présente des stries de polissage, qui sont indépendantes de la nature minéralogique, alors que, pour la surface polie mécaniquement, les variations de topographie se situent au bord des grains et sont dues aux différences de dureté des minéraux.

Tableau 9 – Caculs des rugosités arithmétiques et quadratiques après correction.

Type de polissage	Référence	Surface (µm x µm)	Pixels	R_a (nm)	R_q (nm)
Polissage ionique type 1	AFM-I-1	40x40	512	40	50
	AFM-I-2	75x75	1024	43	62
	AFM-I-3	40x40	512	47	59
	AFM-I-4	40x40	512	31	38
	AFM-I-5	75x75	1024	110	129
Polissage mécanique	AFM-M-1	40x40	1024	32	48
	AFM-M-2	75x75	512	37	69

3.2.6 Conditions expérimentales des essais par nanoindentation

L'échantillon étudié présente les phases suivantes : quartz, albite, orthose, calcite, dolomite, muscovite, illite et matière organique. Afin de mesurer les propriétés mécaniques des différentes phases, il nécessaire de définir des conditions de nanoindentation adéquates. L'illite est la phase la plus complexe à caractériser à cause de sa structure multi-échelle (paragraphe 1.2.2, Figure 3) et de sa faible teneur dans l'échantillon étudié (5 %vol). Lors de nos essais, nous essayerons de caractériser par nanoindentation les propriétés élastiques de l'agrégat argileux (paragraphe 1.2.2, Figure 3).

- **Profondeur d'indentation**

Les dimensions des argiles font d'elles la plus petite phase à caractériser. Les conditions expérimentales permettant de caractériser cette phase permettront donc également de caractériser les autres. La taille caractéristique de l'agrégat argileux varie entre 400 nm et 2 µm (10^{-7}-10^{-6} m). Les hétérogénéités intrinsèques de l'agrégat argileux correspondent à l'espace entre les particules argileuses qui semble faible par rapport à la taille de l'assemblage (Figure 22). D'après les conditions de dimension des phases à indenter et d'homogénéisation de leurs propriétés, la profondeur d'indentation doit être largement supérieure à la taille caractéristique des hétérogénéités et largement inférieure à la dimension caractéristique de la phase à étudier.

En écartant la zone présentant une rugosité anormalement supérieure aux autres, les rugosités quadratiques calculées (Tableau 9) sont comprises entre 40 et 80 nm pour les polissages ionique et mécanique. D'après le critère de rugosité, la profondeur d'indentation doit être 3 fois supérieure à la rugosité mesurée.

En tenant compte de ces différents critères, la profondeur d'indentation correspondant au meilleur compromis est estimée à 200 nm. Cette profondeur est cohérente avec celles reportées dans la littérature. Les récents essais d'indentations de Bennett et al. (2015) sur des roches riches en matière organique ont été réalisés avec des profondeurs d'indentation de respectivement de 200 nm, 1 µm et 3 µm, afin de mesurer les propriétés élastiques de chaque phase séparément, puis du composite argile-matière organique et enfin du matériau (Figure 21).

- **Paramètres d'indentation**

Les essais de nanoindentation peuvent être réalisés avec une condition limite d'essai pouvant correspondre à la charge maximale appliquée P_{max} ou à la profondeur maximale h_{max}. L'objectif étant de mesurer les propriétés mécaniques de phases ayant des dimensions restreintes, il est préférable que les mesures d'indentations soient contrôlées en imposant une profondeur maximale. L'essai consiste à imposer un taux de chargement de 10 mN/min jusqu'à ce que la pointe de l'indenteur pénètre de 200 nm dans le matériau. Une fois la profondeur maximale atteinte, l'indenteur est stabilisé pendant 10 s (similaire à Bobko (2008) et Da Silva et al. (2013)) avant d'être remonté suivant un même taux de déchargement de 10 mN/min (Da Silva et al. (2013)). La Figure 68 correspond à l'évolution de la force appliquée et de l'enfoncement en fonction du temps pour un essai d'indentation standard.

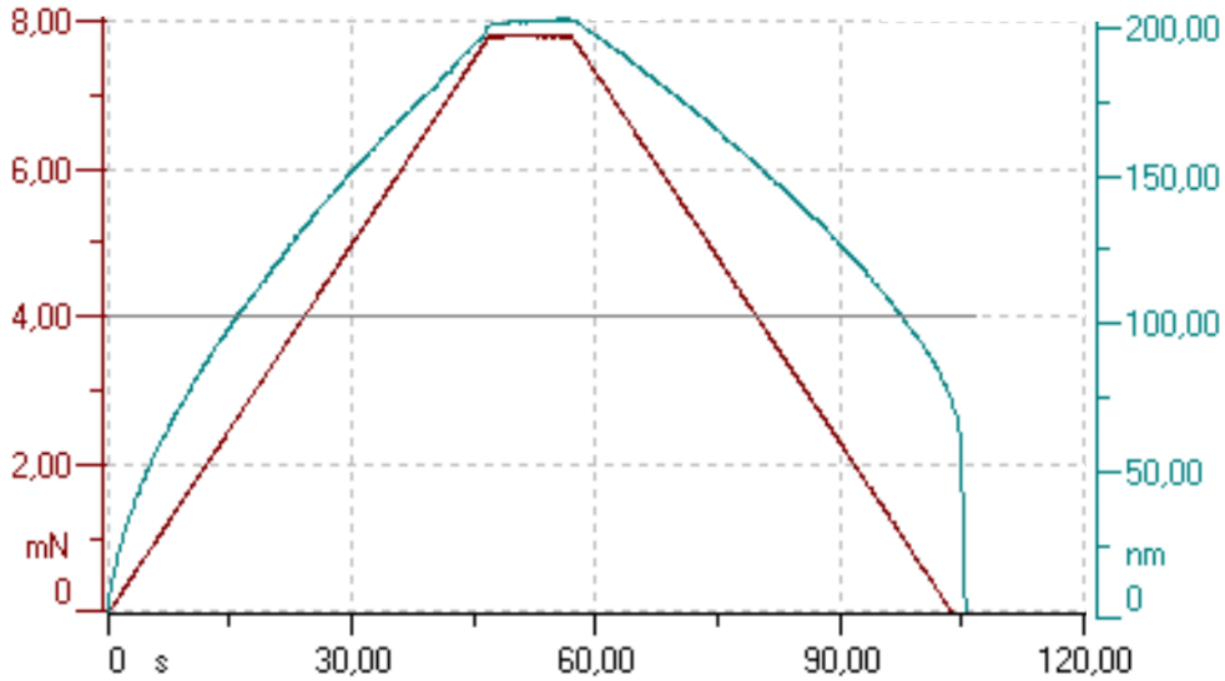


Figure 68 – Evolution de la force appliquée (courbe rouge) et de l'enfoncement (courbe verte) en fonction du temps pour du quartz (échantillon 3361H, grille 1, indentation numéro 46).

- **Grilles d'indentations**

Comme expliqué précédemment, il est important que la distance entre chaque indentation, notée a, soit largement supérieure à la surface caractérisée par l'indenteur (~$3h_{max}$). La profondeur étant fixée à 200 nm, la distance entre chaque indentation doit être supérieure à 6 µm. On choisit de rester à cette distance de 6 µm pour éviter d'avoir des points trop distants afin de simplifier l'observation des empreintes par MEB.

3.2.7 Acquisition MEB-EDS

La marque résiduelle subsistante après la réalisation de l'essai d'indentation est inférieure à la surface de contact à la profondeur maximale de pénétration. La marque encore visible correspond à la déformation plastique résiduelle et dépend donc de la phase indentée. L'observation des indentations peut s'avérer compliquée à réaliser et nécessite un microscope électronique performant. Le MEB-EDS utilisé pour les acquisitions après indentation est le FEI-Nova NanoSEM muni d'un détecteur 80 mm² Oxford X-Max.

Les indentations effectuées ont été observées à un grandissement de x5000. Comme une grille fait plusieurs centaines de micromètres, il faut l'imager en plusieurs champs de 26,1 µm x 18 µm (1024 x 704 pixels), qui, une fois assemblés, permettent d'obtenir la cartographie de la grille.

Les acquisitions EDS ont été faites à 15kV. Les zones imagées ont un grandissement de x500. Les surfaces imagées font 261 µm x 180 µm et ont une résolution de 1024 x 704 pixels.

Les éléments chimiques investigués sont : Carbone (C), Oxygène (O), Aluminium (Al), Silicium (Si), Manganèse (Mn), Fer (Fe), Magnésium (Mg), Potassium (K), Calcium (Ca), Sodium (Na), Phosphore (P), Titane (Ti). Les différentes cartographies d'éléments chimiques, permettent d'identifier les minéraux. Toutefois, en raison de leurs compositions très proches, la différenciation entre l'illite et la muscovite n'est pas réalisable par analyse EDS. La différenciation est donc faite à partir de la taille des deux minéraux. Généralement, dans les formations Montney et Doig, la muscovite fait plusieurs dizaines de micromètres, alors que l'agrégat de particules d'illite varie entre 400 nm et 2 µm.

Si le résultat final de l'acquisition EDS correspond à une carte 2D, il ne faut pas oublier que cette microanalyse X est réalisée sur un volume et non une surface. Le volume investigué correspond à la poire d'interaction, qui peut être estimée numériquement grâce à des simulations de trajectoires électroniques de Monte Carlo. La simulation Monte Carlo réalisée par Deirieh et al. (2012) pour des constituants de roche mère, tels que le quartz et l'illite, montre que, pour une intensité de faisceaux de 15 kV, la profondeur investiguée est de l'ordre de 2 à 3 µm. Comme la profondeur d'indentation de notre étude est fixée à 200 nm, la zone caractérisée mécaniquement correspond bien à la minéralogie identifiée par EDS. La Figure 69 montre la correspondance entre une image MEB permettant de visualiser les indentations et l'image EDS associée montrant la composition chimique des zones indentées.

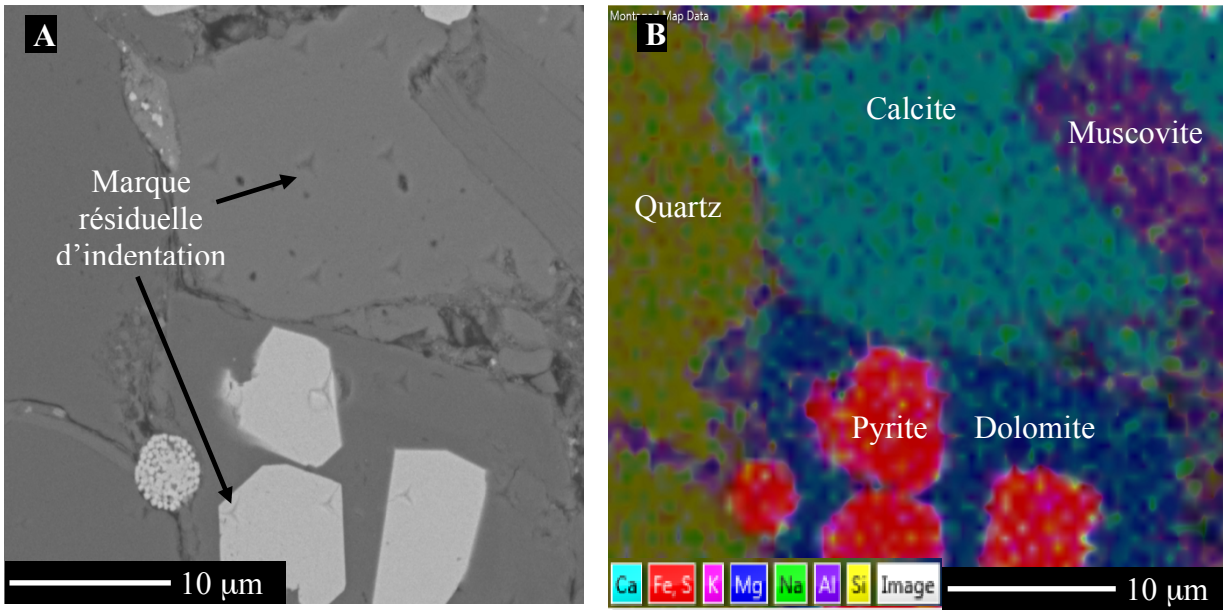


Figure 69 – L'image A correspond à l'acquisition MEB, les triangles correspondant aux marques résiduelles d'indentations. L'image B correspond à l'acquisition EDS, les couleurs dépendent de la composition chimique des minéraux.

3.2.8 Analyse des données

Généralement, l'analyse des mesures d'indentations est faite statistiquement par déconvolution et permet d'associer les propriétés mécaniques mesurées à des phases ou composites (Ortega et al. 2007, 2009 ; Bobko 2008; Vandamme 2008; Nguyen 2017). Dans notre étude, nous avons opté pour une approche déterministe basée sur l'observation de chaque empreinte d'indentation grâce au MEB et sur l'identification de la nature minéralogique de la phase indentée par EDS.

3.2.8.1 Identification minéralogique

Une fois l'acquisition au MEB-EDS effectuée, chaque zone indentée est observée afin d'être associée à une seule phase minéralogique (quartz, albite, orthose, muscovite, calcite, dolomite, pyrite, OM et argiles). Si la zone indentée n'est pas associée à une empreinte résiduelle visible, la localisation de l'indentation est déterminée via ses coordonnées dans la grille d'indentation programmée. Si l'empreinte résiduelle ou la zone supposée indentée ne correspond pas à une seule phase, la mesure est écartée car elle correspondrait aux propriétés mécaniques d'une phase homogénéisée (Figure 70). Dans le cas d'une empreinte non visible, la zone supposée indentée doit se situer dans une zone homogène suffisamment large pour éviter toute incertitude. Les indentations réalisées à la bordure de grains dont les surfaces de contact pourraient avoir englobé plus d'une phase sont notamment écartées.

Certains minéraux indentés, principalement la calcite et la dolomite, présentaient des pores occlus observés à la fois pour les surfaces obtenues par polissage mécanique et par polissage ionique. Les indentations impliquant directement un de ces pores ont été écartées car elles sont affectées par ces hétérogénéités.

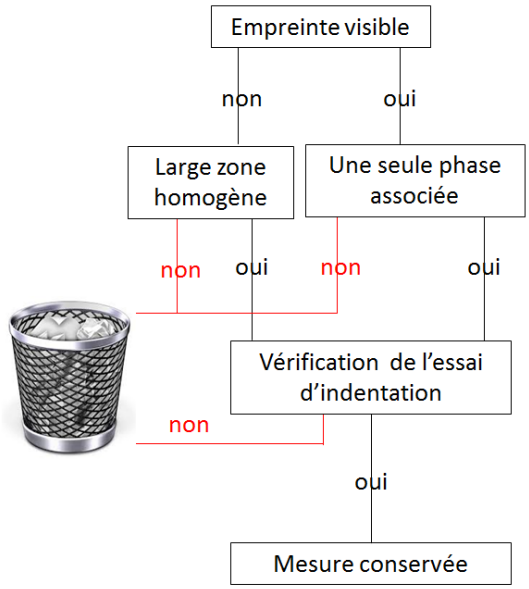


Figure 70 – Approche utilisée pour l'association des propriétés mécaniques et des phases minéralogiques.

3.2.8.2 Vérification mécanique des indentations

Une fois que chaque indentation est associée à la phase correspondante, les résultats de l'essai d'indentation sont vérifiés afin de valider la mesure (Figure 70). Une première vérification porte sur le respect de la cohérence de l'allure des courbes force-déplacement pour chaque phase et sur le respect de la consigne de profondeur maximale. La Figure 71 regroupe des essais d'indentation correspondant à la dolomite. Une seconde vérification consiste à valider la détermination automatique du contact entre l'indenteur et la surface de l'échantillon (Figure 72). Cette détermination est réalisée par le logiciel d'indentation CSM-Software 5.21. Différents tests de sensibilités ont montré qu'une mauvaise estimation de la profondeur de contact peut conduire à des variations de l'ordre de 8% pour le module d'indentation (E_{ind}).

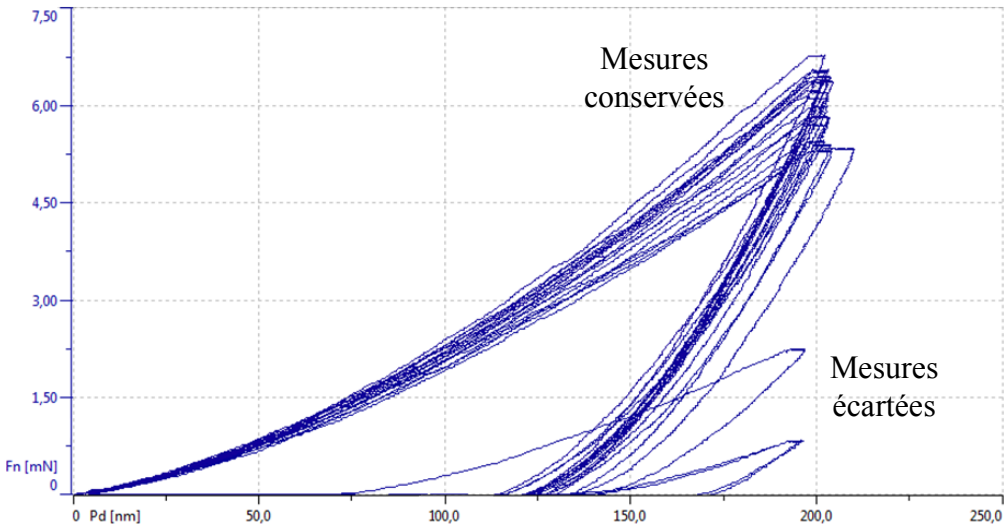


Figure 71 – Courbes d'indentation force-déplacement associées à la dolomite.

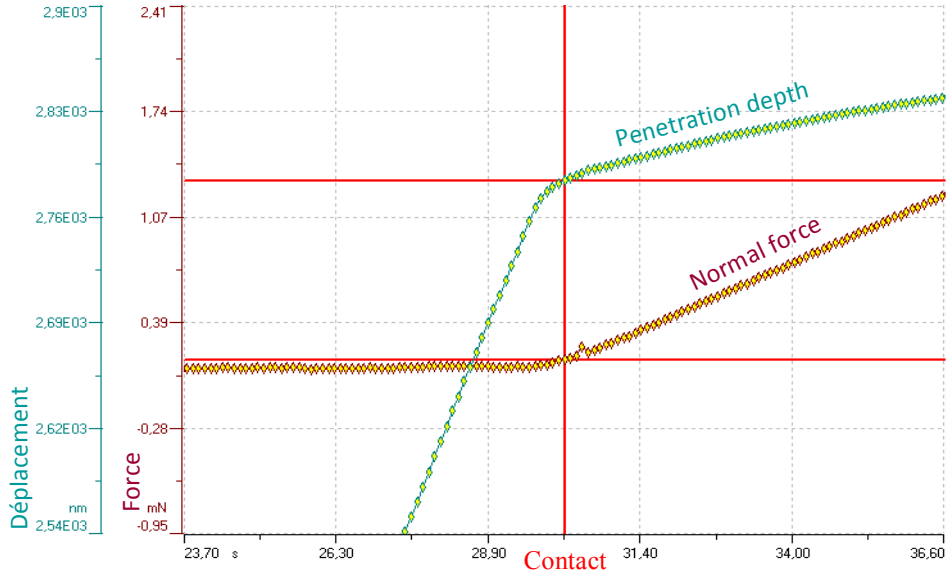


Figure 72 – Détermination du point de contact permettant de calculer la profondeur de pénétration par soustraction du déplacement de l'indenteur avant contact. Avant contact la force exercée est égale à zéro.

3.2.8.3 Bilan de l'analyse

Après examen, les courbes correspondant aux grilles d'indentations réalisées sur la surface polie ioniquement présentent systématiquement des erreurs importantes d'identification du contact entre l'indenteur et la surface de l'échantillon conduisant à des profondeurs maximales et des propriétés mécaniques erronées. Ces erreurs n'ont pas été observées pour les courbes des grilles réalisées sur la surface polie mécaniquement. La difficulté rencontrée par le nanoindenteur pour détecter le contact entre l'indenteur et la surface de l'échantillon poli ioniquement (type 1) pourrait être due aux ondulations de la surface (Figure 62). Pour cette raison, nous avons décidé d'écarter de notre étude les résultats des indentations réalisées sur la surface polie ioniquement et de ne conserver que ceux correspondant à la surface polie mécaniquement.

Après analyse des indentations de la surface polie mécaniquement suivant l'approche explicitée ci-dessus, seulement 221 mesures sur un total de 450 ont été conservées. La Figure 73 permet d'apprécier la différence entre le jeu de mesures d'indentation avant et après analyse. La Figure 73-B superpose la minéralogie aux mesures mécaniques conservées.

Malgré la difficulté que nous avons eu à différencier l'illite et la muscovite, nous avons pu isoler le comportement mécanique de chacune de ces phases. Malheureusement, du fait des petites dimensions des lentilles de matière organique une seule mesure a pu être réalisée dans cette phase. Les mesures mécaniques associées à chaque phase sont bien regroupées dans le diagramme E_{ind}-H. Certains minéraux, comme la calcite et la muscovite, ont des propriétés mécaniques similaires et n'auraient donc pas pu être caractérisés de manière indépendante via une approche statistique conventionnelle.

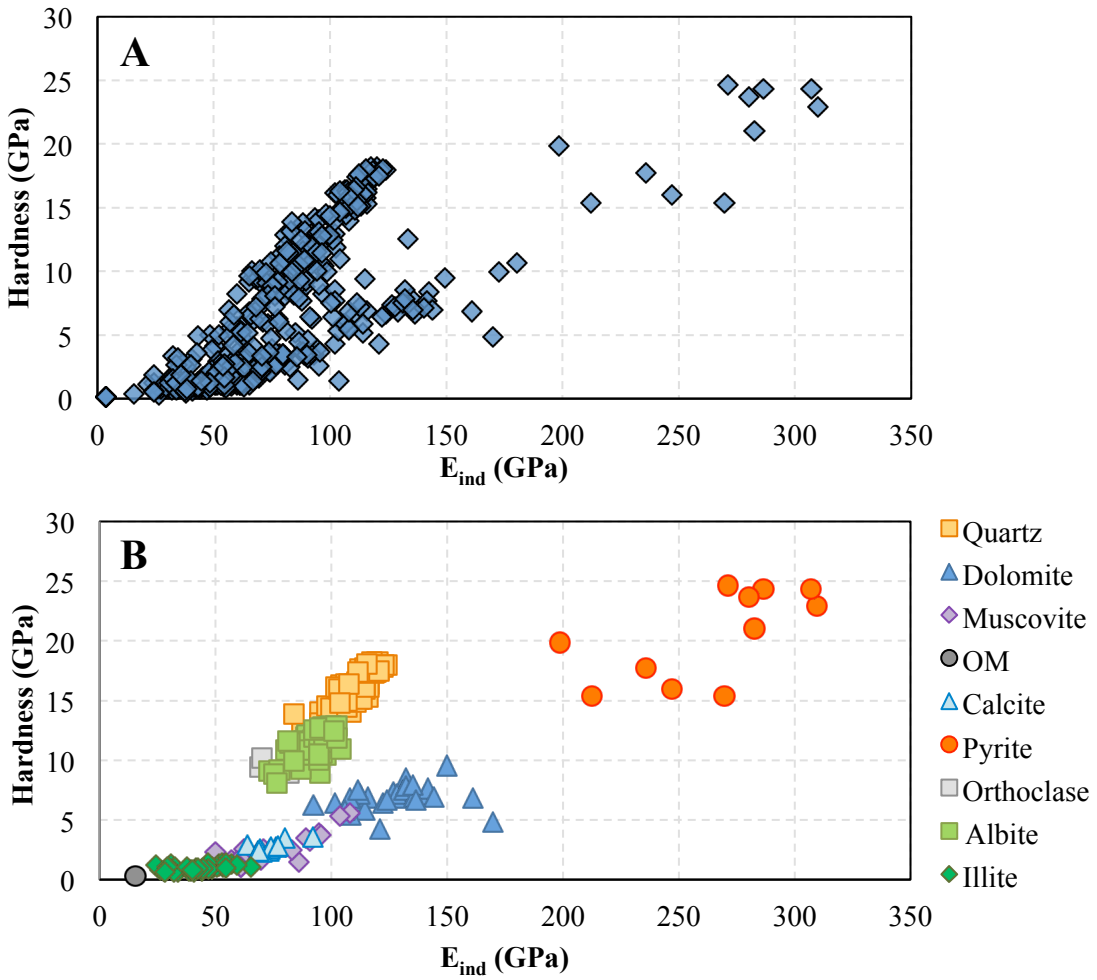


Figure 73 – Le graphique A reporte l'ensemble des 440 indentations dans un diagramme module d'indentation E_{ind}-dureté H. Le graphique B reprend uniquement les 221 indentations validées avec une coloration en fonction de la minéralogie.

3.2.9 Validation du couplage

Nous avons montré que le polissage mécanique était la méthode de préparation de surface la mieux adaptée à une caractérisation par nanoindentation.

L'approche proposée permet la visualisation et l'identification minéralogique des zones indentées, ainsi que la vérification de chaque essai mécanique. Il s'agit à présent de vérifier la cohérence des propriétés mécaniques mesurées pour les différentes phases (Figure 73). Excepté pour la matière organique pour laquelle nous ne disposons que d'une seule mesure, nous avons calculé pour chaque phase la valeur moyenne et l'écart-type du module d'indentation (E_{ind}). Les résultats obtenus sont représentés en bleu sur la Figure 74.

La première source de données externes à notre étude correspond à des mesures obtenues par indentation (Annexe 8). A partir de ces mesures, nous avons calculé pour chaque phase la moyenne du module d'indentation E_{ind} et nous lui avons affecté une variabilité correspondant à $(E_{ind}^{max} - E_{ind}^{max})/2$. Ces données sont représentées en rouge sur la Figure 74.

La seconde source de données correspond aux valeurs de modules de Young et de coefficients de Poisson collectées par Mavko et al. (2009) et qui ont été exploitées afin de calculer pour chaque phase $E/(1-v^2)$ équivalent au module d'indentation. Un travail similaire a été fait pour les mesures sur cristaux initialement compilées par Bass (1995) et reportées dans Mavko et al. (2009). Les valeurs moyennes et les variabilités calculées sont représentées en vert pour Mavko et al. (2009) et en violet pour Bass (1995).

La Figure 74 montre que nos mesures moyennes sont cohérentes avec celles de la littérature. L'écart-type des mesures réalisées pour le quartz, la muscovite, la calcite et la pyrite sont du même ordre de grandeur que les variabilités de la littérature, alors que pour la dolomite, la variabilité de la littérature est plus faible que notre écart-type. La seule indentation réalisée pour la phase organique a un module d'indentation supérieur aux données collectées (Annexe 8).

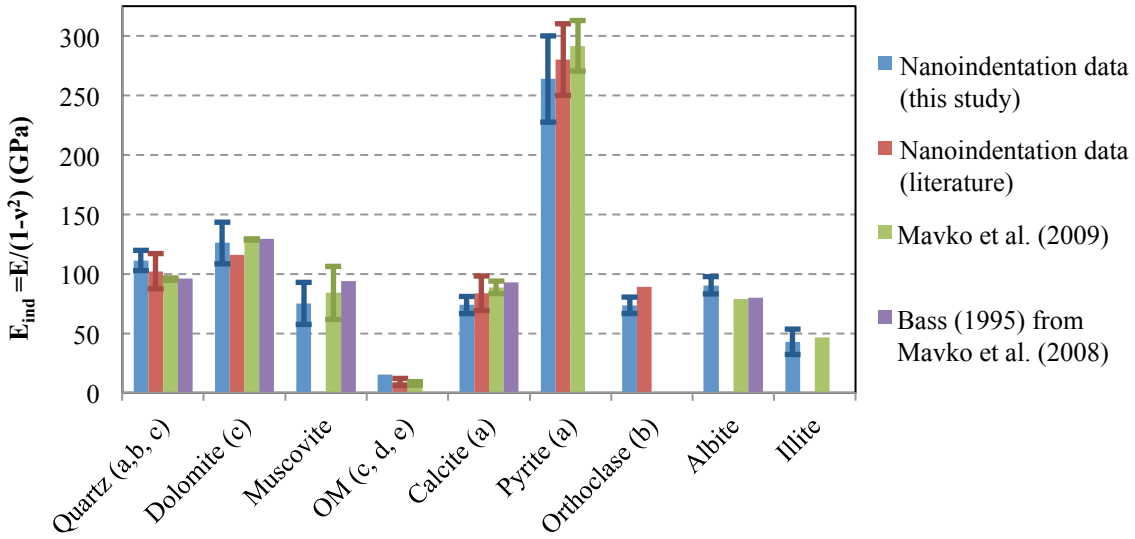


Figure 74 – Comparaison des modules d'indentation E_{ind} des différentes phases mesurés pour l'échantillon 173544-V avec des modules d'indentation de la littérature (a-Kumar et al. 2013; b-Whitney et al. 2007; c-Ahmadov, 2011; d-Zeszotarski et al., 2004; e-Bennett et al. 2015) et des valeurs de $E/(1-v^2)$ calculées à partir des données expérimentales collectées par Mavko et al. (2009). Les barres d'erreurs correspondent aux écarts types pour nos mesures et aux variabilités des mesures de la littérature ((max-min)/2).

3.3 Caractérisation par couplage entre un nanoindenteur et un MEB-EDS

Après avoir validé l'approche expérimentale pour la caractérisation mécanique des composants des roches mères, nous avons cherché à caractériser des échantillons de différentes maturités et de différentes orientations (en fonction du litage) afin d'étudier l'impact éventuel de la maturité sur les propriétés mécaniques des composants des roches mères, ainsi que l'anisotropie intrinsèque des phases minérales, en particulier de la muscovite et l'illite.

3.3.1 Echantillonnage

Trois échantillons supplémentaires ont été sélectionnés : un échantillon peu mature (échantillon 3675 appartenant à la formation Doig), un échantillon mature (échantillon 3674 appartenant à la formation Doig), un échantillon très mature (échantillon 3361 appartement à la formation Montney S3) (Figure 75). Ces échantillons ont aussi été caractérisés selon l'approche expérimentale intégrée (Chapitre 2). Nous disposons ainsi des mesures pétroacoustiques selon l'axe vertical pour les échantillons 3674 et 3675 et selon les deux orientations (verticale et horizontale) pour l'échantillon 3361. L'échantillon 3361 permettra de compléter les résultats obtenus pour l'échantillon 173544 provenant également de la formation Montney S3, mais moins mature. Les trois échantillons sélectionnés sont entourés en bleu sur la Figure 75. L'échantillon 173544 est entouré en vert. Au final, les quatre échantillons caractérisés recouvrent bien l'ensemble du spectre de maturité organique.

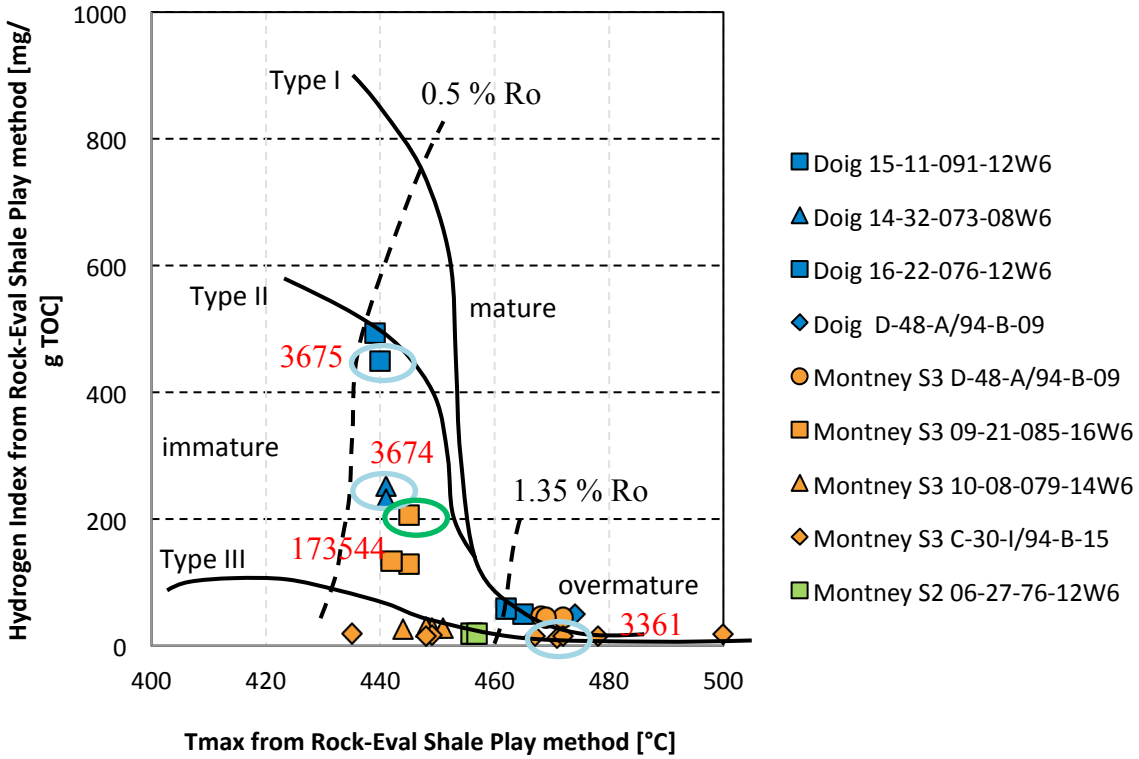


Figure 75 – Echantillons sélectionnés pour l'étude de nanoindentation replacés dans le graphique IH en fonction de Tmax avec les différents échantillons des formations Montney et Doig analysés par Rock-Eval.

Comme l'un des objectifs de notre étude est d'investiguer l'anisotropie des argiles et de la muscovite, les échantillons sélectionnés seront caractérisés selon deux orientations, ce qui implique une préparation de surface perpendiculaire au plan de litage et une préparation de surface parallèle au plan de litage.

3.3.2 Préparation de surface

La préparation de surface nécessite tout d'abord la réalisation d'un échantillon de dimension 10 mm x 10 mm x 5mm à l'aide d'une scie à précision. Par la suite, celui-ci est enrobé dans une résine acrylique afin de former un cylindre de 30 mm de diamètre (Figure 76). Comme expliqué précédemment, deux surfaces d'orientations différentes sont préparées pour chaque échantillon : perpendiculaire (V) et parallèle (H) au litage (Figure 76).

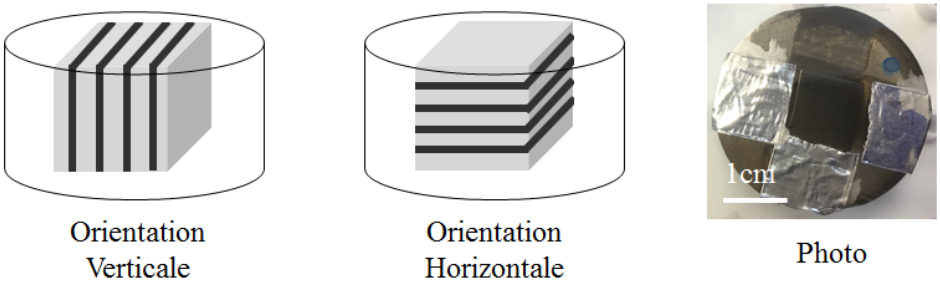


Figure 76 – Orientation de la surface pour la caractérisation par nanoindentation.

Une attention particulière a été portée à l'étape de polissage. Afin de réaliser un polissage mécanique cohérent, les deux surfaces d'orientations différentes d'un même échantillon ont été polies ensemble et chaque échantillon a été poli seul. Tout le long du processus de polissage, l'évolution de la surface a été suivie au microscope optique et à force atomique.

Les conditions de polissage mécanique sont similaires à celles de l'échantillon 173544 et sont résumées dans Tableau 10. Seules les durées de polissage fin (PF : polissage à 3 µm et 1 µm) diffèrent d'un échantillon à l'autre, car elles dépendent de l'évolution de l'état de surface.

Tableau 10 – Procédure de polissage.

Etape	Abrasif	Force (N)	Vitesse du disque (tr/min)	Vitesse du porte-échantillons (tr/min)	Sens rotation du disque/ échantillon	Temps polissage (min)		
						3361-V et 3361-H	3674-V et 3674-H	3675-V et 3675-H
PG	#220	10	80	50	identique	1 min		
	#1200	10	80	50	identique	4 min		
	#2000	10	80	50	identique	6 min		
	#4000	10	80	50	identique	12 min		
PF	3 µm	10	80	50	identique	2h30min	4h	2h30min
	1 µm	10	80	50	Identique	2h30min	2h30	3h10min

3.3.3 Evolution de la rugosité lors du polissage

Le suivi du surfaçage s'est fait en combinant acquisitions AFM et observations par microscopie optique afin d'obtenir la meilleure préparation de surface pour chaque couple d'échantillon. Comme il est difficile de se repérer sur la surface des échantillons tout au long du polissage, nous n'avons pas pu caractériser les mêmes zones par AFM.

La durée du polissage fin à 3 µm est de 210 min pour les échantillons 3361 (V et H) et 3675 (V et H) et de 180 min pour l'échantillon 3674 (V et H). Nous avons estimé qu'une durée de polissage plus longue ne permettrait pas d'améliorer la qualité de nos surfaces. D'après les acquisitions AFM (Figure 77), il apparaît que les rugosités des surfaces verticales sont systématiquement inférieures aux rugosités des surfaces horizontales pour les différents couples d'échantillons. Les acquisitions AFM associées au surfaçage fin de 1 µm correspondent à la Figure 78. D'après les résultats obtenus, la rugosité a baissé par rapport à la précédente étape et tout au long du polissage à 1 µm.

Le Tableau 11 regroupe les acquisitions AFM réalisées à la fin du processus de polissage. Les surfaces obtenues pour les échantillons 3361 et 3674 ont des rugosités quadratiques comprises entre 60 et 167 nm. Nous considérons ces surfaces comme satisfaisantes pour notre caractérisation par nanoindentation, car la rugosité mesurée est localisée entre les grains (paragraphe 3.2.4.3 et 3.2.4.2). Pour rappel, nous écartons les mesures d'indentation réalisées en bord de grains, car elles sont susceptibles de correspondre à celles d'une phase homogénéisée (paragraphe 3.2.8.1). La surface de l'échantillon 3675-V est hétérogène : certaines zones sont satisfaisantes d'autres sont endommagées. Pour cet échantillon, nous avons décidé de réaliser nos indentations uniquement dans des zones préalablement identifiées de faible rugosité (Tableau 11). La surface de l'échantillon 3675-H est très dégradée et présente des arrachements. Elle n'est malheureusement pas appropriée pour la réalisation de nos essais. Nous n'avons pas observé d'arrachement pour les surfaces 3361V, 3361-H, 3674-V et 3674-H, contrairement aux surfaces 3675-V et 3675-H. Il est fort probable que la texture et la granulométrie de l'échantillon 3675 en soit la cause.

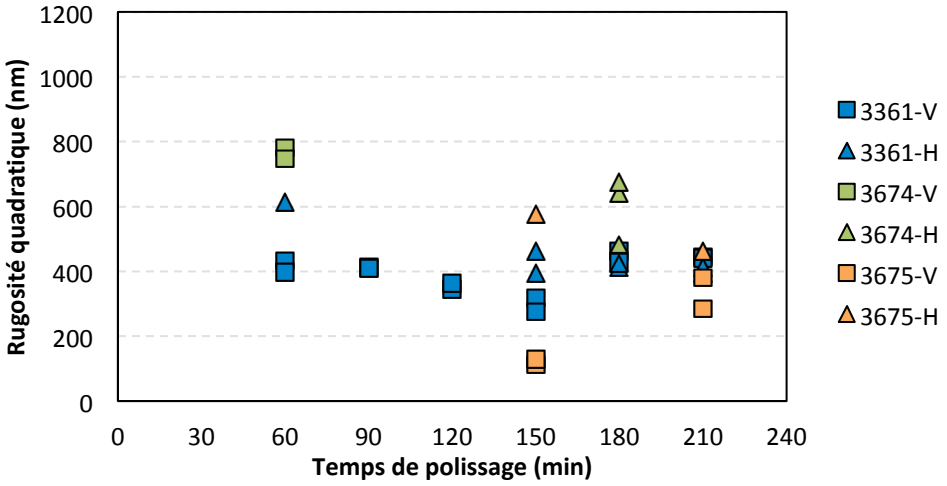


Figure 77 – Mesures de la rugosité quadratique (après correction) par acquisition AFM en fonction de la durée du polissage fin pour le disque abrasif de 3 µm.

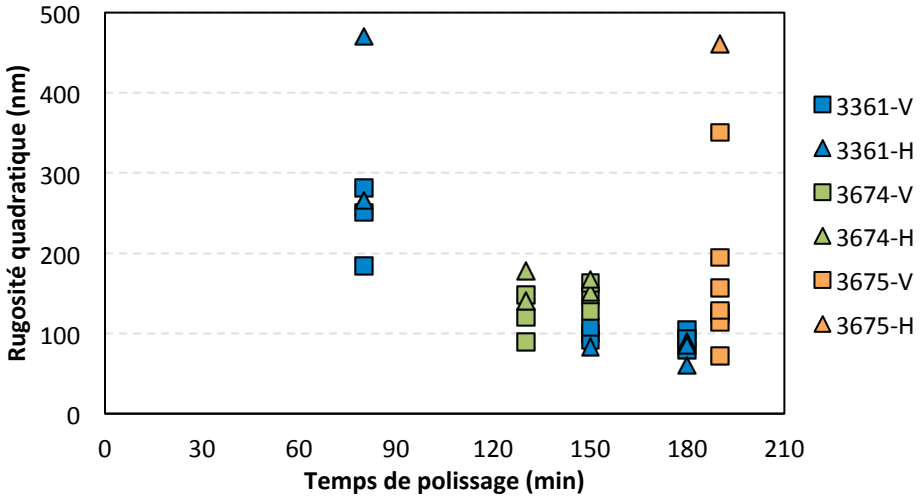


Figure 78 – Mesures de la rugosité quadratique (après correction) par acquisition AFM en fonction de la durée du polissage fin pour le disque abrasif de 1 µm.

Tableau 11 – Mesures de rugosité arithmétique et quadratique (après correction) par acquisition AFM à l'état final de la surface.

Echantillons	Temps (min)	Réf AFM	Taille (µm x µm)	Résolution (pixels x pixels)	R_a (nm)	R_q (nm)
3361-V	180	196	75 x 75	512 x 512	82	104
	180	197	75 x 75	512 x 512	55	79
	180	198	75 x 75	512 x 512	66	93
3361-H	180	199	75 x 75	512 x 512	64	90
	180	200	75 x 75	512 x 512	67	85
	180	201	75 x 75	512 x 512	37	60
3674-V	150	215	75 x 75	512 x 512	102	146
	150	223	75 x 75	512 x 512	131	163
	150	224	75 x 75	512 x 512	100	127
3674-H	150	225	75 x 75	512 x 512	116	151
	150	226	75 x 75	512 x 512	123	167
3675-V	190	227	75 x 75	512 x 512	98	157
	190	230	75 x 75	512 x 512	88	125
	190	235	75 x 75	256 x 256	36	72
	190	236	75 x 75	256 x 256	92	114
	190	237	75 x 75	256 x 256	103	129
	190	238	75 x 75	256 x 256	132	195
	190	239	75 x 75	257 x 256	221	351
3675-H	190	231	75 x 75	512 x 512	770	976
	190	232	75 x 75	512 x 512	331	461
	190	233	75 x 75	512 x 512	631	806

3.3.4 Caractérisation mécanique des échantillons

La réalisation des grilles d'indentation, la caractérisation au MEB-EDS, ainsi que l'analyse des données, ont été réalisées suivant les conditions définies pour l'échantillon 173544 (chapitre 3.2). Les résultats obtenus pour les 3 échantillons sélectionnés sont présentés ci-dessous.

3.3.4.1 Échantillons 3361-V et 3361-H (Montney S3 – très mature)

Les résultats de la caractérisation montrent que les propriétés mécaniques du quartz, de l'albite, de l'orthose, de la calcite, de la dolomite et de la matière organique, mesurées sur l'échantillon d'orientation verticale (perpendiculaire au plan du litage) sont globalement cohérentes avec celles mesurées pour l'échantillon d'orientation horizontale (parallèle au plan de litage) (Figure 79 et Annexe 9).

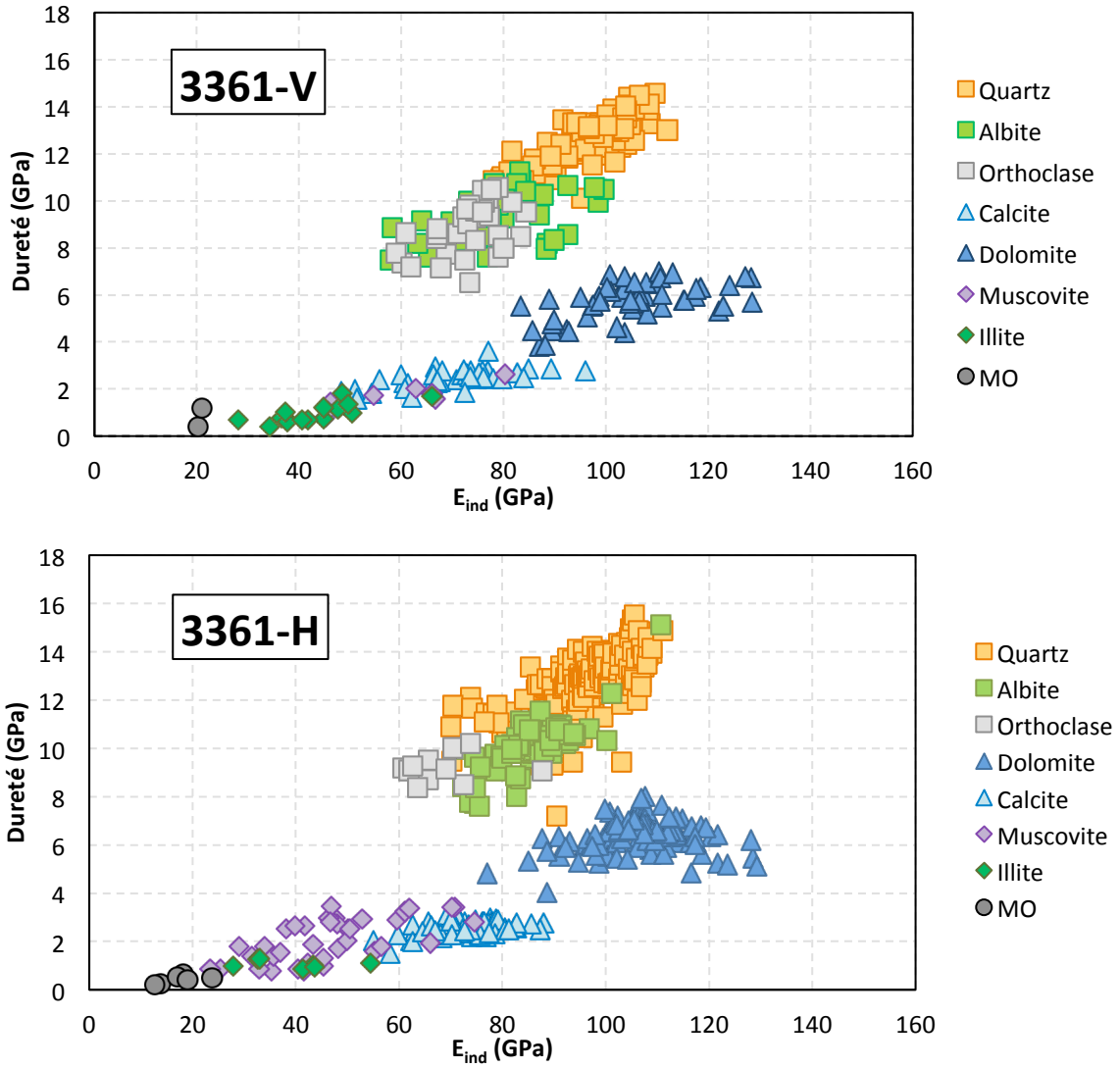


Figure 79 – Résultats de la caractérisation par MEB-EDS pour les deux surfaces préparées à partir de l'échantillon 3361 appartenant à la formation Montney S3.

Le nombre d'indentations conservé pour caractériser la muscovite est de 11 pour la surface verticale et 37 pour la surface horizontale. Cette différence s'explique par la géométrie en feuillet de la muscovite, qui est orientée parallèlement au plan de litage et offre donc plus de surface disponible pour l'échantillon horizontal. Le module d'indentation et la dureté de la muscovite mesurés sont de 55,7±9,6 GPa et 1,5±0,4 GPa pour la surface verticale et de 46,6±9,6 GPa et 2,1±0,8 GPa pour la surface horizontale (Figure 79 et Annexe 9). Les modules d'indentation mesurés sur la surface verticale sont en moyenne plus élevés. L'écart entre les modules d'indentation des deux orientations est de l'ordre de grandeur de l'écart-type. L'anisotropie de la muscovite est donc peu marquée.

Pour l'illite, le module d'indentation et la dureté mesurés sont de 43,0±6,7 GPa et 1,0±0,3 GPa (15 mesures) pour la surface verticale et de 39,4±7,1 GPa et 1,7±0,1 GPa pour la surface horizontale (7 mesures). Les mesures ne sont pas assez différentes pour refléter une anisotropie spécifique de la phase argileuse.

3.3.4.2 Échantillons 3674-V et 3674-H (Doig – mature)

L'échantillon 3674 se caractérise par l'absence d'une phase calcite, dont les propriétés mécaniques n'ont donc pas pu être caractérisées. De même que pour l'échantillon 3361, les propriétés mécaniques du quartz, de l'albite, de l'orthose et de la dolomite, mesurées pour les orientations verticale et horizontale sont cohérentes (Figure 80 et Annexe 9).

Les mesures du module d'indentation et de la dureté pour la muscovite sont de 67,8±9,6 GPa et 2,1±0,8 GPa (7 mesures) pour la surface verticale et de 43,9±7,7 GPa et 2,2±0,6 GPa (7 mesures) pour la surface horizontale. On retrouve donc un module d'indentation plus élevé pour la surface verticale comme dans le cas de l'échantillon 3361. L'écart entre les moyennes est ici supérieur à l'écart-type sur les mesures, ce qui confirme l'anisotropie de la muscovite. Pour l'illite, le module d'indentation et la dureté sont de 44,5±7,6 GPa et 1,1±0,4 GPa (9 mesures) pour la surface verticale et de 36,9±7,8 GPa et 1,3±0,4 GPa (25 mesures) pour la surface horizontale. L'écart entre les modules d'indentation des deux orientations de surface est plus élevé que pour l'échantillon 3361 et est de l'ordre de grandeur de l'écart-type sur les mesures. L'anisotropie de la muscovite et de l'illite semble plus marquée pour cet échantillon.

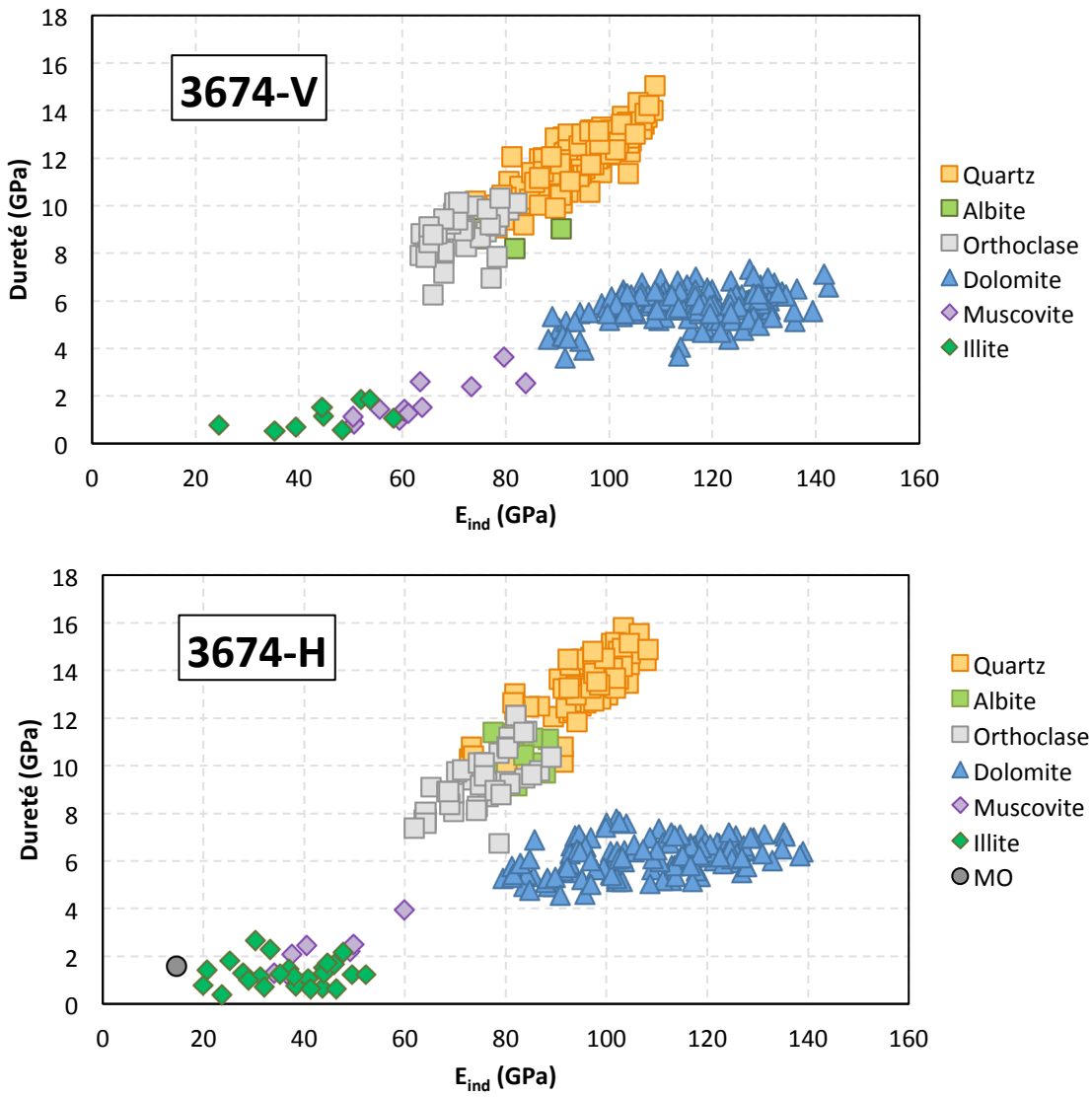


Figure 80 – Résultats de la caractérisation par nanoindenteur et MEB-EDS pour les deux surfaces préparées à partir de l'échantillon 3674 appartenant à la formation Doig.

3.3.4.3 Échantillon 3675-V (Doig – peu mature)

La qualité de la surface de l'échantillon 3675-H ne s'est malheureusement pas avérée satisfaisante pour la réalisation d'essais d'indentation. Seule la surface orientée perpendiculairement au litage (3675-V) a donc pu être caractérisée (Figure 81 et Annexe 9).

La différenciation entre la muscovite et l'illite a été très compliquée pour cet échantillon. En effet, cette différenciation était basée sur la taille plus élevée de la muscovite qui faisait une dizaine de micromètres pour les précédents échantillons (173544, 3674, 3361), alors que la muscovite de l'échantillon 3675 a une taille comprise entre 500 nm et 2 µm, similaire à celle de l'agrégat d'illite. Il est donc fort probable que les 156 mesures étiquetées comme appartenant à l'illite comprennent aussi de la muscovite. Le module d'indentation et la dureté mesurés sont de 41,2±7,7 GPa et 0,9±0,4 GPa pour l'illite (156 mesures) et de 51,6±12,1 GPa 1,1±0,5 GPa (7 mesures) pour la muscovite. Les modules d'indentation mesurés pour

l'illite sont cohérents avec ceux des échantillons 3361-V et 3674-V. Les modules d'indentation mesurés pour la muscovite sont cohérents avec ceux de l'échantillon 3361-V et plus faible que ceux de l'échantillon 3674-V (67,8±9,6 GPa).

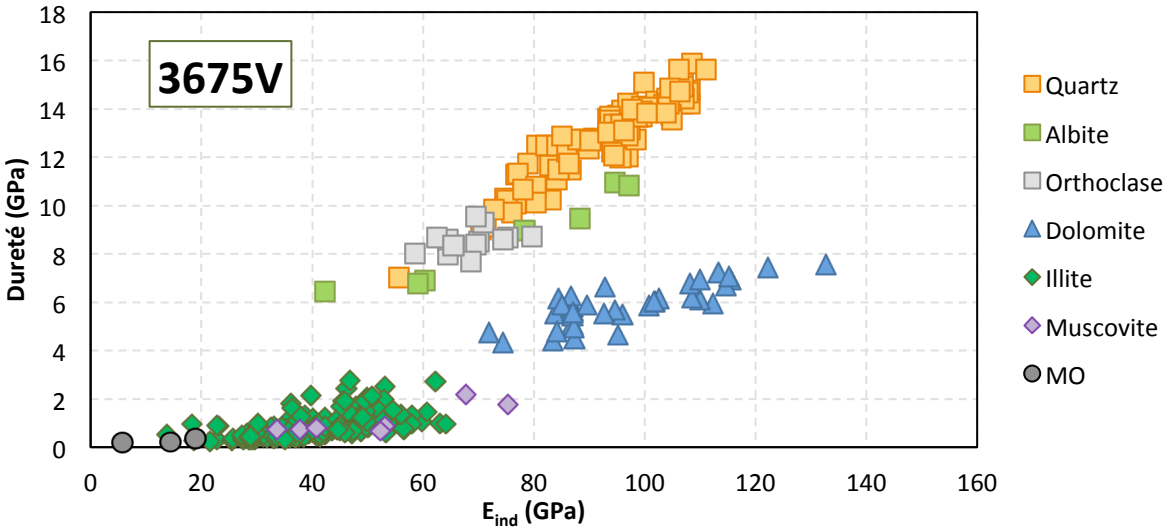


Figure 81 – Résultats de la caractérisation par nanoindenteur et MEB-EDS pour l'échantillon 3675-V et appartenant à la formation Doig.

3.3.5 Caractérisation mécanique des minéraux

L'objectif de cette partie est d'intégrer les résultats obtenus pour les différents échantillons caractérisés (173544-V, 3361-V, 3361-H, 3674-V, 3674-H, 3675-V) afin de proposer des propriétés mécaniques pour chaque minéral qui pourront être utilisées pour la modélisation (Chapitre 4). L'étude dans ce paragraphe se focalise sur le module d'indentation.

3.3.5.1 Quartz

La Figure 82 permet de représenter les distributions des mesures du module d'indentation du quartz pour l'ensemble des échantillons étudiés. Toutes les distributions ont un pic bien distinct autour d'une valeur commune. L'échantillon 173544-V semble néanmoins avoir des valeurs de module légèrement supérieures à celles des autres échantillons. L'ensemble des 718 indentations réalisées sur le quartz conduisent à un module d'indentation moyen de 96,9±7,4 GPa.

Si le module d'indentation moyen mesuré pour le quartz est inférieur à la mesure de Whitney et al. (2007) qui est de 117±3 GPa, il est cohérent avec les valeurs obtenues par Kumar et al. (2013) et Ahmadov (2011) qui sont respectivement de 99±1 GPa et 92,6 GPa.

Les cinq jeux de valeurs de module de Young et de coefficient de Poisson regroupées dans la base de données de Mavko et al. (2009) donnent un module $E/(1-\nu^2)$ compris entre 95,1 GPa et 96,2 GPa et donc parfaitement cohérent avec le module d'indentation moyen de notre étude.

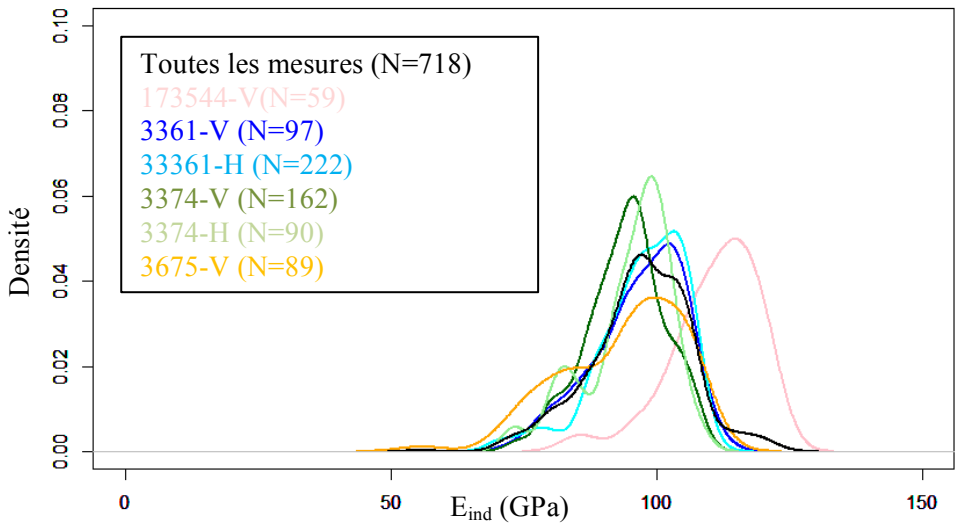


Figure 82 – Distributions des modules d'indentation du quartz pour les différents échantillons caractérisés.

3.3.5.2 Albite et Orthose

L'interrelation entre l'orthose et l'albite dans nos échantillons est complexe. Il est possible d'observer de l'orthose ($KAlSi_3O_8$, K-feldspath) au milieu de particules d'albite ($NaAlSi_3O$, Na-feldspath) et, inversement, il est possible d'observer de l'albite à l'intérieur de particules d'orthose (Figure 83). Vaisblat et al. (2017) ont étudié la diagénèse de la formation Montney et ont relevé les mêmes observations. Lors de l'identification minéralogique de la zone indentée, une attention particulière a été portée sur ce phénomène les indentations susceptibles de contenir les deux phases ont été écartées.

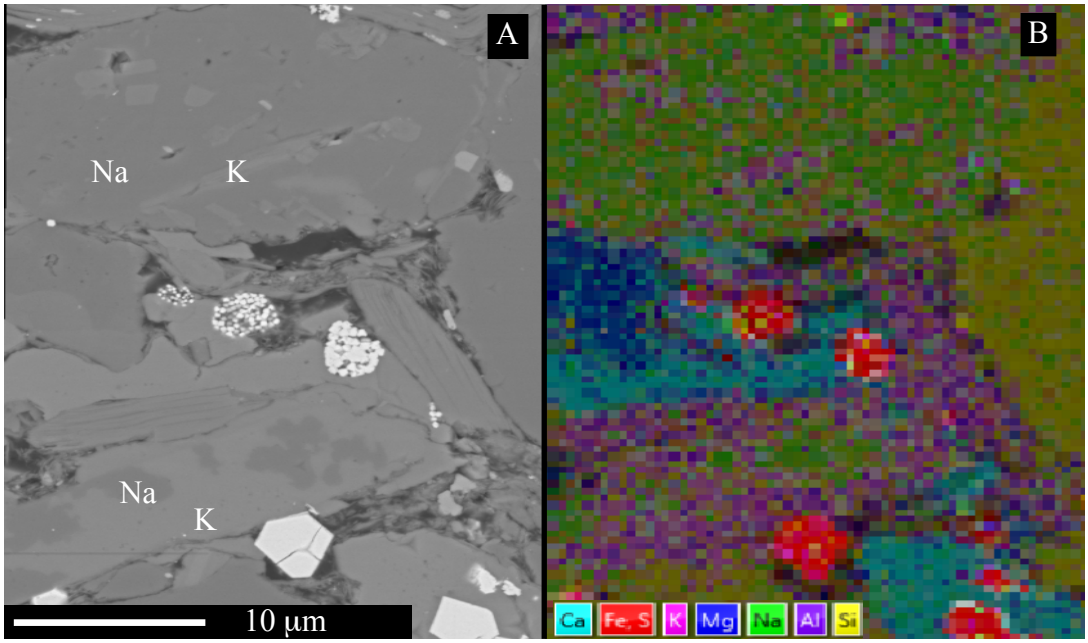


Figure 83 – Images MEB (A) et EDS (B) de l'échantillon 173544-V montrant de l'albite (Na-feldspath) au sein d'orthose (K-feldspath) et inversement.

Les distributions des modules d'indentation mesurés pour l'albite et l'orthose sont présentées sur la Figure 84 et la Figure 85. Ces distributions présentent un pic net pour presque tous les échantillons, hormis pour l'échantillon 3675-V pour lequel aucun pic n'est observé (N=7 mesures).

Les 165 indentations réalisées pour l'albite révèlent que le module d'indentation moyen est de 85,0±7,3 GPa. Les deux valeurs du module $E/(1-\nu^2)$ calculées à partir des données regroupées dans Mavko et al. (2009) et Bass (1995) sont de 78,6 GPa et 80,0 GPa et donc cohérentes avec les mesures réalisées dans notre étude. Malheureusement, nous n'avons pas d'essais d'indentation de la littérature caractérisant l'albite.

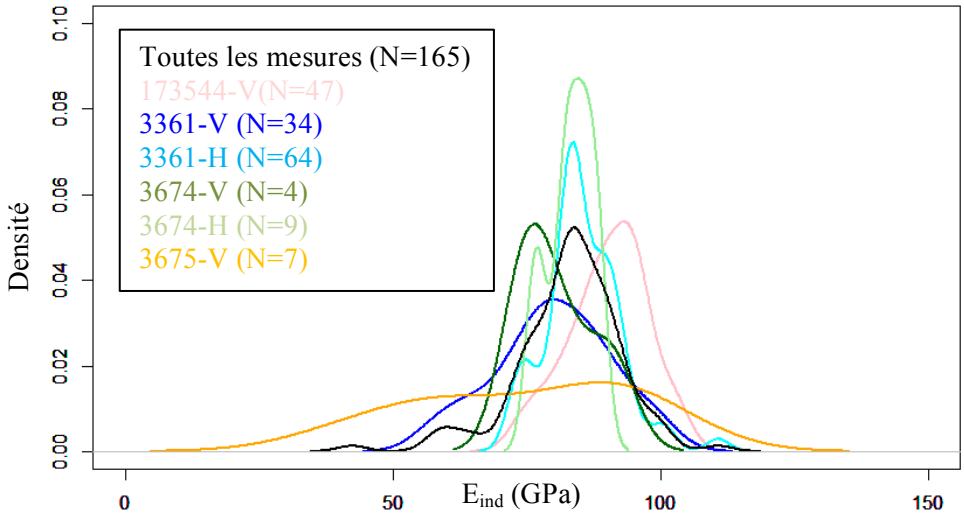


Figure 84 – Distributions des modules d'indentation de l'albite pour les différents échantillons caractérisés.

Les 144 indentations réalisées pour l'albite donnent un module d'indentation moyen de 75,4±5,5 GPa. De même que pour la mesure de quartz, le module d'indentation moyen mesuré pour l'albite est inférieur à la mesure de Whitney et al. (2007) qui est de 89±7 GPa. Malheureusement, nous n'avons pas de données de la littérature sur le module de Young et le coefficient de Poisson associés à l'orthose. Toutefois, Bass (1995) fournit les propriétés mécaniques de la microcline (minéral de composition chimique identique à l'orthose mais de système cristallin triclinique, l'orthose est monoclinique) qui permettent de calculer le module $E/(1-\nu^2)$. La valeur calculée est de 78,4 GPa et est cohérente avec la valeur moyenne de nos mesures d'indentation pour l'orthose.

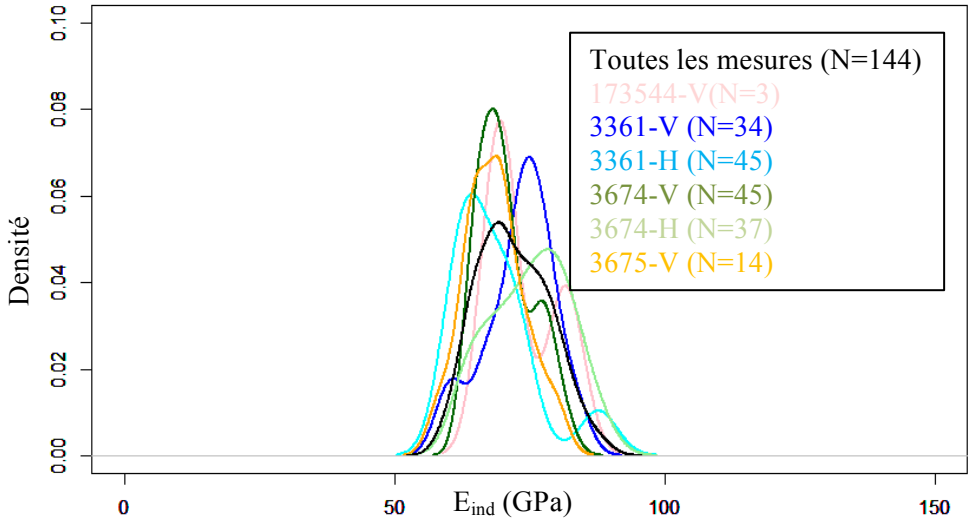


Figure 85 – Distributions des modules d'indentation de l'orthose pour les différents échantillons caractérisés.

3.3.5.3 Calcite et dolomite

Vaisblat et al. (2017) ont observé des ciments de calcite et de dolomite par cathodoluminescence. Dans notre cas, nous n'avons pas pu différencier les différents ciments et les minéraux terrigènes. Les distributions de la calcite et de la dolomite dans nos échantillons semblent aléatoires et isolées (Figure 86). Par ailleurs, des pores occlus ont été observés au sein des carbonates que ce soit pour les surfaces réalisées par polissage mécanique ou ionique (Figure 87).

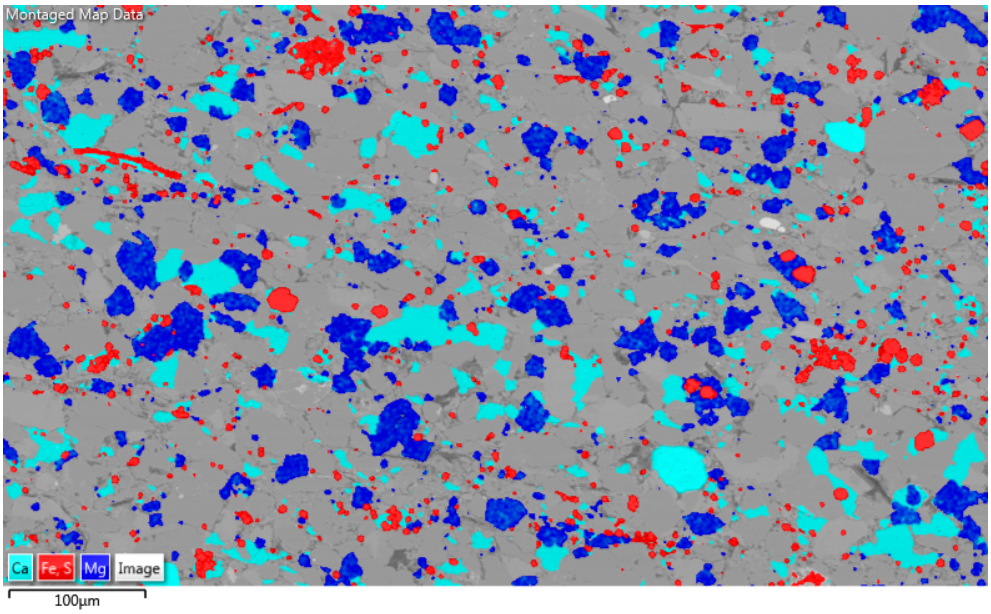


Figure 86 – Image MEB-EDS permettant d'observer la distribution de la calcite (bleu ciel), de la dolomite (bleu foncé), ainsi que de la pyrite (rouge) pour l'échantillon 173544 de la formation de Montney.

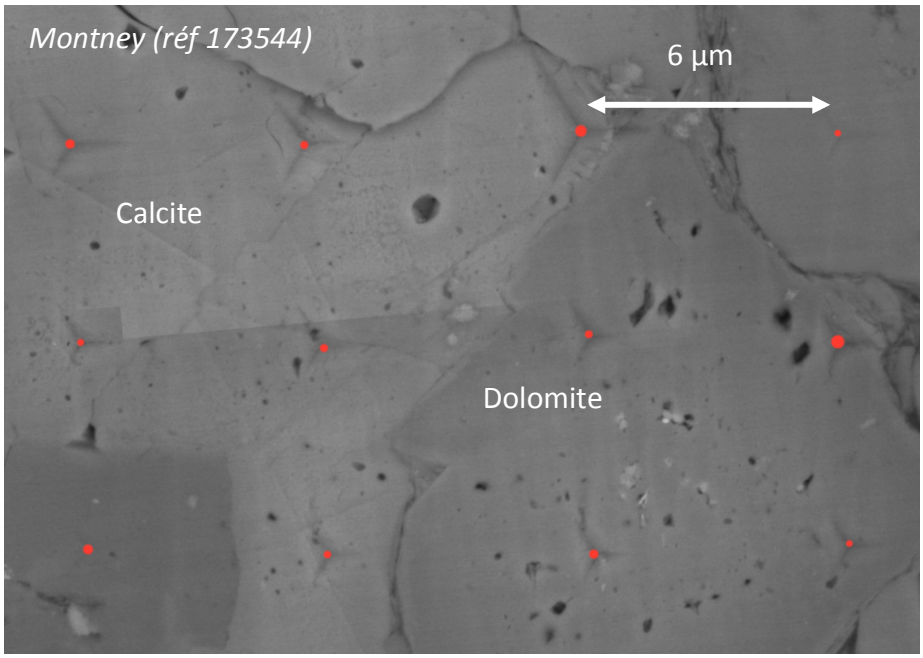


Figure 87 – Image MEB permettant d'observer la porosité occluse au sein des carbonates pour l'échantillon 173544 de la formation de Montney. Les points rouges illustrent le positionnement des empreintes d'indentations réalisées.

- Calcite

Les distributions des modules d'indentation mesurés pour la calcite sont présentées sur la Figure 88. D'après les 123 mesures réalisées, le module d'indentation moyen est de 72,6±6,3 GPa.

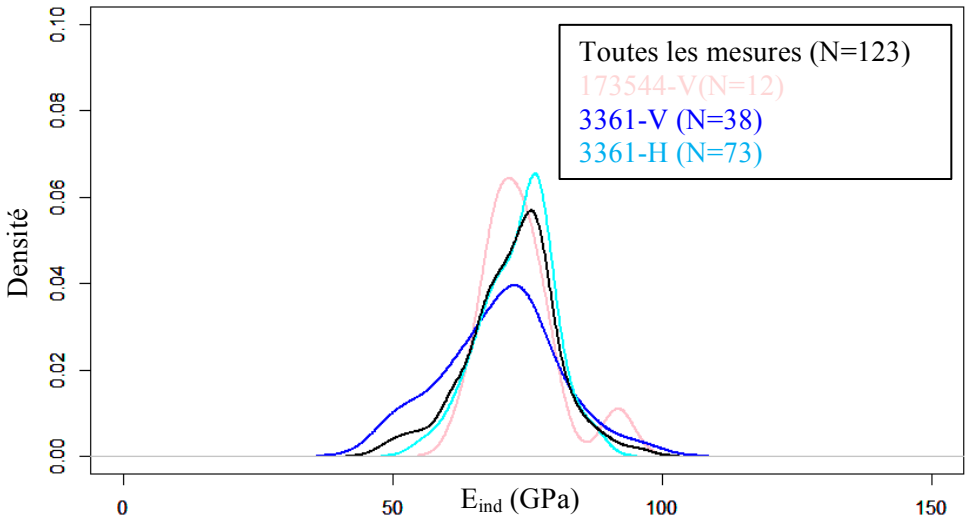


Figure 88 – Distributions des modules d'indentation de la calcite pour les différents échantillons caractérisés.

Les modules d'indentation mesurés dans la littérature sont compris entre 79 et 87±1 GPa pour Kumar et al. (2013) et entre 69 et 98 GPa pour Simmons and Wang (1971) (d'après Kumar et al. (2013)). Notre module d'indentation est dans la limite basse de la littérature.

Le module $E/(1-\nu^2)$ calculé pour les cinq couples E et ν de la calcite compilés par Mavko et al. (2009) est compris entre 83,4 et 93,9 GPa. Les propriétés mécaniques du cristal de calcite données par Bass (1995) conduisent à un module $E/(1-\nu^2)$ de 92,7 GPa. Le module d'indentation moyen de la calcite de nos échantillons est donc inférieur au module calculé à partir des propriétés mécaniques de la calcite compilées dans la littérature (Bass 1995; Mavko et al. 2009).

- Dolomite

Les distributions des modules d'indentation de la dolomite pour les différents échantillons caractérisés sont regroupées sur la Figure 89. Par rapport aux distributions obtenues pour les minéraux précédents, les mesures sont plus dispersées et le pic de distribution est moins marqué. La valeur du module d'indentation moyen pour les 531 mesures est de 110,3±11,2 GPa.

Les résultats d'essais d'indentation réalisés par Ahmadov (2011) pour la dolomite indiquent que le module d'indentation de cette phase est de 115,8 GPa, ce qui est cohérent avec la valeur moyenne mesurée ici.

Les quatre mesures regroupées dans Mavko et al. (2009) et Bass (1995) donnent un module $E/(1-\nu^2)$ compris entre 128,1 GPa et 129,4 GPa. Ces valeurs sont supérieures à la valeur moyenne mesurée dans notre étude par nanoindentation.

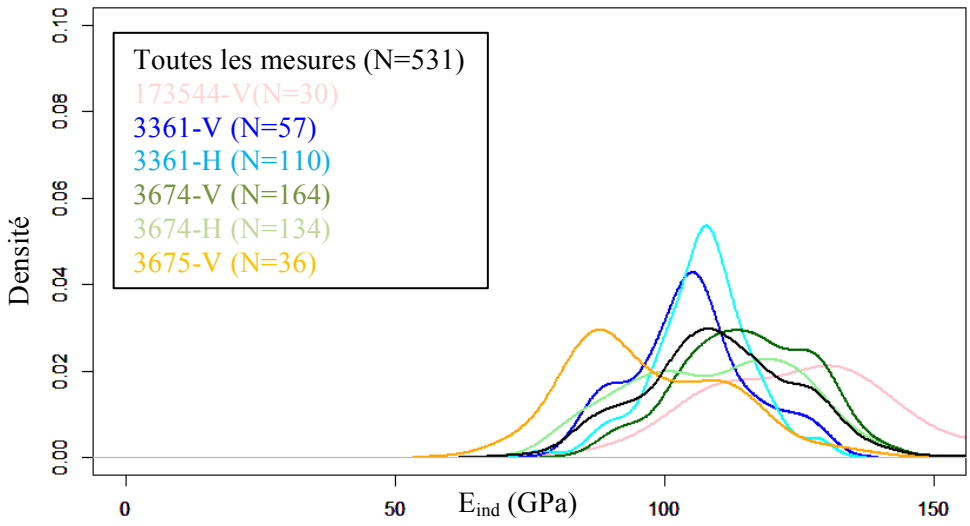


Figure 89 – Distributions des modules d'indentation de la dolomite pour les différents échantillons caractérisés.

3.3.5.4 Pyrite

Les indentations associées à de la pyrite sélectionnées pour la caractérisation de cette phase sont celles réalisées dans de la pyrite cubique. Les essais d'indentation réalisés sur de la pyrite framboïdale ont été écartés car ils correspondent à des essais mécaniques sur un composite. En effet, la pyrite framboïdale est constituée de pyrite et de porosité. Les 12 indentations sur pyrite cubique ont un module d'indentation moyen de 261,9 GPa et un écart-type de 29,0 GPa.

Les valeurs obtenues sont cohérentes avec celles mesurées par nanoindentation de la littérature : 297,0±33,0 GPa (Kumar et al. 2013), 256,7 GPa (Ahmadov 2011) ou entre 256 et 310 GPa (Simmons et Wang 1971). Les modules $E/(1-v^2)$ calculés à partir de données compilées dans Mavko et al. (2009) sont de 251,2 GPa et 299,0 GPa. D'après les propriétés du cristal de pyrite de Bass (1995), $E/(1-\nu^2)$ vaut 291,5GPa.

3.3.5.5 Muscovite

L'analyse des courbes d'indentation de la muscovite révèle que, lors de la pénétration de l'indenteur dans le matériau, celui-ci a tendance à s'enfoncer rapidement (Figure 90). Cet évènement est appelé « pop-in » et traduit la fissuration de la zone indentée (Fischer-Cripps et al. 2011). Les courbes d'indentation présentant un « pop-in » sont associées à une indentation longitudinale de la muscovite (surface verticale), c'est-à-dire que l'indenteur s'enfonce parallèlement aux feuillets de muscovite. Ces essais d'indentations ont été conservés car ils traduisent le comportement mécanique de la phase et parce que le calcul du module d'indentation est principalement basé sur la courbe de déchargement qui semble correcte. Pour autant il se peut que les modules mesurés ne correspondent pas aux propriétés de la phase (paragraphe 4.5.2.2).

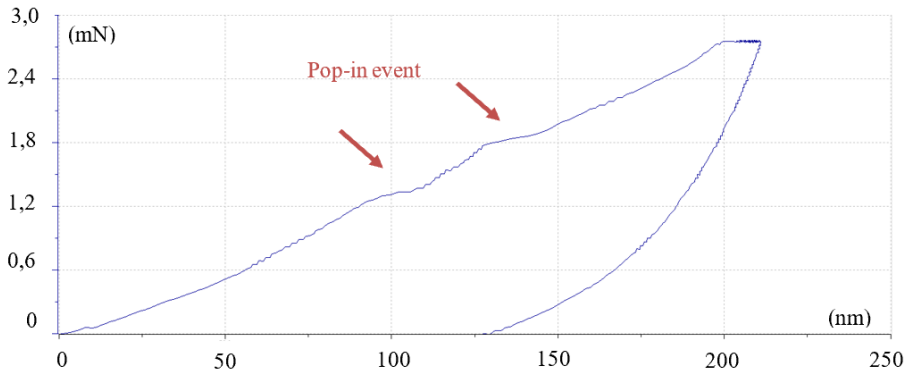


Figure 90 – Courbe d'indentation force-déplacement pour la muscovite (essai 558, échantillon 3674-V) avec phénomène de « pop-in » lors du chargement. L'indenteur s'enfonce parallèlement à l'empilement de feuillets.

Les distributions des modules d'indentation de la muscovite dépendent de l'orientation de la surface. Les surfaces préparées verticalement (perpendiculairement au plan de litage) ont un module d'indentation moyen qui vaut 65,7±14,3 GPa (N=46 mesures). Les surfaces

préparées horizontalement (parallèlement au plan de litage) ont un module d'indentation moyen qui vaut 46,2±9,3 GPa (N=44 mesures).

Le calcul du module $E/(1-\nu^2)$ à partir des mesures regroupées dans Mavko et al. (2009) fournit des valeurs assez dispersées (61,6 GPa, 82,5 GPa et 106,8 GPa). Le module $E/(1-\nu^2)$ calculé à partir des propriétés du cristal publiés dans Bass (1995) vaut 93,8 GPa. Ces valeurs sont supérieures aux modules d'indentation moyens que nous avons obtenus pour les surfaces verticales et horizontales.

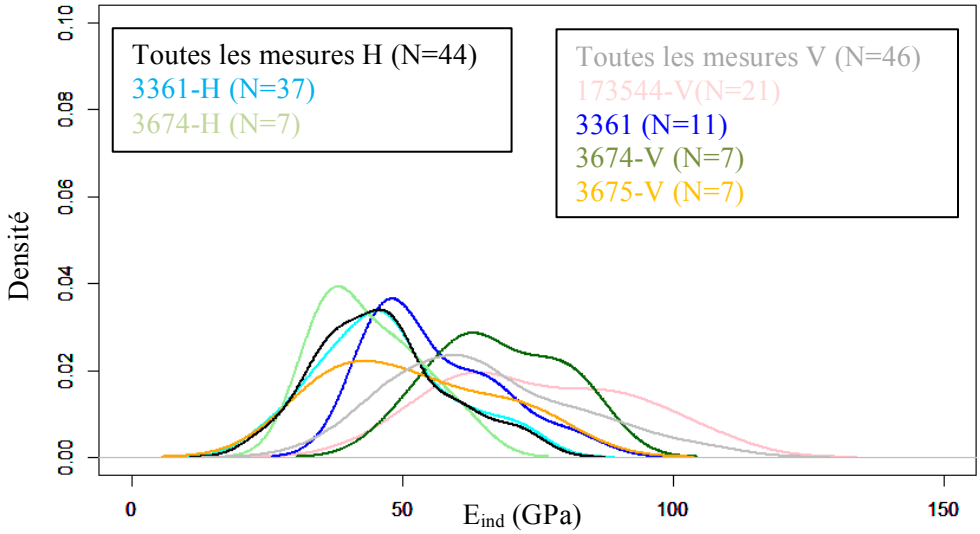


Figure 91 – Distributions des modules d'indentations de la muscovite selon l'orientation de la surface préparée.

3.3.5.6 Illite

Il est important de rappeler que la différenciation entre l'illite et la muscovite est compliquée du point de vue chimique, car ces deux phases ont des compositions minéralogiques similaires. La cartographie EDS ne permet pas de les discriminer l'une de l'autre, et leur quantification par DRX est associée à une incertitude élevée. L'approche suivie se base sur la taille des particules observées au MEB. La muscovite fait une dizaine de micromètres dans les échantillons 173544, 3674 et 3361, se distingue donc de l'agrégat argileux nettement plus petits, Mais, pour l'échantillon 3675, la muscovite a une taille similaire à celles de l'agrégat argileux (entre 400 nm et 2 µm).

Les distributions des modules d'indentation de l'argile mesurés sur les surfaces verticales et horizontales sont similaires. Les modules d'indentation moyen sont respectivement de 41,7±7,9 GPa (N=217 mesures) pour les surfaces verticales et de 37,4±7,7 GPa (N=32 mesures) pour les surfaces horizontales. Le module $E/(1-\nu^2)$ calculé à partir du module de Young et du coefficient de Poisson associés à l'illite (Mavko et al. 2009) est de 46,8 GPa et donc cohérent avec les modules d'indentation moyens mesurés.

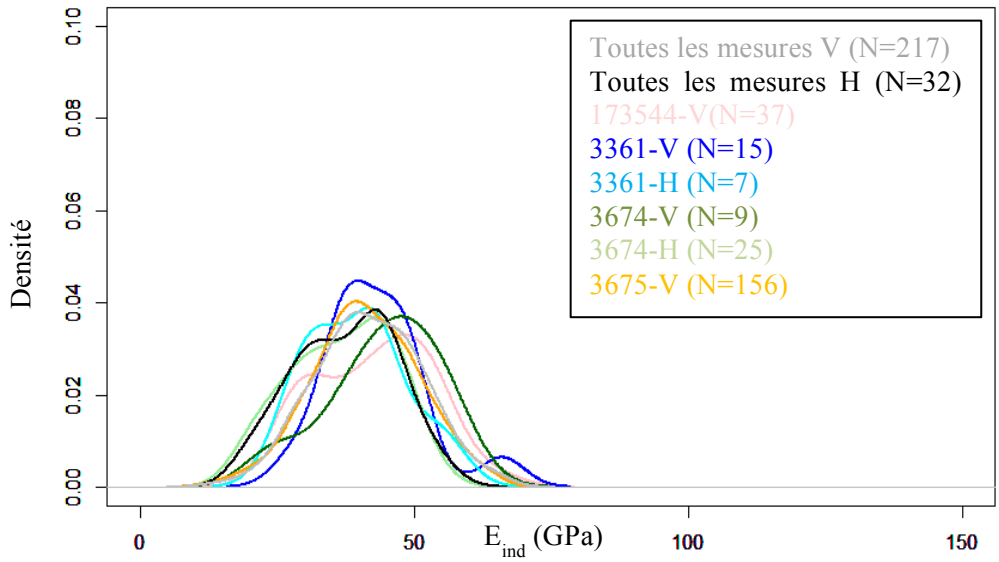


Figure 92 – Distributions des modules d'indentation de l'argile pour les différents échantillons caractérisés.

3.3.5.7 Matière organique

Les indentations réalisées dans la phase organique sont peu nombreuses, 13 au total. Ce faible nombre s'explique par : la faible teneur en matière organique des échantillons des formations Montney et Doig et une distribution dans de très petits espaces souvent en association avec des argiles. Les lentilles de matière organique sont rares et nous n'avons pas eu la chance d'indenter l'une d'entre elles. L'identification d'une zone riche en matière organique avant les essais d'indentation aurait été plus judicieuse, mais cette approche a été abandonnée à cause du dépôt de film de carbone sur la surface de l'échantillon nécessaire pour l'observation au microscope électronique.

La Figure 93 regroupe les modules d'indentation de la matière organique pour les échantillons des formations Montney et Doig, qui présentent différents niveaux de maturité. Les valeurs moyennes du module d'indentation pour la matière organique peu mature (3675), mature (173544 et 3674) et très mature (3361), sont respectivement de 13,0 GPa, 15,0 GPa et 18,2 GPa, ce qui semblerait indiquer une augmentation de la raideur de la phase organique avec la maturité. Toutefois, il est difficile de conclure à cause du faible nombre de mesures et des variations importantes pour un même état de maturité.

Les études de caractérisation des propriétés mécaniques de la matière organique par nanoindentation souvent citées dans la littérature sont celles de Zeszotarski et al. (2004) et Bennett et al. (2015), concernant des échantillons de la formation Woodford, et celles d'Ahmadov (2011), concernant des formations de Bazhenov et Lockatong. Ces essais ont été faits avec un indenteur de type Berkovich et pour des profondeurs d'indentation inférieures à 500 nm. Les résultats de ces études sont synthétisés dans le

Tableau 12.

Nos mesures sont cohérentes avec les données de la littérature. Il reste cependant difficile de conclure sur un éventuel lien entre maturité et module d'indentation (

Tableau 12).

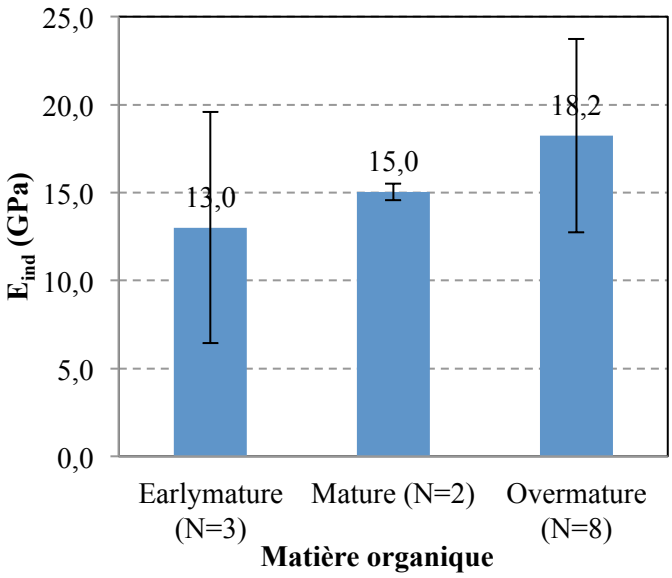


Figure 93 – Modules d'indentation de la matière organique en fonction de sa maturité. Les barres d'erreur correspondent à (E_{ind} max- E_{ind} min)/2.

Tableau 12 – Comparaison de nos mesures d'indentation de la matière organique à celles issues de la littétarture.

	Maturité	Surface	Nombre	E_{ind}^{moy} (GPa)	E_{ind}^{std} (GPa)	E_{ind}^{max} (GPa)	E_{ind}^{min} (GPa)
Zeszotarski et al. (2004)	Immature	H	40	10,5	0,7		
		V	29	10,5	1,0		
		V	49	11,1	0,6		
Bennett et al. (2015)		V		8,8	3,1		
		H		6,5			
Ahmadov (2011)				5,9			
	Très mature			11,9		11,9	
Notre étude	Peu mature	V	3	13	4,9	18,9	5,7
	Mature	V	2	15	0,5	15,5	14,6
	Très mature	V et H	8	18,2	2,8	23,7	12,7

3.4 Bilan de la caractérisation mécanique des phases

Les modules d'indentation moyens pour les différents minéraux caractérisés sont résumés dans le Tableau 13. La Figure 94 est similaire à la Figure 74 et permet de comparer l'ensemble de nos mesures avec celles de la littérature.

D'après la Figure 94, les propriétés mécaniques que nous avons mesurées pour le quartz sont similaires à celles mesurées par nanoindentation dans littérature et à celles calculées à partir des propriétés élastiques (Mavko et al. 2009). Que ce soit pour la littérature ou pour nos mesures, les propriétés mécaniques du quartz sont peu dispersées. Ces observations confirment la validité de l'approche suivie et des résultats obtenus.

Nous ne disposons pas de suffisamment de données dans la littérature pour caractériser la dispersion des propriétés mécaniques des feldspaths (albite et orthose). Pour autant, les modules d'indentation mesurés semblent cohérents avec les données de la littérature (Tableau 13, Figure 94).

Les modules d'indentation mesurés pour les carbonates (calcite et dolomite) sont inférieurs aux valeurs de la littérature. La diagénèse et la porosité occluses des carbonates sont parmi les facteurs pouvant être à l'origine des propriétés mécaniques mesurées dans cette étude.

La caractérisation des différentes phases de nos échantillons indique une réponse isotrope du quartz, des feldspaths et des carbonates. Ce résultat est cohérent avec l'aspect sphérique et la distribution aléatoire de ces minéraux dans nos échantillons détritiques.

D'après les mesures réalisées pour la muscovite, les modules d'indentation varient selon l'orientation de la surface et reflètent l'anisotropie de cette phase. L'anisotropie de l'illite est quant à elle moins affirmée. L'écart-type important sur les mesures associées à l'illite (de l'ordre de 20%), les faibles teneurs en argiles et la complexité d'indenter une zone argileuse font partie des facteurs à prendre en compte pour l'interprétation de ces mesures. Comme indiqué paragraphe 3.3.3, la qualité de la surface de l'échantillon 3675-H ne s'est malheureusement pas avérée satisfaisante pour la réalisation d'essais d'indentation qui auraient pu fournir plus d'éléments de réponse à propos de l'anisotropie des argiles.

L'échantillonnage réalisé a ciblé les zones riches en matière organique des formations Montney et Doig, mais les fractions volumiques de cette phase restent faibles pour une caractérisation adéquate par nanoindentation. La matière organique est souvent associée aux argiles et les lentilles de MO sont rares diminuant ainsi les chances d'indenter cette phase. Finalement, 13 indentations ont été réalisées (Tableau 13). Les résultats obtenus sont cohérents avec les mesures par nanoindentation de la littérature (

Tableau 12) mais présentent un écart-type élevé de 21%.

Si nous sommes parvenus à caractériser les différentes phases du matériau, l'étude d'échantillons plus riches en matière organique et en argiles aurait permis de disposer d'un plus grand nombre d'essais réalisés dans ces phases et donc une meilleure caractérisation de celles-ci.

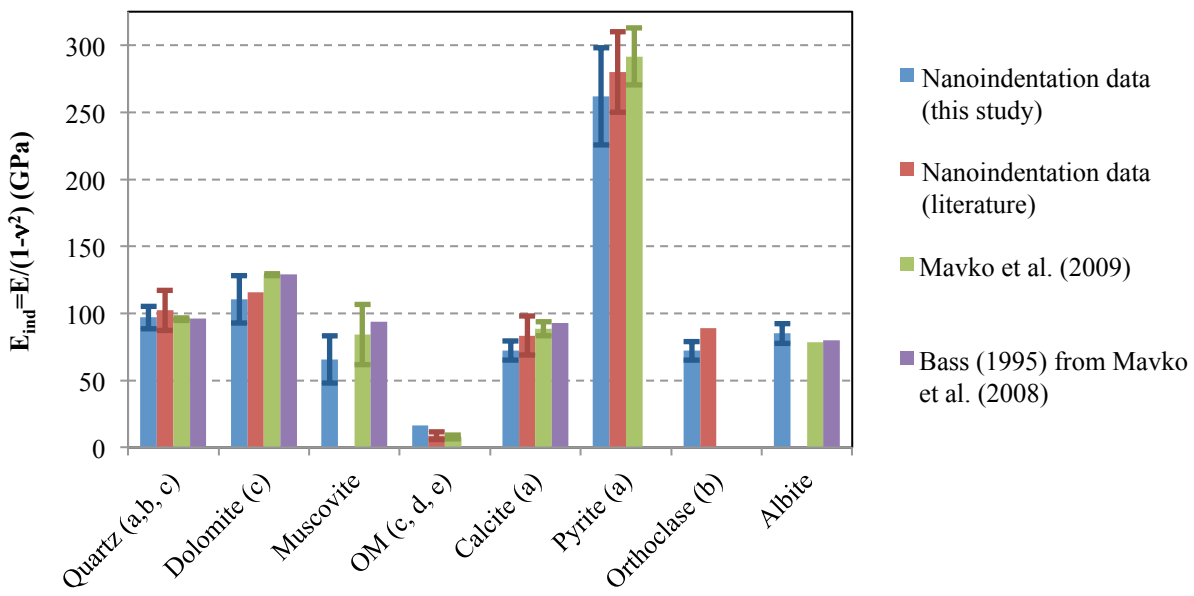


Figure 94 – Comparaison des mesures d'indentations E_{ind} avec celles de la littérature (a-Kumar et al. 2013; b-Whitney et al. 2007; c-Ahmadov, 2011; d-Zeszotarski et al., 2004; e-Bennett et al. 2015) et des valeurs de $E/(1-\nu^2)$ calculés à partir des données expérimentales collectées par Mavko et al. (2009). Les barres d'erreurs correspondent aux écarts types pour nos mesures et aux variations représentatives des mesures de la littérature ((max-min)/2).

Tableau 13 – Modules d'indentation moyens (GPa) et écarts-types (GPa et %) pour les différentes phases étudiées.

	Quartz	Albite	Orthose	Calcite	Dolomite	Muscovite Longitudinale	Muscovite Normale	Argiles	MO	Pyrite
Nombre ind	718	165	144	123	531	46	44	249	13	12
E_{ind}^{mean}	96,9	85,0	72,1	72,4	110,3	65,7	46,2	41,2	16,5	261,9
E_{ind}^{std}	7,4	7,3	5,5	6,3	11,2	14,3	9,3	7,9	3,5	29,0
Std (%)	7,6%	8,6%	7,6%	8,7%	10,2%	21,8%	20,1%	19,2%	21,2%	11,1%

4 Estimation des propriétés élastiques et de l'anisotropie : Modélisation par milieu effectif

Préambule

Dans ce chapitre, nous utilisons l'approche par milieu effectif comme outil de modélisation. Nous nous sommes focalisés sur l'estimation des propriétés élastiques et de l'anisotropie des roches mères.

Les observations et les résultats expérimentaux du Chapitre 1 et du Chapitre 2 ont été intégrés dans un premier modèle simplifié qui tient compte de la microstructure des roches mères. Une étude de sensibilité a été menée et a permis de caractériser la contribution de paramètres sensibles qui sont : les propriétés élastiques des argiles, l'aplatissement du composite argiles-MO-pores et l'introduction de fissures dans le matériau.

La caractérisation mécanique des minéraux par couplage entre les mesures de nanoindentation et les analyses MEB-EDS (Chapitre 3) a été exploitée afin de déterminer les propriétés mécaniques des différentes phases et ainsi améliorer la modélisation des propriétés des échantillons des formations Montney et Doig. Le modèle obtenu est propre aux formations Montney et Doig et tient compte de leurs spécificités.

4.1 Bases théoriques du changement d'échelle

L'approche de type milieu effectif repose sur la constitution de modèles physiques permettant d'estimer les propriétés macroscopiques d'un matériau hétérogène en fonction des propriétés microscopiques de chacun des constituants. Cette approche repose sur la notion de volume élémentaire représentatif (VER). Le VER se définit comme le plus petit volume à partir duquel une propriété mesurée ou modélisée est représentative de la propriété macroscopique. Le VER doit répondre à deux exigences :

- il doit être plus grand que chacun des constituants afin d'avoir une approche statistique correcte de l'objet étudié ;
- il doit être plus petit que la taille de la structure à homogénéiser.

4.1.1 Méthodologie de l'homogénéisation

Une fois les conditions d'échelles vérifiées, la méthodologie de l'homogénéisation est applicable. Elle comporte trois étapes successives (Zaoui 1998; Bornet et al. 2001) :

- L'étape de représentation consiste à décrire la géométrie et les caractéristiques mécaniques à l'échelle microscopique des différents éléments composant le VER ;
- L'étape de localisation détermine les relations entre le champ des variables locales (σ,ε) et les grandeurs macroscopiques équivalentes (Σ,E) ;
- L'étape d'homogénéisation permet de calculer les caractéristiques macroscopiques à partir des résultats des étapes précédentes.

4.1.2 Méthodes d'estimation

Pour le calcul du tenseur d'élasticité homogénéisé, nous utilisons l'outil GETUP (GEneric Tools for UPscaling) développé à IFPEN par Jean-François Barthélémy. Les équations d'homogénéisation développés dans GETUP reposent sur le problème d'Eshelby (Eshelby 1957).

Le problème d'Eshelby considère un milieu infini élastique caractérisé par un tenseur élastique $\mathbb{C}^0$ dans lequel est présent une inclusion. Cette inclusion est un matériau homogène caractérisé par le tenseur élastique $\mathbb{C}^I$. La résolution du problème d'Eshelby consiste à calculer la déformation dans l'inclusion ε^I en fonction du chargement **E** appliqué sur le milieu à l'infini (Figure 95). La solution du problème s'écrit :

$$\varepsilon^I = \left(\mathbb{I} + \mathbb{P} : (\mathbb{C}^I - \mathbb{C}^0)\right)^{-1} : \mathbf{E}$$

Avec $\mathbb{I}$ le tenseur identité d'ordre 4, $\mathbb{P}$ le tenseur de polarisation de Hill. Plusieurs algorithmes sont implémentés dans GETUP afin de calculer le tenseur de polarisation pour des symétries autres qu'isotrope et des formes différentes de l'ellipsoïde.

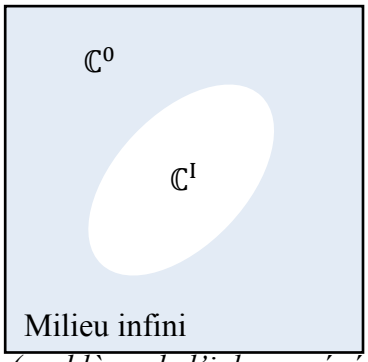


Figure 95 – Problème d'Eshelby (problème de l'inhomogénéité).

Les schémas d'homogénéisation disponibles dans GETUP incluent le schéma de Mori-Tanaka où l'inclusion est plongée dans la phase matricielle du milieu, et le schéma autocohérent où l'inclusion est plongée dans le milieu homogénéisé (Figure 96).

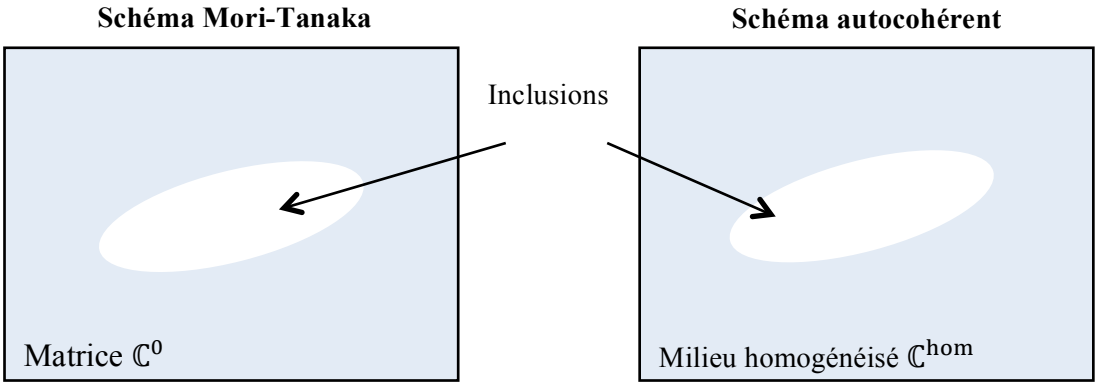


Figure 96 – Schémas d'homogénéisation disponibles dans GETUP.

Le problème de Mori-Tanaka consiste en la résolution d'un problème auxiliaire. Pour cela, il faut calculer grâce à la résolution du problème d'Eshelby la moyenne des déformations des inclusions immergées dans une matrice auxiliaire de déformation moyenne $\mathbf{E_0}$.

$$\bar{\varepsilon}^{I}_{\text{réel}} \approx \bar{\varepsilon}^{I}_{\text{aux}} = \left(\mathbb{I} + \mathbb{P} : (\mathbb{C}^I - \mathbb{C}^0)\right)^{-1} : \mathbf{E}_0$$

Le schéma de Mori-Tanaka ne tient pas compte des interactions entre les inclusions. La phase matricielle doit être clairement identifiable dans la microstructure.

Si le schéma de Mori-Tanaka est bien adapté à un milieu à matrice continue, le schéma autocohérent est adapté à une microstructure désorganisée sans réelle phase continue (phase matricielle). Pour le schéma autocohérent, chaque inclusion est entourée par d'autres inclusions. Au niveau mécanique, le problème à considérer consiste donc en une inclusion entourée par les autres phases et donc par le milieu homogénéisé (Figure 96). Il s'agit d'un calcul itératif.

La déformation loin de l'inclusion est notée $\mathbf{E}_0$. Grâce à la solution du problème d'Eshelby, la déformation moyenne dans l'inclusion est donnée par :

$$\bar{\varepsilon}^{\mathrm{I}} = \left(\mathbb{I} + \mathbb{P}^{\mathrm{AC}} : (\mathbb{C}^{\mathrm{I}} - \mathbb{C}^{\mathrm{AC}})\right)^{-1} : \mathbf{E}_0$$

Le schéma autocohérent présente une percolation à 50% de porosité.

4.2 Approche milieu effectif pour les roches mères

La structure multi-échelle des roches mères et le modèle microstructural mis en place imposent la réalisation de deux homogénéisations successives afin d'estimer les propriétés élastiques du matériau à l'échelle d'un échantillon de laboratoire. Deux volumes élémentaires représentatifs imbriqués ont été définis afin de prendre en compte les différentes hétérogénéités du milieu.

Le premier VER est associé à l'échelle 2 (paragaphe 1.5, Figure 21) et correspond à l'assemblage de la matière organique, des pores et des argiles (agrégats d'argiles plus ou moins orientées). Les propriétés du composite sont obtenues grâce à l'homogénéisation des propriétés des argiles, des pores et de la matière organique (Figure 97).

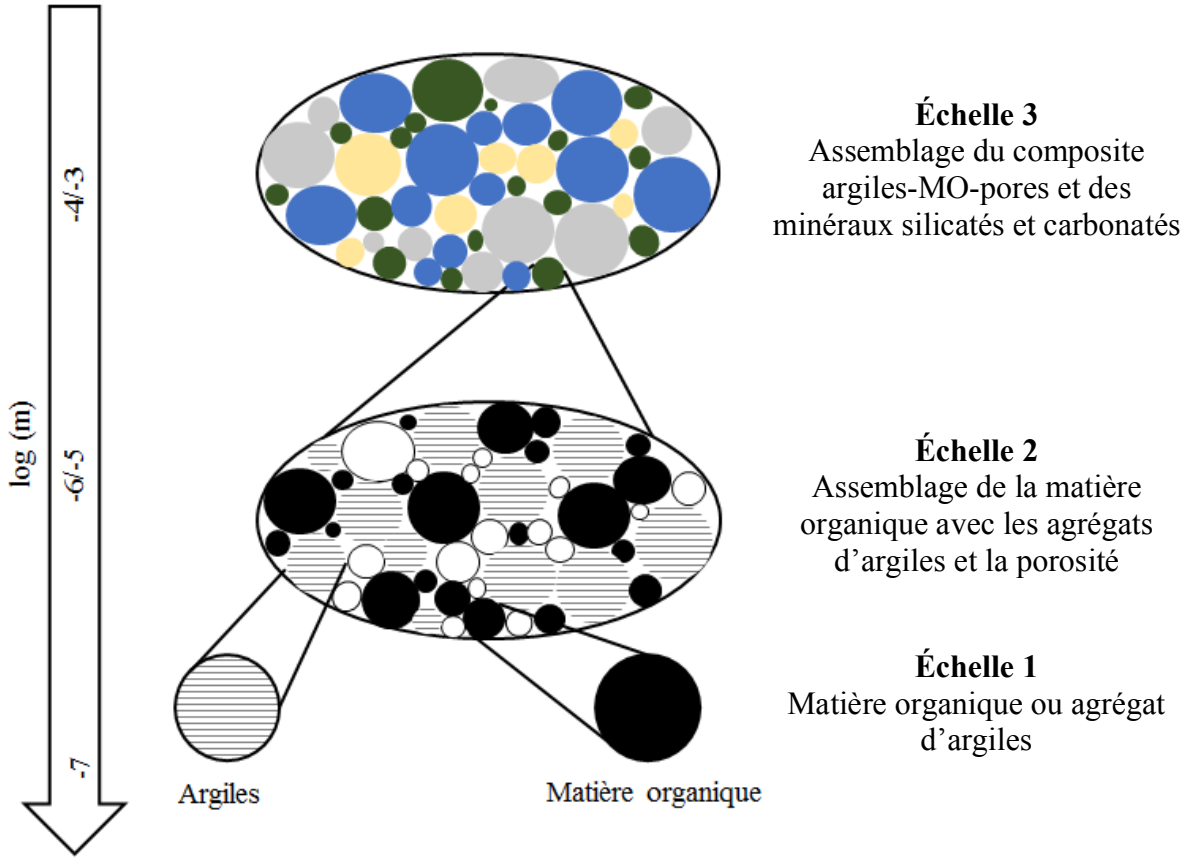


Figure 97 – Modèle représentant les composants et les phases homogénéisées constituant une roche mère selon l'échelle d'observation.

Le second VER est associé à l'échelle 3 (paragraphe 1.5, Figure 21) et correspond à l'assemblage du composite argiles-MO-pores et des minéraux silicatés et carbonatés. Les propriétés du matériau sont obtenues à l'issue d'une seconde homogénéisation des propriétés du composite argiles-MO-pores et des minéraux (Figure 97).

Comme expliqué précédemment, l'approche de type milieu effectif est basée sur les propriétés de chacun des constituants. Les propriétés nécessaires pour la modélisation de chaque phase sont : la géométrie, l'orientation, la fraction volumique et les propriétés élastiques.

Les données concernant la géométrie et l'orientation des phases découlent des observations par microscopie électronique. Les fractions volumiques des phases sont obtenues grâce à la combinaison de différentes analyses : l'analyse DRX pour quantifier les phases minéralogiques, l'analyse Rock-Eval pour quantifier la matière organique et la mesure de porosité pour la fraction de pores.

4.2.1 Modélisation des constituants des roches mères

- Argiles

Les argiles ont une structure multi-échelle (paragraphe 1.2.2). L'unité principale est le feuillet argileux, l'empilement de plusieurs feuillets conduisant à la formation d'une particule argileuse. Les propriétés mécaniques du feuillet ou de la particule argileuse sont déterminées grâce à la modélisation moléculaire (Katti et al. 2005; Mazo et al. 2008; Ebrahimi et al. 2012). Dans notre modèle, la phase argileuse modélisée correspond à l'agrégat d'argiles plus ou moins ordonnées.

Selon le modèle de milieu effectif envisagé, les argiles peuvent être modélisées comme étant soit isotropes transverses, soit isotropes. Le comportement isotrope transverse des argiles est représenté par une phase sphérique orientée parallèlement au litage et avec des propriétés mécaniques isotropes transverses. Le comportement isotrope des argiles peut être obtenu grâce à une distribution spatiale d'orientation aléatoire d'une phase sphérique avec des propriétés isotropes transverses ou en représentant les argiles comme une phase sphérique avec des propriétés mécaniques isotropes.

- Porosité

Les observations par microscopie électronique de la porosité montrent que cette phase ne présente pas d'aplatissement spécifique. Les pores sont donc modélisés comme des phases sphériques avec des propriétés mécaniques isotropes. Comme les pores peuvent être saturés par de la saumure, de l'huile et/ou du gaz, leurs propriétés mécaniques seront affectées par la nature des fluides les saturant.

- Matière organique

La matière organique est communément considérée comme isotrope (Vernik et Landis 1996; Carcione 2000; Mavko et al. 2009). Elle est représentée dans le modèle comme une phase sphérique avec des propriétés mécaniques isotropes. D'après les observations par microscopie

électronique, la matière organique peut être poreuse. Il est possible de modéliser ces observations en considérant une porosité au sein de la matrice organique.

- Composite argiles-MO-pores

Le composite argiles-MO-pores correspond à l'échelle 2. Comme la matière organique et les pores sont considérés isotropes, le comportement mécanique du composite dépendra de la symétrie des argiles. Si les argiles sont modélisées comme une phase ayant une symétrie isotrope traverse, le composite le sera également.

- Autres minéraux

Les minéraux ont une taille de quelques dizaines de micromètres (Figure 97) et correspondent donc à l'échelle du composite argiles-MO-pores (échelle 2). Dans notre modèle, les minéraux sont considérés comme des phases sphériques et isotropes. L'homogénéisation des minéraux avec le composite permet de calculer les propriétés mécaniques de l'échelle 3.

4.2.2 Modèle simplifié

Le modèle simplifié vise à estimer les propriétés élastiques des roches mères afin de les comparer aux mesures pétroacoustiques réalisées en laboratoire. Les simplifications du modèle sont les suivantes :

- négliger l'influence de la porosité organique ;
- considérer que la muscovite est isotrope et qu'elle ne contribue pas à l'anisotropie des roches mères ;
- modéliser les minéraux silicatées (muscovite compris) comme étant du quartz.

Le modèle simplifié se base sur les propriétés des phases décrites précédemment et résumées dans le Tableau 14. La phase argileuse est modélisée avec une symétrie isotrope transverse et est donc la source de l'anisotropie macroscopique du modèle.

Comme expliqué précédemment, deux homogénéisations successives sont nécessaires afin d'estimer les propriétés des roches mères : une première homogénéisation permettant de calculer les propriétés du composite argiles-MO-pores (échelle 2), une seconde homogénéisation permettant d'estimer les propriétés du matériau (échelle 3). Le choix du schéma d'homogénéisation se fait d'après la microstructure associée à chaque échelle. L'assemblage des argiles-MO-pores est très complexe et il n'est pas possible d'identifier une phase matricielle d'après la microstructure (échelle 2). Le schéma le plus adapté pour cette première homogénéisation est donc le schéma autocohérent. L'assemblage du composite argiles-MO-pores et des minéraux permet d'envisager deux possibilités pour la seconde homogénéisation :

- soit la phase argiles-MO-pores est une phase matricielle et les minéraux silicatés et carboantés sont des inclusions, ce qui conduit à adopter le schéma de Mori-Tanaka ;

- soit la phase argiles-MO-pores contribue de manière similaire aux minéraux silicatés et carbonatés à la microstructure du matériau (échelle 3), ce qui conduit à adopter le schéma autocohérent.

Tableau 14 – Synthèse des propriétés des composants et du composite argiles-MO-pores pour le modèle simplifié.

Echelles	Phases	Symétrie	Orientation	Géométrie
Echelle 2 → 3	Quartz	Isotrope	Aléatoire	Sphérique
	Calcite	Isotrope	Aléatoire	Sphérique
	Dolomite	Isotrope	Aléatoire	Sphérique
	Composite	Isotrope Transverse	Parallèle au litage	Sphérique
Echelle 1 → 2 *(composite argiles-MO-pores)*	Porosité	Isotrope	Aléatoire	Sphérique
	Argiles	Isotrope Transverse	Parallèle au litage	Sphérique
	MO	Isotrope	Aléatoire	Sphérique

4.3 Application du modèle simplifié

4.3.1 Formations retenues de la base de données

Les échantillons de la base de données sélectionnés pour la modélisation sont ceux dont les fractions volumiques des différentes phases et les mesures pétroacoustiques sont disponibles. Les échantillons retenus sont les échantillons étudiés par Sone (2012) ; Abousleiman et al. (2007) et Bobko (2008) et appartenant aux formations Barnett, Haynesville, Fort St John (Sone 2012) et Woodford (Abousleiman et al. 2007) (paragraphe 2.3.1). Les échantillons de la formation Eagle Ford (Sone 2012) présentent des éléments figurés qui ont conduit à les écarter car nécessitant une modélisation spécifique. Comme les données publiées par Sone (2012) regroupent la calcite et la dolomite en une seule phase « carbonates » pouvant représenter 50% du volume de la roche, il était nécessaire de contraindre la minéralogie de cette phase. D'après la littérature, la phase « carbonates » correspond à 65,5%vol de calcite et 34,5%vol de dolomite pour les échantillons de la formation Barnett (Kale et al. 2013)) et majoritairement à de la calcite pour les échantillons de la formation Haynesville (Hammes et Frébourg 2012). Les échantillons de la formation Fort St John (Sone 2012) sont pauvres en carbonates (moins de 4% vol), nous les avons considérés comme étant majoritairement composés de calcite.

4.3.2 Propriétés des phases

4.3.2.1 Propriétés élastiques des argiles

Les propriétés élastiques des argiles sont difficiles à mesurer directement. Leurs propriétés sont généralement calculées à partir de mesures pétroacoustiques par inversion. Dans ce paragraphe, nous présentons les approches et les propriétés des argiles publiées dans la bibliographie (Tableau 15).

L'étude d'Ortega et al. (2007) a permis de calculer des propriétés élastiques transverses pour la phase argileuse grâce à une inversion à partir de mesures pétroacoustiques réalisées sur huit échantillons de roches couvertures de différentes compositions argileuses (mélange de Kaolinite, Illite/Smectite et autres). Le schéma d'homogénéisation utilisé est le schéma autocohérent.

Sayers (2005) et Bayuk et al. (2007) se sont basés sur des mesures pétroacoustiques réalisées sur un échantillon de la formation couverture de Greenhorn par Jones et Wang (1981). Sayers (2005) propose des valeurs de modules élastiques pour les argiles de la formation Greenhorn, mais ne détaille pas la méthodologie utilisée (Tableau 15). Bayuk et al. (2007) effectuent une inversion à partir d'un modèle de type milieu effectif (Tableau 15).

Tableau 15 – Propriétés élastiques isotropes transverses des argiles.

	Approche utilisée	C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{13} (GPa)	C_{33} (GPa)	C_{44} (GPa)
Ortega et al. (2007)	Inversion des propriétés de la phase argileuse à partir de données pétroacoustiques obtenues sur des roches de couvertures en utilisant un schéma autocohérent pour l'approche milieu effectif.	44,9	21,7	18,1	24,2	3,7
Bayuk et al. (2007)	Utilisation des mesures pétroacoustiques de la formation Greenhorn (Jones et Wang 1981) afin d'inverser les propriétés de la phase argileuse à partir d'une approche type milieu effectif.	23,7	12,3	3,1	8,5	0,8
Sayers (2005)	Proposition de modules élastiques pour les argiles de la formation Greenhorn (Jones et Wang 1981). Méthodologie non détaillée.	40,0	14,0	9,0	16,8	2,7

Les mesures pétroacoustiques de l'échantillon de la formation Greenhorn réalisées par Jones et Wang (1981) ont aussi été utilisées par Ortega et al. (2007) afin de valider leurs propriétés élastiques des argiles (Tableau 15). La validation des coefficients élastiques calculés par Ortega et al. (2007) s'est avérée satisfaisante, sauf pour les coefficients élastiques C_{33} et C_{44}

avec respectivement 56% et 137% d'erreur sur l'estimation des valeurs mesurées par Jones et Wang (1981).

4.3.2.2 Propriétés élastiques des pores

Pour rappel, les essais pétroacoustiques que nous avons réalisés ont été conduits sur des échantillons des formations Montney et Doig tels qu'ils ont été reçus. Nous proposons d'effectuer des modélisations à l'état sec, correspondant à une saturation de la porosité en gaz, car les mesures pétroacoustiques de Sone (2012) ont été réalisées sur des échantillons mature à très mature également testés tels qu'ils ont été reçus. Les conditions de saturation des échantillons lors des mesures pétroacoustiques d'Abousleiman et al. (2007) ne sont pas décrites. Les estimations faites via le modèle simplifié pour des échantillons saturés en saumure (propriétés des pores correspondant à K=2,3 GPa, G=0 GPa) et pour des échantillons saturés en gaz ne permettent pas de contraindre l'état de saturation effectif lors de l'essai. La porosité a été considérée comme saturée en gaz.

4.3.2.3 Propriétés élastiques de la matière organique

Les propriétés de la matière organique de la littérature sont cohérentes entre elles (Vernik et Nur 1992; Blangy 1992; Bandyopadhyay 2009; Carcione et al. 2011). Dans ce paragraphe on présentera seulement l'approche utilisée par Vernik and Nur (1992) et Bandyopadhyay (2009) (Tableau 16).

Les vitesses des ondes P et S de la matière organique proposées par Vernik et Nur (1992) ont été estimées pour des échantillons de la formation Bakken. Ces vitesses correspondent aux données d'entrées du modèle de Backus (Backus 1962) permettant d'estimer au mieux les mesures pétroacoustiques de Vernik et Nur (1992). Bandyopadhyay (2009) a utilisé les mêmes mesures pétroacoustiques de la formation Bakken, mais a réalisé une inversion basée sur une approche de milieu effectif en utilisant un schéma différentiel (Tableau 16). Les deux modèles (Vernik et Nur (1992) et Bandyopadhyay (2009)) sont constitués de deux phases : « pure shale » et matière organique. La phase « pure shale » de Vernik et Nur (1992) correspond à de l'illite dont les propriétés sont les suivantes : C_{11}=85,6 GPa, C_{33}=65,5 GPa, C_{66}=29,7 GPa et C_{44}=24,6 GPa (Vernik et Liu 1997). Les propriétés de la phase « pure shale » de Bandyopadhyay (2009) ne sont pas explicitées.

Tableau 16 – Propriétés élastiques de la matière organique

	Approche utilisée	ρ (g/cm^3)	Vp (km/s)	Vs (km/s)	K (GPa)	G (GPa)
Vernik and Nur (1992)	Proposition de vitesses pour la méthode moyenne de Backus (Backus 1962).	1,25	2,8	1,6	5,5	3,2
Bandyopadhyay (2009)	Inversion à partir des mesures pétroacoustiques de la formation Bakken de Vernik et Nur (1992); Vernik et Landis (1996). Utilisation d'un schéma différentiel pour l'approche milieu effectif.	1,25	2,6	1,6	4,5	3,0

4.3.2.4 Propriétés du modèle

Les propriétés élastiques des différentes phases sont regroupées dans le Tableau 7. Les modules élastiques du quartz, de la calcite et de la dolomite sont issus de la compilation de Mavko et al. (2009).

Les propriétés élastiques de la MO présentent peu de variabilité et les valeurs retenues sont celles de Vernik et Nur (1992). Les coefficients élastiques de la littérature pour les argiles (Tableau 15) varient fortement selon le modèle et les données pétroacoustiques utilisées pour l'inversion. Les coefficients élastiques retenus pour notre modèle sont ceux d'Ortega et al. (2007). Ce choix est basé sur la méthodologie suivie par Ortega et al. (2007) afin de calculer les propriétés élastiques des argiles. Nous avons également réalisé des calculs avec les coefficients de Bayuk et al. (2007) et de Sayers (2005), ceux-ci sont regroupés dans l'Annexe 10 et l'Annexe 11.

Tableau 17 – Propriétés des phases du modèle simplifié.

Schéma homogénéisation	Phases	Symétrie	Orientation	Géométrie	K	G	C11	C12	C13	C33	C44	Sources
					GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	
Echelle 2 → 3 : Autocohérent ou Mori-Tanaka	Quartz	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	37,9	44,3	-	-	-	-	-	Mavko et al. (2009)
	Calcite	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	76,8	32	-	-	-	-	-	
	Dolomite	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	94,9	45	-	-	-	-	-	
	Composite	Isotrope	Parallèle au litage	Sphérique	-	-	-	-	-	-	-	
Echelle 1 → 2 : Autocohérent	Porosité	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	0	0	-	-	-	-	-	
	Argiles	Isotrope	Parallèle au litage	Sphérique	-	-	44,9	21,7	18,1	24,2	3,7	Ortega et al. (2007)
	MO	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	5,5	3,2	-	-	-	-	-	Vernik et Landis (1996)

4.3.3 Résultats des modélisations

4.3.3.1 Estimation des vitesses

L'estimation des vitesses des échantillons a été faite en utilisant les schémas suivants :

- le schéma autocohérent pour la première homogénéisation (échelle 1 → 2) ;
- le schéma autocohérent (AC) ou Mori-Tanaka (MT) pour la seconde homogénéisation (échelle 2 → 3).

Les résultats des estimations pour la base de données sont comparés aux mesures de vitesses en laboratoire (Figure 98). L'utilisation du schéma MT conduit à une sous-estimation des mesures de vitesses réalisées en laboratoire, alors que le schéma AC permet plus ou moins de les estimer.

Les vitesses calculées par homogénéisation pour les échantillons des formations Montney et Doig sont comparées aux vitesses mesurées en laboratoire (Figure 100). Contrairement aux autres formations étudiées, l'utilisation du schéma MT semble conduire à une meilleure reproduction des vitesses mesurées au laboratoire.

4.3.3.2 Comparaison des microstructures

L'utilisation du schéma AC représenterait une phase composite et des minéraux silicatés et carbonatées distribués dans le matériau sans présenter de continuité particulière. La microstructure associée serait celle imagée dans la Figure 99, qui correspond à un échantillon de Barnett riche en matière organique (TOC = 8,8%) et en phyllosilicates (illite + muscovite + chlorite = 32%m). L'utilisation du schéma MT représenterait une phase composite apportant de la souplesse en enrobant les autres minéraux comme l'illustre la Figure 101, qui correspond à un échantillon de la formation Montney.

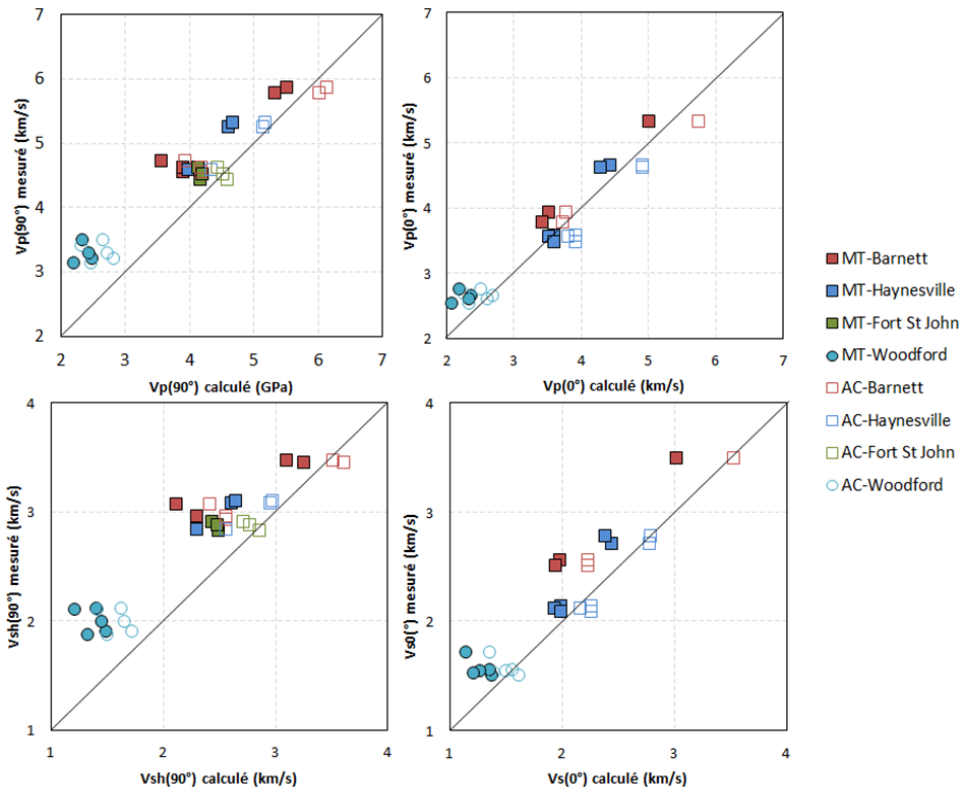


Figure 98 – Comparaison des vitesses calculées par homogénéisation aux vitesses mesurées sur des échantillons des formations Barnett, Haynesville, Fort St John (Sone 2012) et Woodford (Abousleiman et al. 2007; Bobko 2008). Les puces colorées correspondent à une seconde homogénéisation selon le schéma MT. Les puces à fond blanc correspondent à une seconde homogénéisation selon le schéma AC.

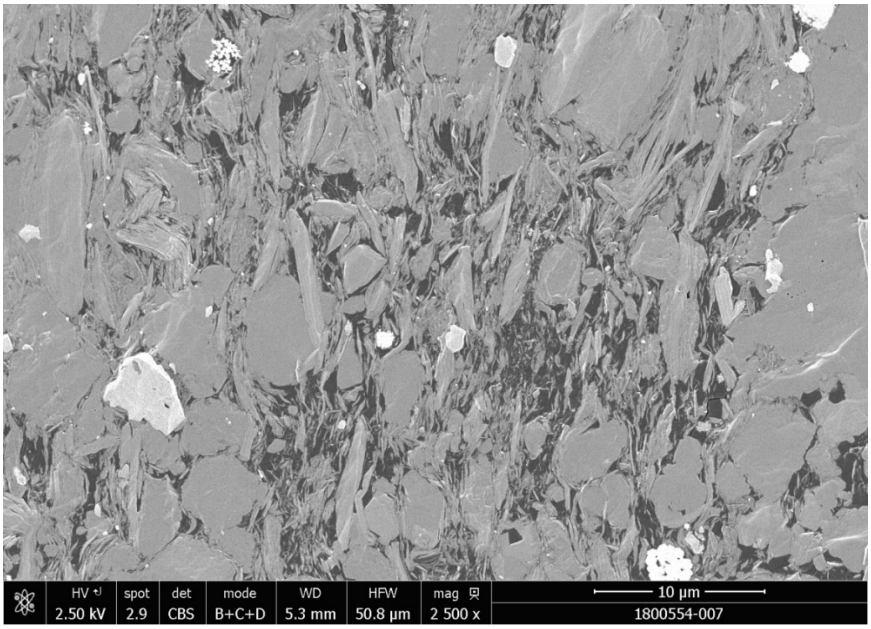


Figure 99 – Image d'un échantillon de la formation Barnett (échantillon 173554 geochim, image réalisée par Cherfallot).

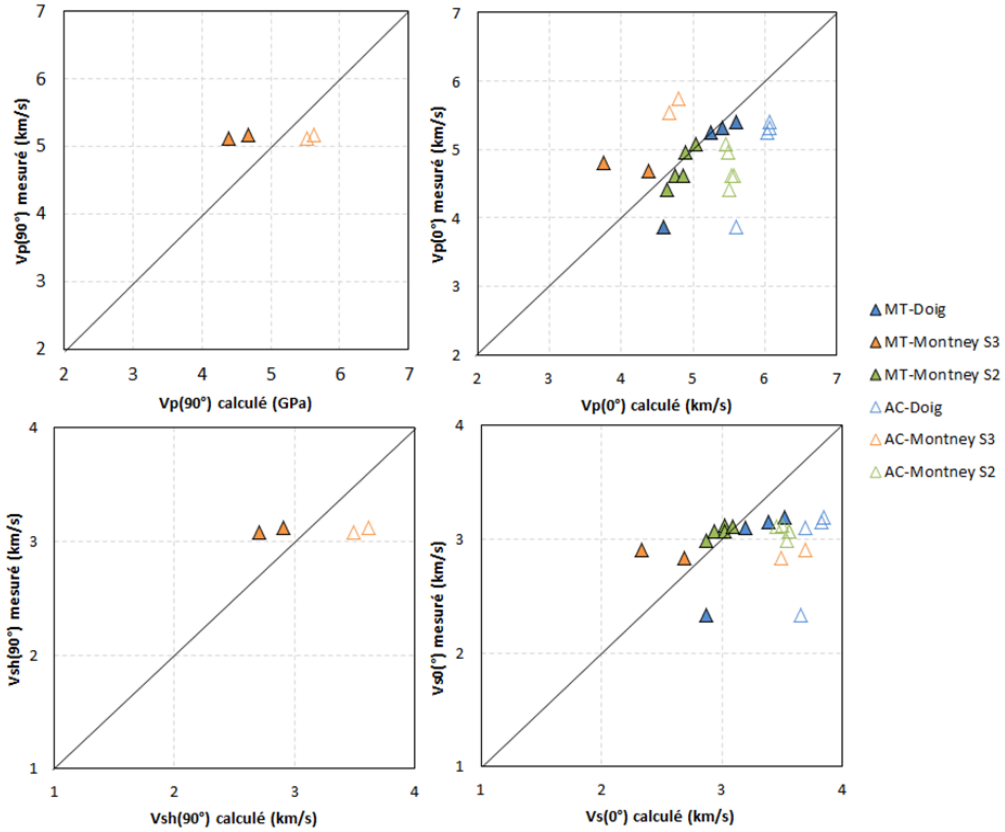


Figure 100 – Comparaison des vitesses calculées par homogénéisation aux vitesses mesurées sur des échantillons des formations Montney et Doig. Les puces colorées correspondent à une seconde homogénéisation selon le schéma MT. Les puces à fond blanc correspondent à une seconde homogénéisation selon le schéma AC.

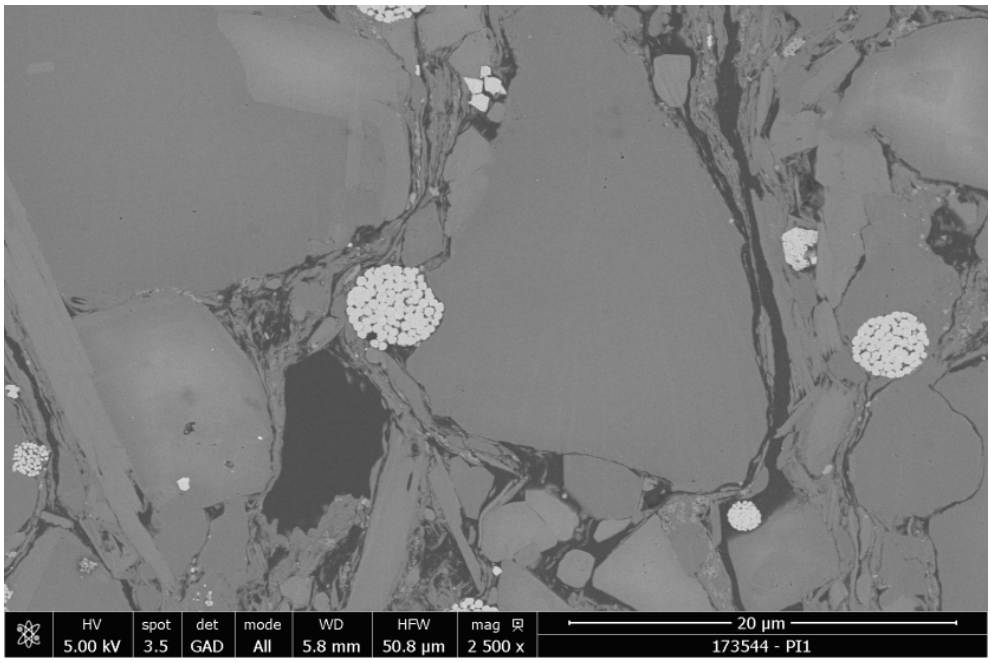


Figure 101 - Image d'un échantillon de la formation Montney (échantillon 173544 geochim).

4.3.3.3 Estimation de l'anisotropie

Malgré les simplifications apportées (paragraphe 4.2.2) et l'utilisation des coefficients élastiques de la littérature (paragraphe 4.3.2) pour modéliser les différentes phases, le modèle simplifié, appliqué à nos échantillons ainsi qu'à ceux de la base de données, semble permettre une première estimation des mesures de vitesses (Figure 98 et Figure 100). Cependant, la comparaison des paramètres d'anisotropie calculés par homogénéisation aux paramètres d'anisotropie calculés à partir des mesures indique que l'anisotropie du milieu est sous-estimée, notamment pour les échantillons riches en argiles dont les paramètres d'anisotropie mesurés sont élevés (Figure 102).

Les calculs présentés sur la Figure 98 et la Figure 102 ont été refaits en utilisant les propriétés élastiques des argiles de Bayuk et al. (2007) et de Sayers (2005) comme données d'entrées du modèle. Les résultats regroupés en Annexe 10 et Annexe 11 montrent que l'utilisation d'autres propriétés élastiques que celles d'Ortega et al. (2007) ne permet pas non plus de reproduire l'anisotropie des roches mères.

D'après les observations ci-dessus, il se peut que les propriétés élastiques des argiles de la littérature ne reflètent pas entièrement l'anisotropie de cette phase. Il se peut également que les roches mères présentent des sources d'anisotropie autres que les propriétés élastiques des argiles et que nous n'avons pas intégrées à notre modèle simplifié.

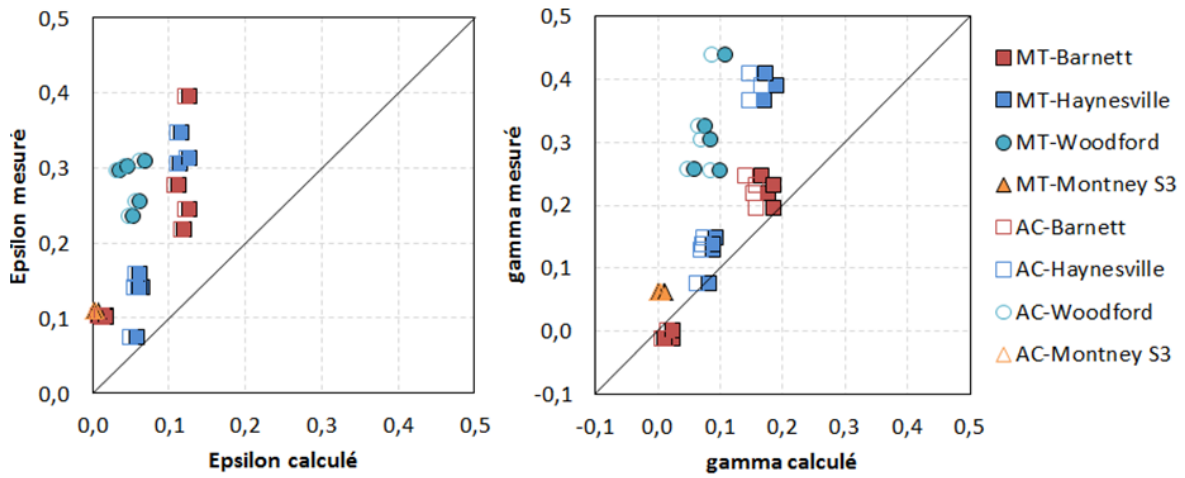


Figure 102 – Comparaison des paramètres d'anisotropie calculés par homogénéisation à ceux calculés à partir de mesures expérimentales pour différentes formations. Les puces colorées correspondent à une seconde homogénéisation selon le schéma MT. Les puces à fond blanc correspondent à une seconde homogénéisation selon le schéma AC.

4.4 Etude de sensibilité

Une étude de sensibilité a été réalisée afin de mieux appréhender les paramètres clés du modèle. L'étude s'est intéressée tout d'abord à la phase argileuse et à son influence sur l'anisotropie du matériau. Puis, nous avons étudié l'impact du rapport d'aspect et de l'orientation du composite argiles-MO-pores pour les échantillons pauvres et riches en argiles. Enfin, nous avons introduit une nouvelle phase qui correspond à des fissures.

4.4.1 Anisotropie des argiles

Les argiles correspondent à l'unique source d'anisotropie de notre modèle simplifié. Comme rappelé au paragraphe 4.3.3.3, les roches ayant des fractions volumiques élevées en argiles, telles que les formations Barnett, Haynesville (Sone 2012) et Woodford (Abousleiman et al. 2007; Bobko 2008), présentent une anisotropie plus marquée.

Afin d'investiguer le rôle que jouent les argiles dans l'anisotropie de notre modèle simplifié, nous avons calculé les paramètres d'anisotropie en fonction de la fraction volumique en argiles et des propriétés élastiques utilisées pour leur modélisation. La roche modélisée a des fractions volumiques d'argiles qui varient entre 3 et 60%vol au détriment de la fraction volumique de quartz qui varie entre 82 et 25%vol. Les fractions volumiques de la MO et de la porosité sont constantes et valent respectivement 10%vol et 5%vol. Comme précédemment, le premier niveau d'homogénéisation a été réalisé selon le schéma AC, alors que la seconde homogénéisation a été faite soit selon le schéma MT, soit selon le schéma AC.

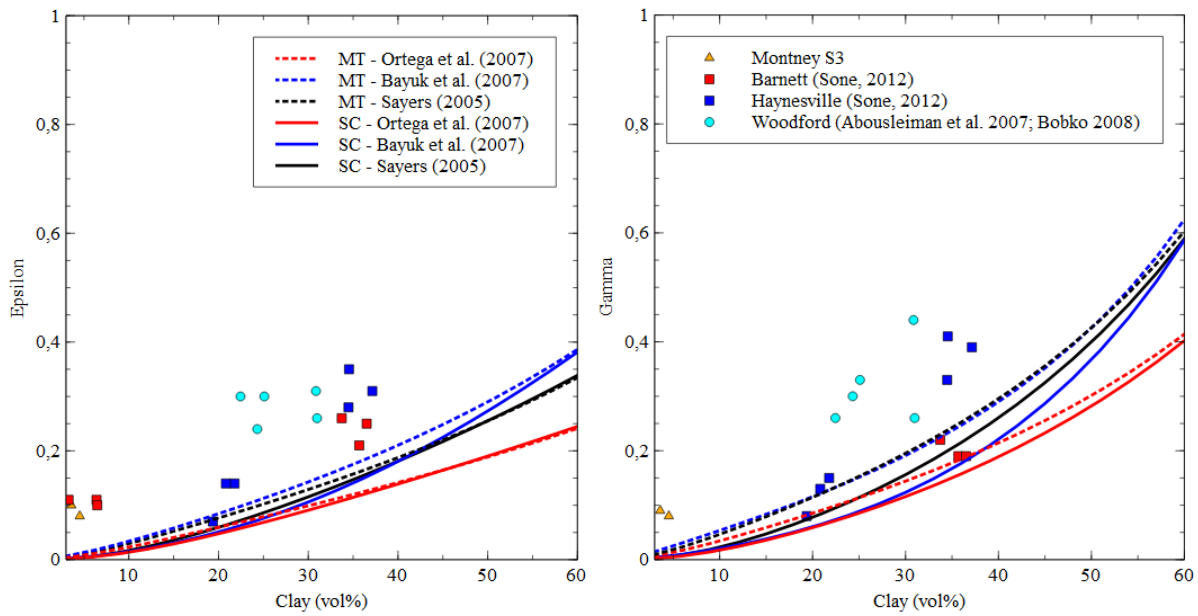


Figure 103 – Estimations des paramètres d'anisotropie en fonction de la fraction volumique en argiles et des propriétés élastiques utilisées pour leur modélisation. Les traits discontinus correspondent à une seconde homogénéisation selon le schéma MT. Les traits continus correspondent à une seconde homogénéisation selon le schéma AC.

Les résultats sont synthétisés sur la Figure 103. La tendance globale que nous avons observée dans le Chapitre 2 (Figure 56) montrant une augmentation de l'anisotropie avec l'augmentation de la fraction volumique des argiles est vérifiée. Comme attendu, les paramètres d'anisotropie obtenus par modélisation sont sous-estimés par rapport aux mesures (résultat du paragraphe 4.3.3.3). Les modélisations utilisant les propriétés élastiques des argiles de Bayuk et al. (2007) et Sayers (2005) permettent d'avoir des paramètres d'anisotropie plus élevés, mais ne permettent pas non plus de traduire l'anisotropie des échantillons riches en argiles.

4.4.2 Aplatissement du composite argiles-MO-pores

Le modèle simplifié ne prend pas en compte l'aplatissement du composite argiles-MO-pores. Afin d'investiguer ce paramètre, nous avons fait varier le rapport d'aspect de cette phase (entre 1 et 0,01) pour deux modèles.

Le premier modèle est représentatif des échantillons des formations Montney et Doig et est constitué de : quartz (65,0%vol), dolomite (15,0%vol), argiles (6,5%vol), MO (6,5%vol), calcite (5,0%vol) et pores (2,1%vol). Le second modèle se veut représentatif des échantillons riches en argiles de la base de données et est constitué de : quartz (48,1%vol), argiles (35,8%vol), MO (10,4%vol) et pores (5,7%). Le composite argiles-MO-pores des deux modèles a été orienté soit aléatoirement, soit parallèlement au litage.

Cette étude de sensibilité n'est pertinente que pour une seconde homogénéisation (Echelle 2 → 3) effectuée avec le schéma AC, car le rapport d'aspect (RA) de la phase matricielle du schéma MT n'a aucune influence sur les calculs d'homogénéisation. Toutefois les résultats obtenus selon le schéma MT sont aussi présentés.

- Modèle représentatif des formations Montney et Doig

Le composite est orienté soit aléatoirement, soit parallèlement au litage. Les propriétés des différentes phases sont consignées dans le Tableau 18.

Les vitesses calculées pour un matériau dont la phase composite est orientée de façon aléatoire correspondent à une symétrie isotrope et sont représentées sur la Figure 104. D'après les résultats obtenus avec le schéma AC, la diminution du rapport d'aspect du composite conduit à la diminution des vitesses et des modules élastiques du matériau.

Tableau 18 – Modèle utilisé pour l'étude de l'aplatissement du composite associé aux échantillons des formations Montney et Doig.

Schéma homogénéisation	Phases	Symétrie	Orientation	Géométrie	Volume (%)	K	G	C11	C12	C13	C33	C44	Sources
						GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	
Echelle 2 → 3 : **Autocohérent** ou **Mori-Tanaka**	Quartz	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	65	37,9	44,3	-	-	-	-	-	Mavko et al. (2009)
	Calcite	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	5	76,8	32,0	-	-	-	-	-	Mavko et al. (2009)
	Dolomite	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	15	94,9	45,0	-	-	-	-	-	Mavko et al. (2009)
	Composite	Isotrope transverse	**Aléatoire** ou **parallèle au litage**	Ellipsoïdale avec **Rapport d'aspect**	15	-	-	-	-	-	-	-	
Echelle 1 → 2 : Autocohérent	Porosité	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	14	0	0	-	-	-	-	-	
	Argiles	Isotrope transverse	**Parallèle au litage**	Sphérique	43	-	-	44,9	21,7	18,1	24,2	3,7	Ortega et al. (2007)
	MO	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	43	5,5	3,2	-	-	-	-	-	Vernik et Landis (1996)

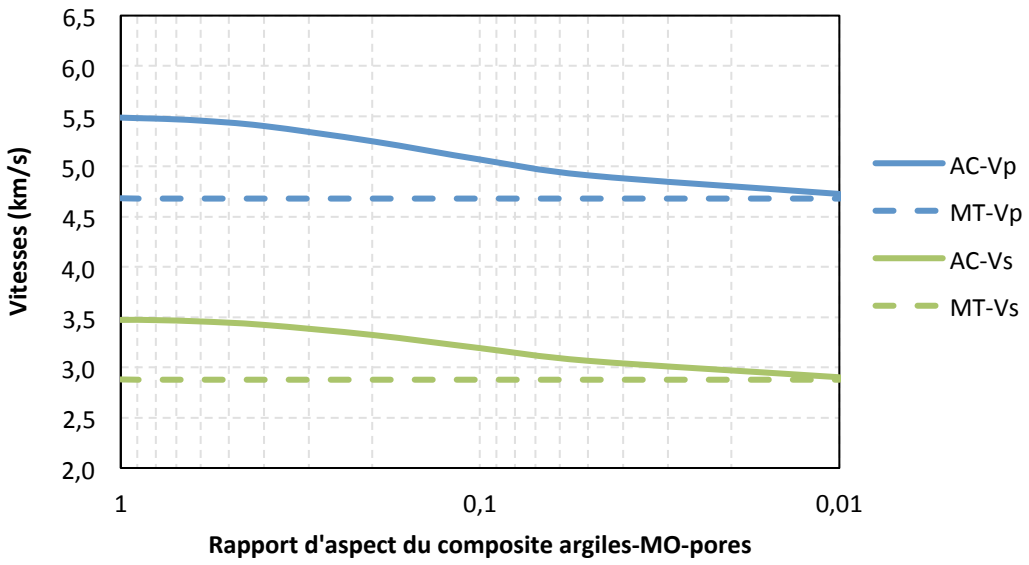


Figure 104 – Estimations des vitesses (Vp, Vs) en fonction du rapport d'aspect du composite argiles-MO-pores orienté de façon aléatoire dans l'espace. Les résultats de la seconde homogénéisation sont représentés en traits continus pour le schéma AC et en traits discontinus pour le schéma MT.

La modélisation du composite orienté parallèlement au litage confère une symétrie isotrope transverse au matériau qui se traduit par le calcul de 5 vitesses. Les vitesses calculées sont représentées sur la Figure 105. D'après les résultats obtenus, l'aplatissement du composite conduit à la diminution des vitesses se propageant perpendiculairement au litage (Vp(0°), Vs(0°)) et à 45° (Vp(45°)) et a contrario à l'augmentation des vitesses se propageant

parallèlement au litage (Vp(90°) et Vsh(90°)). Ces tendances non symétriques conduisent à l'augmentation de l'anisotropie du milieu (voir MD1 sur la Figure 107).

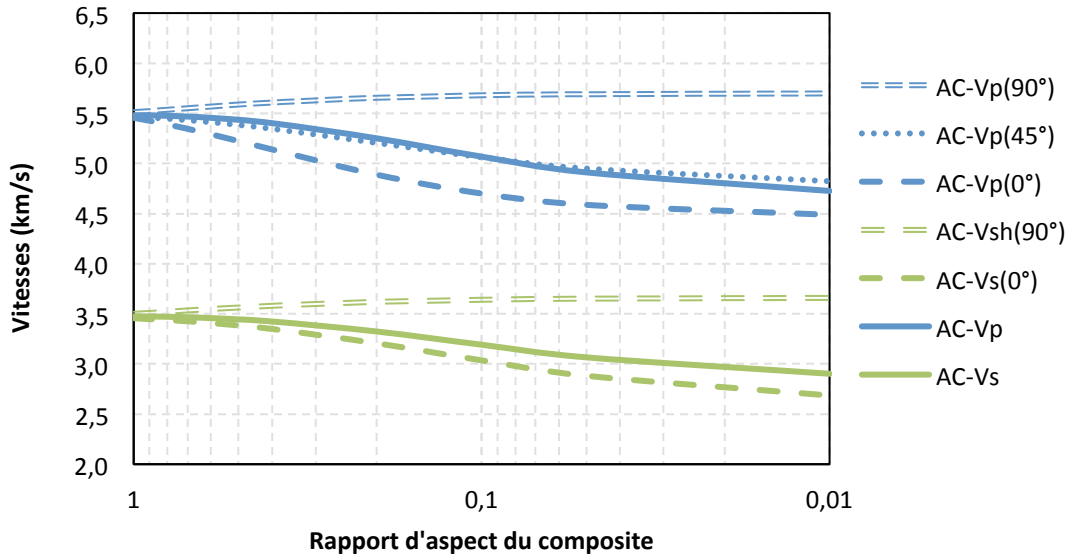


Figure 105 – Estimations des vitesses en fonction du rapport d'aspect du composite argiles-MO-pores. Les vitesses correspondant au matériau dont la phase composite est distribuée de façon aléatoire sont représentées en traits continus. Les vitesses correspondant au matériau dont la phase composite est orientée parallèlement au litage sont représentées en traits discontinus.

- Modèle représentatif des échantillons riches en argiles

Pour le second modèle, la phase composite est systématiquement orientée parallèlement au litage afin de respecter les anisotropies élevées relevées pour les échantillons de la base de données. Les propriétés des différentes phases et leurs modules élastiques issus de la littérature sont consignés dans le Tableau 19.

Tableau 19 – Modèle utilisé pour l'étude de l'aplatissement du composite associé aux échantillons riches en argiles de la base de données.

Schéma homogénéisation	Phases	Symétrie	Orientation	Géométrie	Volume (%)	K	G	C11	C12	C13	C33	C44	Sources
						GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	
Echelle 2 → 3 : **Autocohérent** ou **Mori-Tanaka**	Quartz	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	48,1	37,9	44,3	-	-	-	-	-	Mavko et al. (2009)
	Composite	Isotrope transverse	Parallèle au litage	Ellipsoïdale avec **Rapport d'aspect**	51,9	-	-	-	-	-	-	-	
Echelle 1 → 2 : Autocohérent	Porosité	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	11	0	0	-	-	-	-	-	
	Argiles	Isotrope transverse	Parallèle au litage	Sphérique	69	-	-	44,9	21,7	18,1	24,2	3,7	Ortega et al. (2007)
	MO	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	20	5,5	3,2	-	-	-	-	-	Vernik et Landis (1996)

Les résultats des calculs pour une seconde homogénéisation selon le schéma AC sont représentés sur la Figure 106. Le comportement modélisé est naturellement isotrope transverse. De même que pour la précédente modélisation, l'aplatissement du composite orienté parallèlement au litage conduit à la diminution des vitesses se propageant perpendiculairement au litage (Vp(0°), Vs(0°)) et à 45° (Vp(45°)) et a contrario à l'augmentation des vitesses se propageant parallèlement au litage (Vp(90°) et Vsh(90°)). Pareillement, ces tendances conduisent à l'augmentation de l'anisotropie (voir MD2 dans la Figure 107). Comme indiqué précédemment, les vitesses calculées selon le schéma MT ne sont pas influencées par l'aplatissement du composite argiles-MO-pores qui correspond à la matrice du schéma MT. Les vitesses Vp(90°), Vp(45°), Vp(0°), Vs(90°) et Vs(0°), calculées selon le schéma MT sont respectivement de 3,9 km/s, 3,6 km/s, 3,5 km/s, 2,3 km/s et 2,0 km/s.

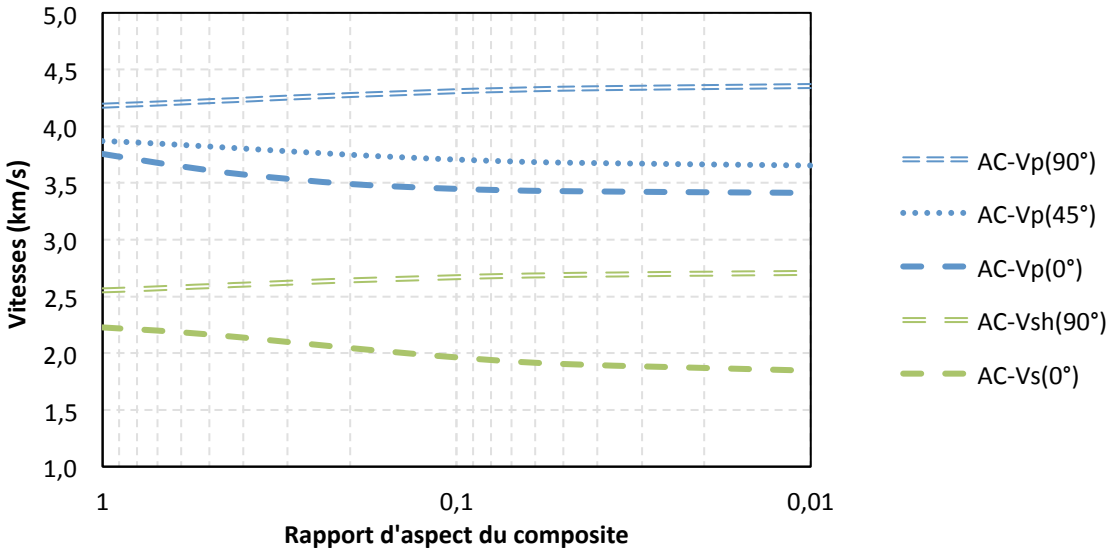


Figure 106 – Estimations des vitesses en fonction du rapport d'aspect du composite argiles-MO-pores pour une orientation parallèle au litage.

- Anisotropie associée au rapport d'aspect du composite

Les tendances non symétriques des vitesses dues à l'aplatissement du composite orienté parallèlement au litage conduisent à l'augmentation de l'anisotropie du milieu (Figure 107). Les paramètres d'anisotropie associés aux échantillons pauvres en argiles (formations Montney et Doig) en fonction de l'aplatissement du composite argiles-MO-pores sont représentés en noir (Figure 107). Les paramètres d'anisotropie associés aux échantillons riches en argiles (formation Barnett, Haynesville et Woodford de la base de données) sont représentés en orange (Figure 107).

Les valeurs d'anisotropie mesurées (ε=0,10 et γ=0,08) pour les échantillons de la formation Montney S3 correspondraient à un rapport d'aspect autour de 0,20 - 0,25. Pour les échantillons riches en argiles de la formation Barnett, les valeurs d'anisotropie mesurées correspondraient à un rapport d'aspect de 0,20 pour epsilon et de 0,45 pour gamma. Les valeurs d'anisotropie mesurées pour les échantillons riches en argiles de la formation

Haynesville correspondraient à un rapport d'aspect de 0,02 pour epsilon et 0,13 pour gamma. D'après ces observations, il s'avère difficile de contraindre l'anisotropie macroscopique des échantillons riches en argiles de la base de données uniquement par le rapport d'aspect du composite argiles-MO-pores et l'anisotropie intrinsèque des argiles.

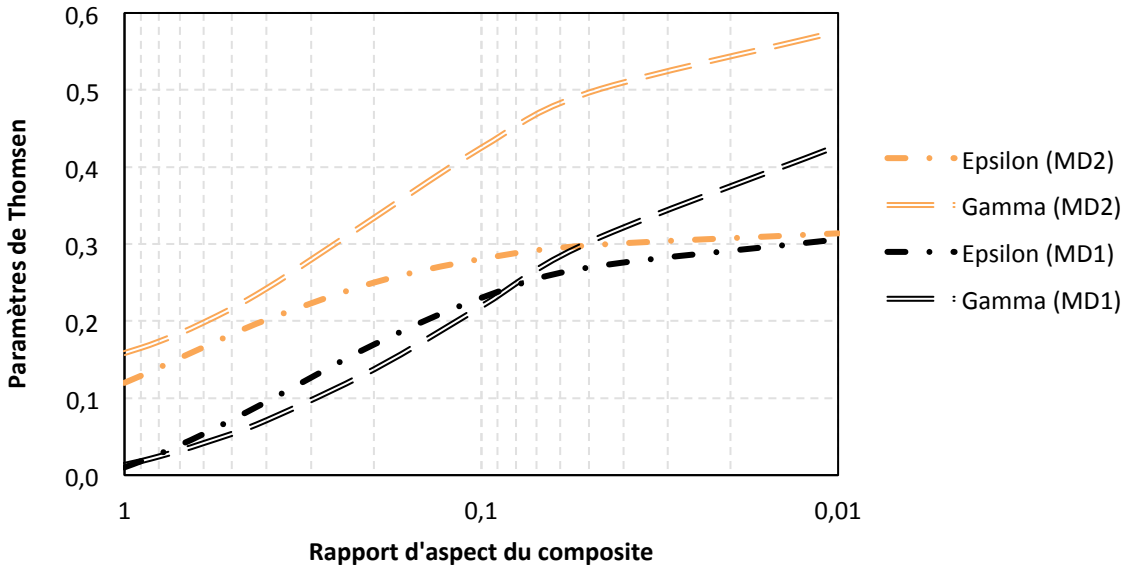


Figure 107 – Estimations des paramètres d'anisotropie de Thomsen (epsilon et gamma) en fonction du rapport d'aspect du composite argiles-MO-pores orienté parallèlement au litage. MD1 correspond à un modèle associé aux échantillons des formations Montney et Doig. MD2 correspond à un modèle associé à des roches riches en argiles.

4.4.3 Fissures

Les mesures pétroacoustiques réalisées sur les échantillons de roches mères sont sensibles au confinement. D'après les observations du paragraphe 2.2.5.3, il faut appliquer suffisamment de pression de confinement afin de fermer les microfissures et mesurer les propriétés mécaniques intrinsèques de l'échantillon. Dans ce paragraphe, nous nous sommes intéressés à l'influence des fissures sur les propriétés mécaniques du matériau. Les fissures observées par imagerie scanner font plusieurs millimètres et sont donc associées à l'échelle 3. Pour rappel, les minéraux associés à l'échelle 2 font plusieurs dizaines de micromètres. Un troisième niveau d'homogénéisation s'avère donc nécessaire.

Les fissures ayant un très faible rapport d'aspect (fixé à 10^{-3}), la géométrie la plus adaptée pour représenter cette phase est une géométrie dite « penny-shape ». La densité de fissures (d) est reliée à la porosité à travers la relation ci-dessous, où N désigne le nombre de fissures par unité de volume, a et e les dimensions du « penny-shape ».

$$\phi = N2\pi a^2 c = N2\pi a^3 \frac{e}{a} = d\frac{e}{a}$$

Les densités de fissures modélisées varient entre 0 et 0,2. Les fissures sont orientées parallèlement au litage conformément aux images du scanner. De même que pour le

paragraphe 4.4.2, l'étude de sensibilité sur les fissures considère le modèle associé aux échantillons des formations Montney et Doig et le modèle associé aux échantillons riches en argiles de la base de données.

- Modèle représentatif des formations Montney et Doig

Les propriétés des différentes phases du modèle et les schémas d'homogénéisation utilisés pour les calculs sont consignés dans le Tableau 20. Les compositions volumiques sont représentatives des échantillons de la formation Montney.

Les résultats des simulations sont représentés sur la Figure 108. L'augmentation de la densité de fissures orientées parallèlement au litage induit une diminution des vitesses se propageant perpendiculairement au litage (Vp(0°) et Vs(0°)) et à 45° (Vp(45°)), alors que les vitesses se propageant parallèlement au litage (Vp(90°) et Vsh(90°)) ne sont pas influencées par cette phase, ni par ses variations de densité. De même que pour l'aplatissement du composite (4.4.2), l'augmentation de la densité de fissures conduit à l'augmentation de l'anisotropie du milieu (voir MD1 Figure 110).

Tableau 20 – Modèle utilisé pour l'étude des fissures associées aux échantillons des formations Montney et Doig.

Schéma homogénéisation	Phases	Symétrie	Orientation	Géométrie	Volume (%)	K	G	C11	C12	C13	C33	C44	Sources
						GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	
Echelle 3 → 4 : Autocohérent	Fissures	Isotrope	**Parallèle au litage**	« penny-shape » AR=0,001	Densité	0	0	-	-	-	-	-	
	Composite	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	100	-	-	-	-	-	-	-	
Echelle 2 → 3 : **Autocohérent ou Mori-Tanaka**	Quartz	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	65	37,9	44,3	-	-	-	-	-	Mavko et al. (2009)
	Calcite	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	5	-	-	-	-	-	-	-	
	Dolomite	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	15	-	-	-	-	-	-	-	
	Composite	Isotrope transverse	**Parallèle au litage**	Sphérique	15	-	-	-	-	-	-	-	
Echelle 1 → 2 : Autocohérent	Porosité	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	14	0	0	-	-	-	-	-	
	Argiles	Isotrope transverse	**Parallèle au litage**	Sphérique	43	-	-	44,9	21,7	18,1	24,2	3,7	Ortega et al. (2007)
	MO	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	43	5,5	3,2	-	-	-	-	-	Vernik et Landis (1996)

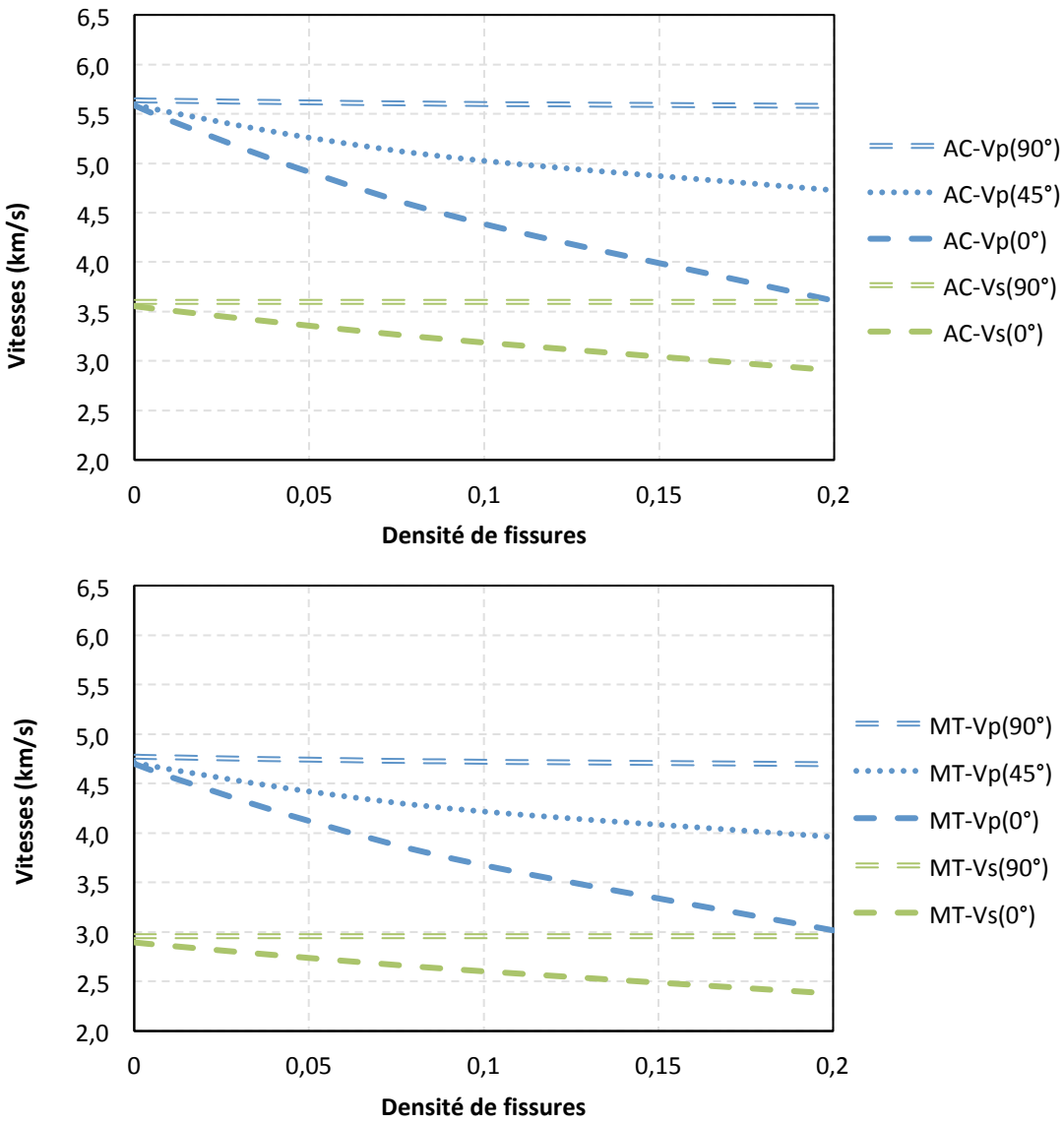


Figure 108 – Estimations des vitesses en fonction de la densité de fissures et du schéma d'homogénéisation (AC ou MT).

- Modèle représentatif des échantillons riches en argiles

Les propriétés des différentes phases du modèle et les schémas d'homogénéisation utilisés pour les calculs sont consignés dans le Tableau 2. Les compositions volumiques sont représentatives des échantillons riches en argiles de la base de données.

Les résultats des simulations sont représentés sur la Figure 109. L'effet de l'introduction de fissures orientées parallèlement au litage suit les mêmes tendances que celles présentées précédemment pour le modèle associé aux échantillons des formations Montney et Doig. L'évolution de l'anisotropie du matériau est représentée sur la Figure 110.

Tableau 21 – Modèle utilisé pour l'étude des fissures associées aux échantillons riches en argiles de la base de données.

Schéma homogénéisation	Phases	Symétrie	Orientation	Géométrie	Volume (%)	K	G	C11	C12	C13	C33	C44	Sources
						GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	
Echelle 3 → 4 : Autocohérent	Fissures	Isotrope	**Parallèle au litage**	« penny-shape » AR=0,001	Densité	0	0	-	-	-	-	-	
	Composite	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	100	-	-	-	-	-	-	-	
Echelle 2 → 3 : **Autocohérent ou Mori-Tanaka**	Quartz	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	48,1	37,9	44,3	-	-	-	-	-	Mavko et al. (2009)
	Composite	Isotrope transverse	**Parallèle au litage**	Sphérique	51,9	-	-	-	-	-	-	-	
Echelle 1 → 2 : Autocohérent	Porosité	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	11	0	0	-	-	-	-	-	
	Argiles	Isotrope transverse	**Parallèle au litage**	Sphérique	69	-	-	44,9	21,7	18,1	24,2	3,7	Ortega et al. (2007)
	MO	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	20	5,5	3,2	-	-	-	-	-	Vernik et Landis (1996)

- Anisotropie associée aux fissures

L'introduction de fissures parallèles au litage conduit à l'augmentation de l'anisotropie du matériau. Comme attendu, une seconde homogénéisation réalisée selon le schéma AC ou MT conduit à des vitesses différentes, mais à des anisotropies similaires. La Figure 110 représente l'estimation des paramètres d'anisotropie en fonction de la densité de fissures pour le modèle (MD1) associé aux échantillons pauvres en argiles (formations Montney et Doig) et le modèle (MD2) associé aux échantillons riches en argiles de la base de données (formations Barnett et Haynesville).

A titre d'exemple, les paramètres d'anisotropie mesurés sur les échantillons de la formation Montney S3 sous un confinement de 10 MPa (ε=0,22 et γ=0,10) correspondraient à des densités de fissures autour de 0,08 alors que les paramètres d'anisotropie mesurés sous un confinement de 40 MPa (ε=0,1 et γ=0,08) correspondraient à des densités de fissures autour

de 0,05. Les densités de fissures permettant de reproduire l'anisotropie des échantillons de la formation Barnett correspondraient à des densités autour de 0,03. Ceux de la formation Haynesville correspondraient à une densité 0,055 pour le paramètre epsilon et 0,151 pour le paramètre gamma. Il s'avère difficile de contraindre l'anisotropie macroscopique des échantillons riches en argiles via l'introduction de fissures parallèle au litage en sus de l'anisotropie intrinsèque des argiles.

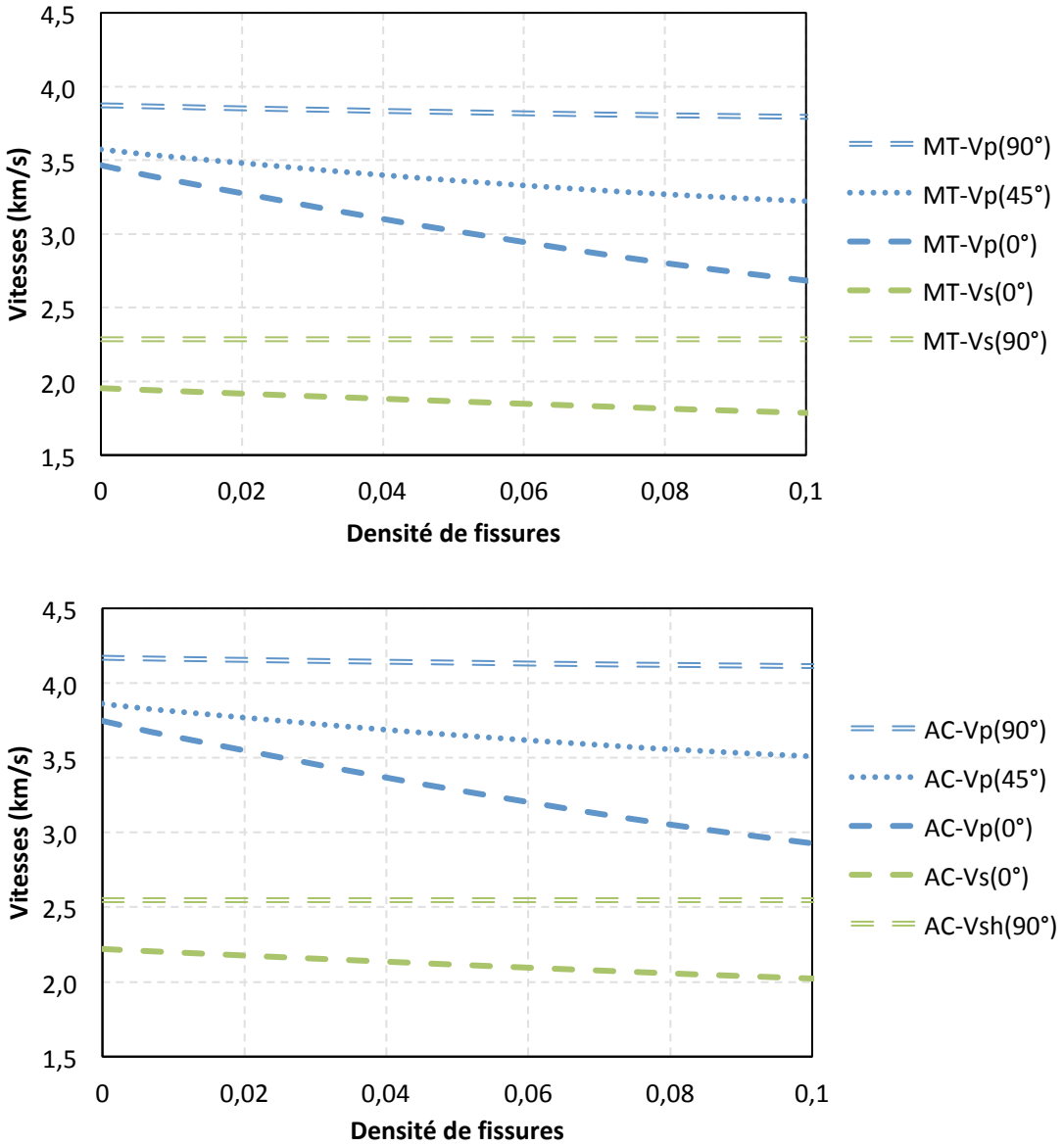


Figure 109 – Estimations des vitesses en fonction de la densité de fissures et du schéma d'homogénéisation (AC ou MT).

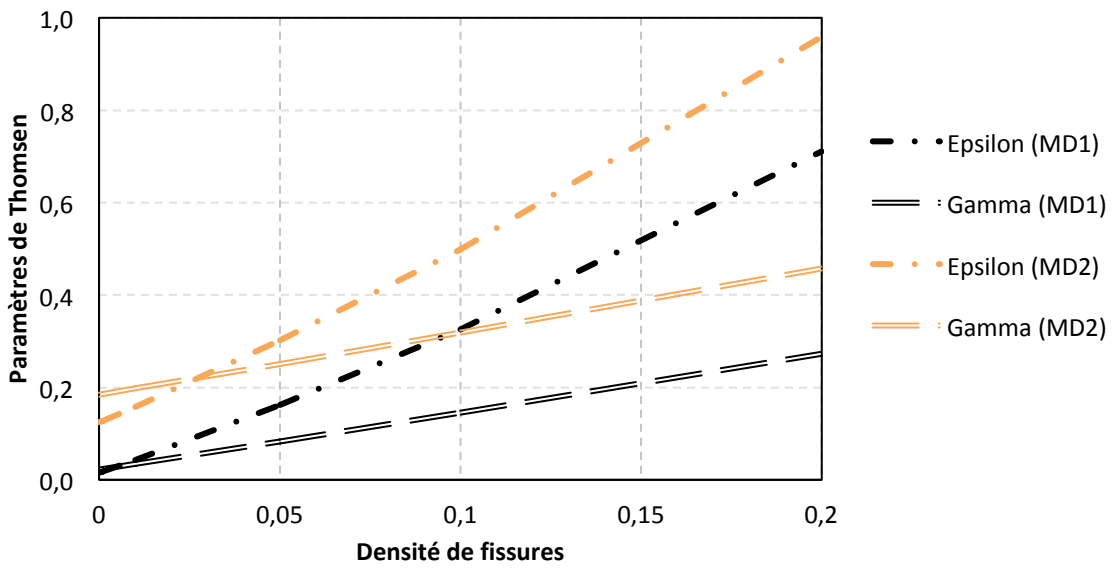


Figure 110 – Estimation des paramètres d'anisotropie de Thomsen (epsilon et gamma) en fonction de la densité de fissures orientées parallèlement au litage. MD1 correspond au modèle associé aux échantillons des formations Montney et Doig. MD2 au modèle associé à des roches riches en argiles.

4.4.4 Bilan de l'étude de sensibilité

D'après l'étude de sensibilité que nous avons menée, l'estimation des vitesses et de l'anisotropie des roches mères nécessite la combinaison de l'anisotropie intrinsèque des argiles, de l'aplatissement du composite argiles-MO-pores et l'introduction de fissures (paragraphes 4.4.1, 4.4.2 et 4.4.3). Nous avons décidé de synthétiser l'influence de ces différents paramètres sur les vitesses et les paramètres d'anisotropie associés au modèle riche en argiles des échantillons de la base de données. Pour rappel, les propriétés du modèle sont regroupées dans le Tableau 19 et le Tableau 21. La composition retenue est de 48,1% de quartz, 35,8%vol d'argiles, 10,4%vol de MO et 5,7% de porosité. Les variations des vitesses et des paramètres d'anisotropie considérées sont celles calculées à partir de deux homogénéisations successives suivant le schéma AC.

La Figure 111 regroupe les variations des vitesses et des paramètres d'anisotropie causées par les trois paramètres suivants :

- (P1) l'augmentation ou la diminution de la teneur volumique des argiles de 10% d'unité volumique (au détriment ou au bénéfice du quartz) ;
- (P2) l'aplatissement du composite argiles-MO-pores selon un rapport d'aspect de 0,2 avec une orientation parallèle au litage (Tableau 19)
- (P3) l'introduction de fissures avec d'une densité de 0,05 et une orientation parallèle au litage (Tableau 21)

D'après la Figure 111, les variations de la fraction volumique des argiles est le paramètre qui a le plus d'influence sur les vitesses et le moins d'influence sur les paramètres d'anisotropie.

Pour rappel, le modèle utilisé pour cette étude de sensibilité utilise comme données d'entrées les propriétés élastiques des argiles d'Ortega et al. (2007).

Le paramètre P2 conduit à la diminution des vitesses se propageant perpendiculairement au litage (Vp(0°) et Vs(0°)) et à 45° (Vp(45°)) et a contrario à l'augmentation des vitesses se propageant parallèlement au litage (Vp(90°)). Quant au paramètre P3, il conduit principalement à la diminution des vitesses se propageant perpendiculairement au litage (Vp(0°) et Vs(0°)) et à 45° (Vp(45°)). D'après la Figure 111, l'aplatissement du composite argiles-MO-pores selon un rapport d'aspect de 0,2 (P2) conduit à des variations de vitesses plus importantes que celles causées par l'introduction de fissures d'une densité de 0,05 (P3).

L'aplatissement du composite argiles-MO-pores (RA=0,2) est le paramètre ayant le plus d'influence sur l'anisotropie macroscopique du matériau. L'introduction de fissures (df=0,05) influence principalement le paramètre d'anisotropie epsilon à cause de la diminution importante de Vp(0°).

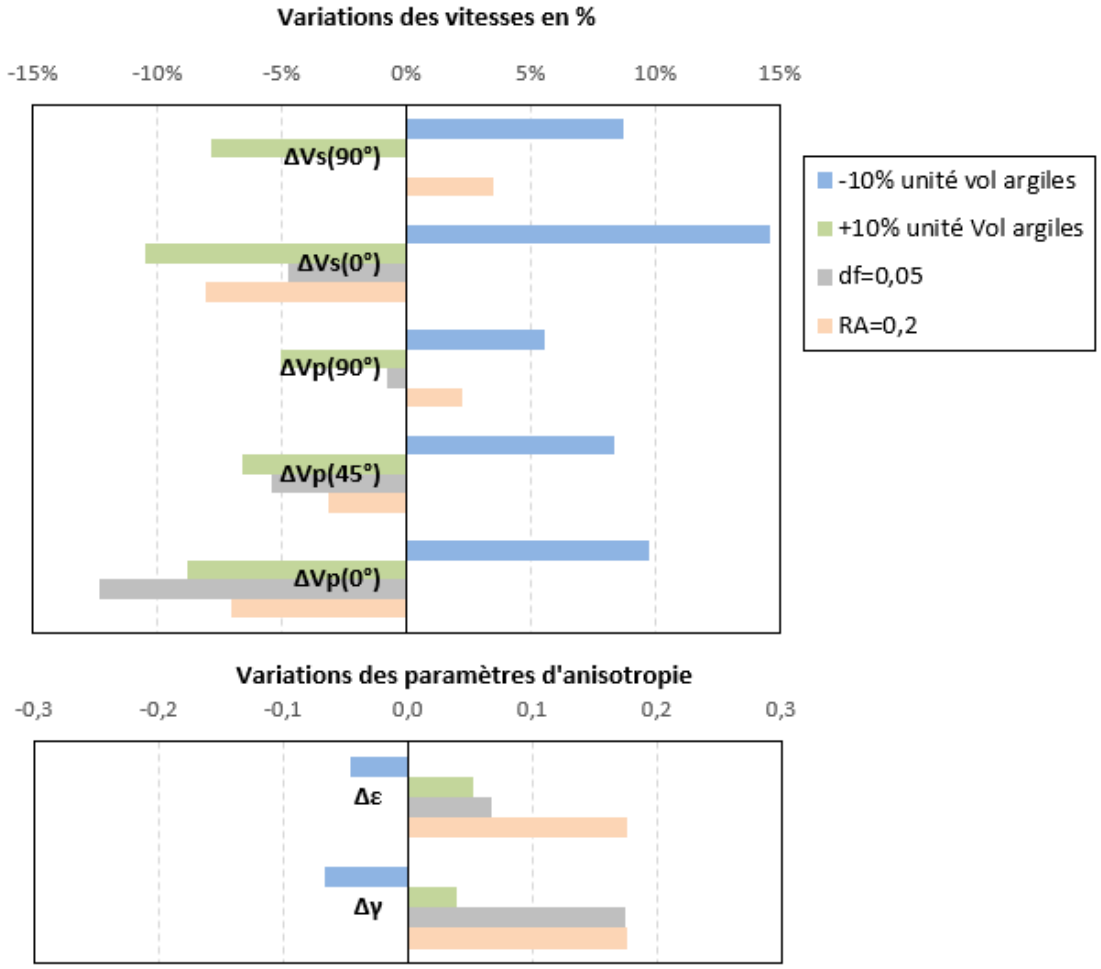


Figure 111 – Variations des vitesses (%) et des paramètres d'anisotropie (absolu) pour le modèle associé aux échantillons riches en argiles de la base de données (MD2) en fonction de la teneur en argiles ±10% d'unité volumique en argiles ou du rapport d'aspect du composite argiles-MO-pores (RA=0,2) ou de l'introduction de fissures (densité=0,05).

4.5 Paramétrisation du modèle de milieu effectif pour les formations Montney et Doig

4.5.1 Justification de l'utilisation du couplage Nanoindenteur et MEB-EDS

Les propriétés élastiques des minéraux utilisées précédemment pour la modélisation par milieu effectif étaient issues de la littérature. La compilation des propriétés des minéraux (carbonatés et silicatés) de Mavko et al. (2009) montre que celles-ci sont obtenues par différentes méthodes qui ne nous permettent pas de les mettre en perspective. Comme indiqué paragraphe 2.3.4.6, les argiles et la matière organique influencent grandement les propriétés élastiques des roches mères. Les propriétés mécaniques de ces phases (argiles et MO) sont généralement calculées par inversion à partir de mesures pétroacoustiques ou correspondent à une proposition de propriétés qui permet d'estimer au mieux les mesures réalisées (paragraphe 4.3.2).

Les mesures obtenues par couplage entre nanoindenteur et MEB-EDS (paragraphe 3.4) nous permettent de nous affranchir de l'utilisation des propriétés mécaniques issues de la littérature pour modéliser le comportement de nos échantillons provenant des formations Montney et Doig.

4.5.2 Propriétés mécaniques des phases à partir des résultats du couplage entre Nanoindenteur et MEB-EDS

Pour rappel, la caractérisation par nanoindentation permet de mesurer le module d'indentation (E_{ind}), relié au module de Young et au coefficient de Poisson de la phase indentée à travers la relation suivante : $E_{ind} = E/(1-\nu^2)$. Les résultats de la caractérisation par couplage entre nanoindenteur et MEB-EDS sont synthétisés dans le Tableau 22, qui regroupe le module d'indentation moyen et l'écart-type de chacune des phases de notre matériau.

Tableau 22 – Module d'indentation moyen (GPa), écart-type (GPa) et nombre d'indentations (NB) pour les différentes phases.

	Quartz	Albite	Orthose	Calcite	Dolomite	Argiles	MO	Pyrite	Muscovite Long	Muscovite normale
NB	718	165	144	123	531	249	13	12	46	42
E_{ind}^{mean}	96,9	85,0	72,1	72,4	110,3	41,2	16,5	261,9	65,7	46,2
E_{ind}^{std}	7,4	7,3	5,5	6,3	11,2	7,9	3,5	29,0	14,3	9,7

La caractérisation par nanoindentation de la phase argileuse révèle que les modules d'indentation mesurés pour une surface horizontale ou verticale sont similaires. Compte tenu de la faible fraction volumique de cette phase pour les formations Montney et Doig, nous avons associé les mesures d'indentations réalisées pour la phase argileuse à une représentation isotrope des argiles. La caractérisation mécanique de la muscovite par nanoindentation a par contre révélé des différences entre les propriétés mécaniques de cette phase selon son orientation (Tableau 22).

4.5.2.1 Minéraux représentés avec une symétrie isotrope

Pour déterminer le couple E et ν correspondant à chacune des phases caractérisées par nanoindentation, nous avons utilisé les modules d'indentation mesurés (Tableau 13) et la relation $E_{ind} = E/(1-\nu^2)$ afin de calculer les modules de Young correspondant à des coefficients de Poisson compris entre 0 et 0,45. Les résultats des calculs sont représentés sur la Figure 112, la Figure 113 et la Figure 114, où ont été également été reportées les propriétés mécaniques des minéraux issues de la littérature.

L'évolution du module de Young en fonction du coefficient de Poisson que nous avons calculée pour le quartz à partir du module d'indentation mesuré est parfaitement cohérente avec les données de la littérature. Pour l'orthose, l'albite, l'illite, la MO et la pyrite, les couples de module de Young et de coefficient de Poisson de la littérature s'insèrent globalement dans les écarts-types calculés. Le coefficient de Poisson sélectionné pour caractériser chacune de ces phases correspond au coefficient de Poisson moyen de la littérature. En utilisant la relation $E_{ind} = E/(1-\nu^2)$, il est alors possible de calculer le module de Young de nos minéraux à partir de notre mesure du module d'indentation et du coefficient de Poisson moyen issu de la littérature (Tableau 23).

Pour la matière organique, les coefficients de Poisson de la littérature (Blangy 1992; Vernik et Landis 1996; Bandyopadhyay 2009; Carcione et al. 2011) présentent une large gamme de valeurs comprises entre 0,14 et 0,37, ce qui conduit à un écart de 16,8% sur le module de Young calculé. Le coefficient de Poisson moyen de littérature a été sélectionné pour caractériser notre phase organique (Tableau 23).

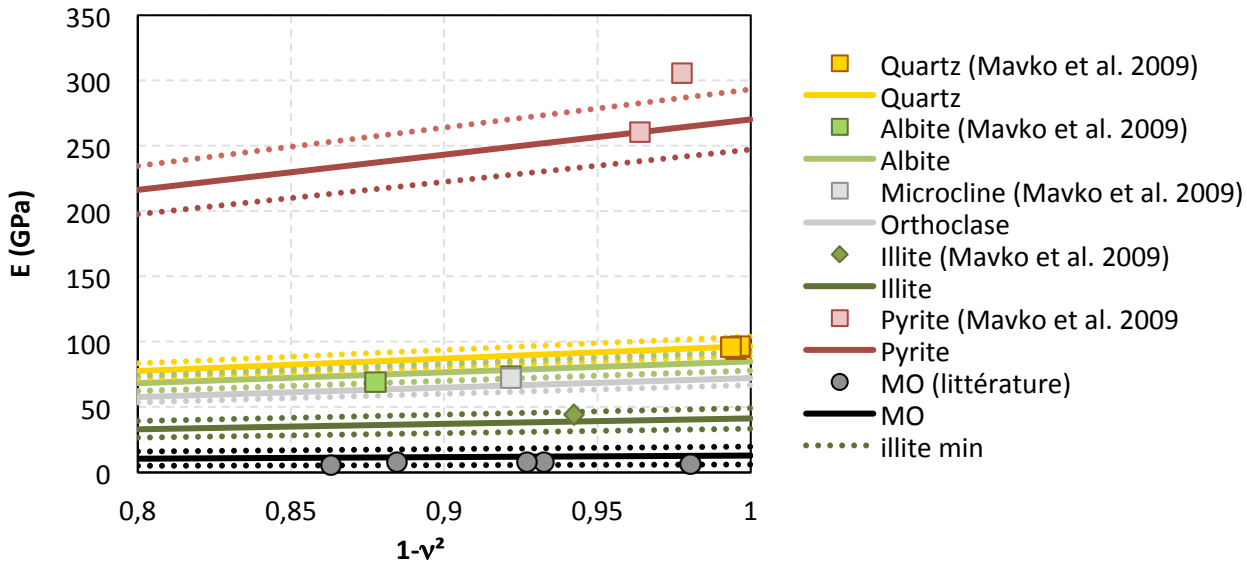


Figure 112 – Comparaison des propriétés élastiques calculées à partir des modules d'indentation pour le quartz, l'albite, l'orthose, la MO et la pyrite avec les données de la littérature. Les traits continus correspondent à E_{ind} moyen. Les traits en pointillés correspondent à E_{ind} moyen ± ΔEécart-type.

Pour les phases carbonatées (Figure 113), les jeux de modules de Young et de coefficients de Poisson de la littérature sont en dehors des intervalles permis par nos mesures de modules d'indentation. Comme évoqué paragraphe 3.3.5.3, les modules d'indentation mesurés sont plus faibles que ceux de la littérature et nous ne sommes pas capables de différencier les ciments diagénétiques de calcite et de dolomite des minéraux terrigènes. Lors de la visualisation des empreintes d'indentation associées à la calcite et la dolomite, les phases indentées présentaient des pores occlus (paragraphe 3.2.8.1), qui pourraient expliquer la différence entre les propriétés mécaniques mesurées et celles de la littérature. Afin d'investiguer l'influence de la porosité occluse sur nos mesures, nous avons réalisé un modèle de milieu effectif composé d'une matrice carbonatée (calcite ou dolomite) et de pores (pores sphériques). Les propriétés élastiques des phases correspondent aux différentes propriétés de la littérature pour la matrice carbonatée (calcite ou dolomite) et à des propriétés élastiques nulles pour les pores occlus. Le schéma d'homogénéisation utilisé est celui de Mori-Tanaka. Différentes porosités ont été modélisées et les résultats obtenus montrent que les modules d'indentation mesurés pourraient correspondre à la caractérisation de phases homogénéisées présentant 7% de porosité pour la dolomite et 10% pour la calcite. La Figure 113 présente les résultats de ces modélisations. Les coefficients de Poisson retenus pour caractériser la calcite et la dolomite pour nos échantillons sont les coefficients de Poisson moyens calculés à partir de la modélisation milieu effectif, les points associés sont représentés en orange sur la Figure 113. Les propriétés élastiques de la calcite et de la dolomite caractérisant nos phases sont résumées dans le Tableau 23.

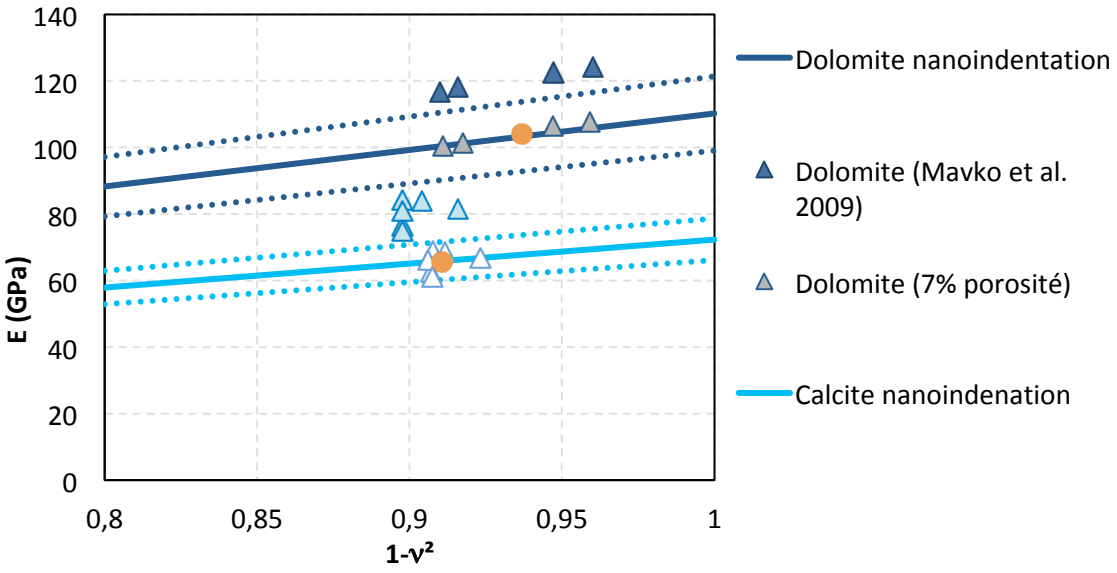


Figure 113 – Comparaison des propriétés élastiques calculées à partir des modules d'indentation pour la calcite et la dolomite avec les modules élastiques de la littérature ainsi que les propriétés élastiques calculées par modélisation par milieu effectif pour une matrice carbonatée poreuse. Les traits continus correspondent à E_{ind} moyen. Les traits en pointillés correspondent à E_{ind} moyen ± ΔEécart-type.

Tableau 23 – Propriétés mécaniques des minéraux isotropes des formations Montney et Doig.

	Quartz	Albite	Orthose	Calcite	Dolomite	Illite	MO	Pyrite
ν	0,07	0,32	0,28	0,30	0,25	0,24	0,28	0,17
E (GPa)	96,5	76,5	66,4	65,9	103,3	38,8	15,3	254,3
K (GPa)	37,4	69,0	50,3	54,6	69,2	24,9	11,4	128,4
G (GPa)	45,1	29,1	25,9	25,4	41,3	15,6	6,0	108,7
ρ_s (g/cm3)	2,67	2,52	2,56	2,73	2,88	2,81	1,30	5,03
Vp (km/s)	6,04	6,54	5,76	5,69	6,57	4,03	3,86	7,37
Vs (km/s)	4,11	3,40	3,18	3,05	3,79	2,36	2,15	4,65

4.5.2.2 Minéraux représentés par une symétrie isotrope transverse

La caractérisation mécanique de la muscovite par nanoindentation a révélé des différences entre les propriétés mécaniques de cette phase selon son orientation (Tableau 22). Les coefficients élastiques anisotropes de la muscovite de Bass (1995) peuvent être associés à une symétrie isotrope transverse. Les deux modules de Young E_{11} et E_{33} et les trois coefficients de Poisson associés ν_{13}, ν_{31} et ν_{12} (l'axe 3 étant l'axe de symétrie transverse) valent respectivement 165,8 GPa, 54,0 GPa, 0,32, 0,10 et 0,22.

Les mesures d'indentation de la muscovite longitudinale et normale ont permis de calculer l'évolution des modules de Young et en fonction des coefficients de Poisson associés (ν_{13}, ν_{31}) (Figure 114). A ces évolutions ont été superposés les couples (E_{11}, ν_{13}) et (E_{33}, ν_{31}) de Bass (1995). D'après le graphique, le couple (E_{33}, ν_{31}) de Bass (1995) s'insère dans les écarts-types de la relation entre module de Young et coefficient de Poisson obtenue à partir des mesures d'indentation normales, alors que le couple (E_{11}, ν_{13}) est en dehors des valeurs permises d'après les mesures longitudinales. Comme l'illustre la Figure 90, les courbes correspondant à des indentations longitudinales de particules de muscovite présentent des « pop-in » qui traduisent une fissuration de la phase indentée. Nous pensons que ces phénomènes ont pu perturber nos mesures d'indentations et conduire à une sous-estimation des modules d'indentation longitudinaux. Afin d'estimer le module de Young longitudinal de la muscovite, nous utilisons l'égalité suivante $(E_{11}/E_{33}) = (\nu_{13}/\nu_{31})$ avec $E_{33} = (1 - \nu_{31}{}^2)E_{\mathrm{ind}}^{\mathrm{norm}}$ et les coefficients de Poisson de Bass (1995). Les couples (E_{11}, ν_{13}) et (E_{33}, ν_{31}) obtenus et associés à nos minéraux sont représentés sur la Figure 114. Les coefficients élastiques C_{11}, C_{12}, C_{13}, C_{33} et C_{66}=0,5(C_{11}-C_{12}) calculés à partir du module d'indentation normal de la muscovite ($E_{\mathrm{ind}}^{\mathrm{norm}}$) et des coefficients de Poisson (ν_{13}, ν_{31} et ν_{12}) de Bass (1995) sont consignés dans le Tableau 24. Le coefficient C_{44} est supposé par ailleurs égal à celui de Bass (1995).

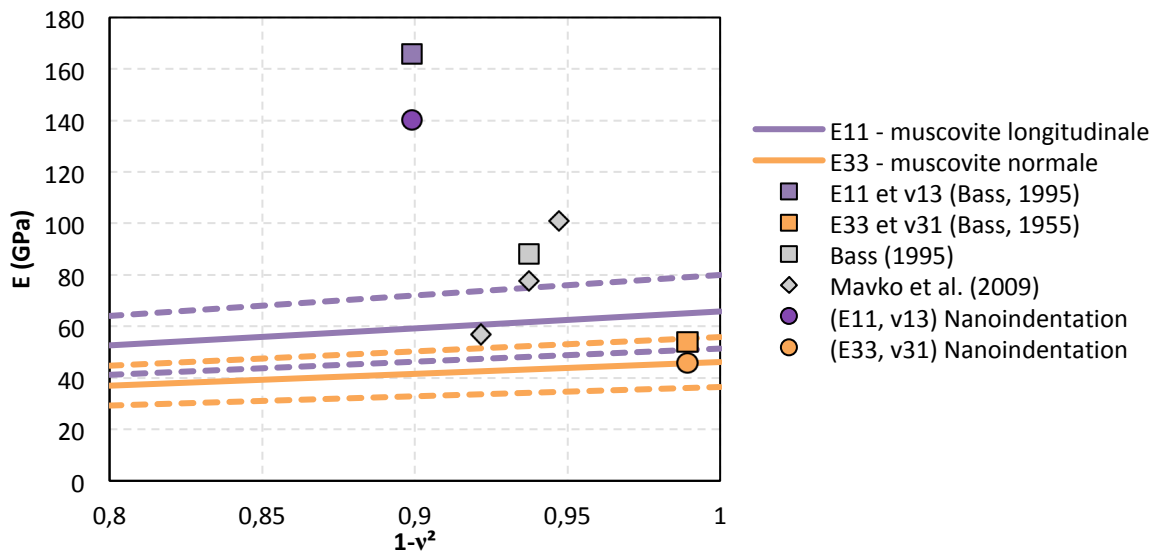


Figure 114 – Comparaison des propriétés élastiques calculées à partir des modules d'indentation de la muscovite longitudinale et de la muscovite normale avec les données de Mavko et al. (2009) et Bass (1995). Les traits en pointillés correspondent à E_{ind} moyen ± ΔEécart-type.

Tableau 24 – Propriétés mécaniques isotropes transverses de la muscovite.

	C11	C12	C13	C33	C44	C66
	GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	GPa
Notre étude	156	41	20	50	16	58
Bass (1995)	184	48	24	59	16	68

4.6 Modélisation des échantillons des formations Montney et Doig

L'estimation des vitesses de nos échantillons a été faite à partir du modèle synthétisé dans le Tableau 25. Les argiles ont été modélisées comme une phase sphérique avec des propriétés mécaniques isotropes alors que la muscovite a été modélisée comme une phase sphérique avec des propriétés mécaniques isotropes transverse. Comme précédemment, les deux schémas MT et AC ont été testés pour la seconde homogénéisation correspondant à l'assemblage du composite (argiles, MO, porosité) et des minéraux (quartz, albite, orthose, muscovite, calcite, dolomite, pyrite). Les propriétés mécaniques des différentes phases sont celles déduites des mesures de nanoindentation.

Tableau 25 – Modèle milieu effectif pour les formations Doig et Montney.

Schéma homogénéisation	Phases	Symétrie	Orientation	Géométrie	K	G	C11	C12	C13	C33	C44
					GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	GPa
Echelle 2 → 3 : Autocohérent ou Mori-Tanaka (matrice= composite)	Quartz	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	37,4	45,1	-	-	-	-	-
	Albite	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	69,1	29,2	-	-	-	-	-
	Orthose	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	50,4	26	-	-	-	-	-
	Muscovite	Isotrope trans	Parallèle au litage	Sphérique	-	-	156	41	20	50	21
	Pyrite	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	132,5	112,2	-	-	-	-	-
	Calcite	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	54,4	25,3	-	-	-	-	-
	Dolomite	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	69,2	41,3	-	-	-	-	-
	Composite	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	-	-	-	-	-	-	-
Echelle 1 → 2 : Autocohérent	Porosité	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	0	0	-	-	-	-	-
	Argiles	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	24,9	15,7	-	-	-	-	-
	MO	Isotrope	Aléatoire	Sphérique	9,1	4,8	-	-	-	-	-

4.6.1 Estimations des vitesses

Les vitesses calculées pour les échantillons des formations Montney et Doig ont été comparées aux vitesses mesurées (Figure 115). Les erreurs liées à l'estimation des vitesses ont été calculées grâce à l'expression suivante (Vcalculé-Vmesuré)/Vmesuré et sont représentées sur la Figure 116. D'après les résultats, le schéma de Mori-Tanaka permet de mieux estimer les vitesses que le schéma autocohérent. En excluant l'estimation des vitesses de l'échantillon 3675 pour lequel la modélisation n'est pas satisfaisante du fait d'une microstructure différente, les erreurs liées à l'estimation des vitesses Vp(0°), Vs(0°), Vp(90°) et Vs(90°), pour une seconde homogénéisation selon le schéma MT sont inférieures à de ±10%.

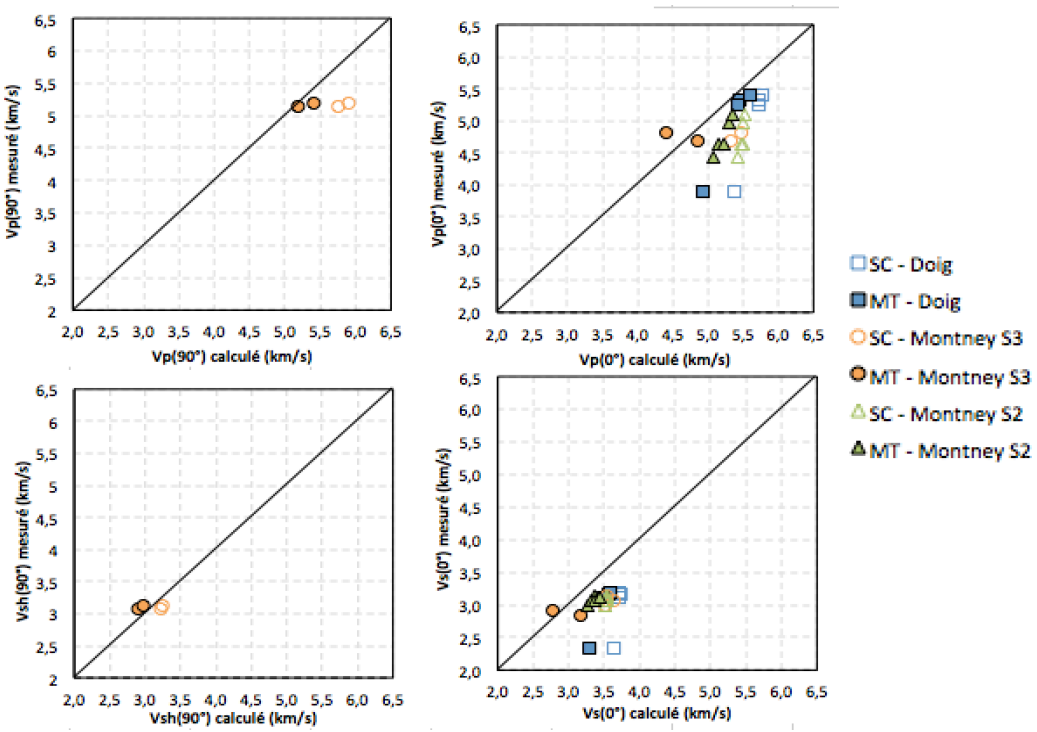


Figure 115 – Comparaison entre les vitesses mesurées en laboratoire et les vitesses calculées à partir de la modélisation par milieu effectif pour les échantillons des formations Montney S3 et S2 et Doig, selon le schéma utilisé pour la seconde homogénéisation.

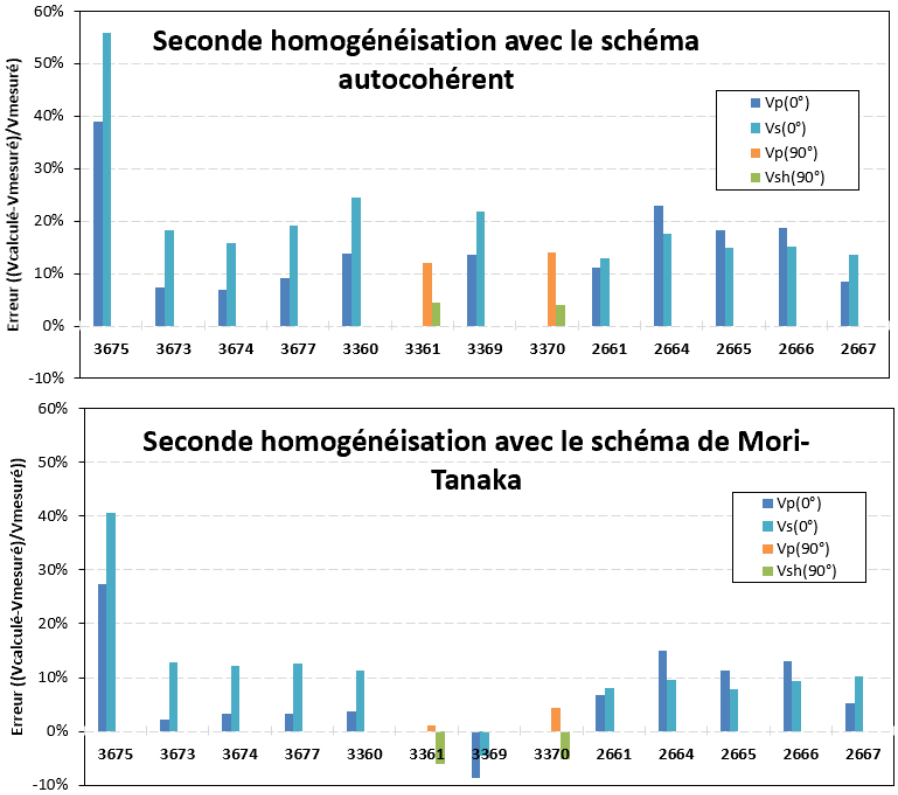


Figure 116 – Erreurs liées à l'estimation des vitesses des formations Montney et Doig selon le schéma utilisé pour la seconde homogénéisation.

4.6.2 Estimations des paramètres d'anisotropie

Les paramètres d'anisotropie estimés par la modélisation pour les échantillons de la formation Montney S3 sont regroupés dans le Tableau 26. Les valeurs calculées sont similaires à celles obtenues à partir des mesures de vitesses sous 40 MPa de confinement. L'anisotropie intrinsèque de la muscovite semble suffire pour expliquer les faibles anisotropies mesurées sur nos échantillons, ce qui confirme notre hypothèse de réponse isotrope des argiles. L'introduction de fissures ne s'avère donc pas nécessaire pour reproduire les mesures réalisées sous 40MPa de confinement. Le schéma adéquat pour la seconde homogénéisation étant celui de Mori-Tanaka, l'aplatissement de la phase matricielle du schéma qui est le composite argiles-MO-pores n'influence ni les vitesses, ni l'anisotropie du matériau (paragraphe 4.4.2).

Tableau 26 – Valeurs des paramètres d'anisotropie calculées à partir de la modélisation par milieu effectif et à partir des mesures de vitesses pour les échantillons des formations Montney séquence 3.

	Modélisation				Mesurés (sous 40 MPa de confinement)	
	SC		MT			
	Epsilon	Gamma	Epsilon	Gamma	Epsilon	Gamma
3360	0,09	0,10	0,08	0,09	0,10	0,08
3361	0,09	0,10	0,08	0,09		
3369	0,06	0,06	0,04	0,05	0,09	0,07
3370	0,11	0,13	0,10	0,12		
Moyenne	0,09	0,10	0,07	0,09	0,10	0,08

4.7 Bilan de la modélisation

A partir du modèle microstructural (Chapitre 1), nous avons dans un premier temps testé un modèle simplifié multi-échelle (paragraphe 4.2.2) reposant sur deux homogénéisations successives et comprenant cinq phases isotropes (quartz, calcite, dolomite, MO et pores) et une phase isotrope transverse (argiles). Les simplifications du modèle sont les suivantes :

- négliger l'influence de la porosité organique ;
- modéliser les minéraux silicatées (muscovite comprise) comme étant du quartz.

Les résultats obtenus grâce à ce modèle en utilisant les propriétés mécaniques de la littérature pour représenter les différentes phases ont permis d'approcher les vitesses de nos échantillons pauvres en argiles des formations Montney et Doig, ainsi que les échantillons riches en argiles de la base de données (paragraphe 4.3.3.1). Toutefois, cette modélisation ne permet pas d'estimer l'anisotropie de ces échantillons (paragraphe 4.3.3.3).

L'étude de sensibilité que nous avons menée (paragraphe 4.4) nous a permis de caractériser l'influence de différents paramètres sur les vitesses et l'anisotropie du matériau. Les paramètres mis en avant sont la fraction volumique et l'anisotropie des argiles, l'aplatissement du composite argiles-MO-pores et l'introduction de fissures.

Nous avons décidé de modifier le modèle simplifié mis en place afin de modéliser le comportement spécifique de nos échantillons. Les différences majeures entre le modèle défini pour les échantillons des formations Montney et Doig et le modèle simplifié sont les suivantes :

- utiliser comme données d'entrée du modèle les propriétés mécaniques des phases obtenues par le couplage entre les mesures par nanoindentation et les analyses au MEB-EDS ;
- représenter les argiles comme une phase isotrope en se basant sur les données de nanoindentation et sur la faible fraction volumique associée ;
- modéliser les différents minéraux silicatés ;
- représenter la muscovite comme une phase isotrope transverse.

La source d'anisotropie du modèle propre aux échantillons des formations Montney et Doig correspond à l'anisotropie intrinsèque de la muscovite. L'utilisation de ce modèle nous a permis d'estimer les vitesses et l'anisotropie de nos échantillons. Les différents modèles et schémas testés pour l'estimation des propriétés de nos échantillons des formations Montney et Doig indiquent que le composite argiles-MO-pores agit comme une phase apportant de la souplesse en enrobant les autres minéraux.

5 Conclusions générales et perspectives

5.1 Conclusions

Cette thèse s'est focalisée sur l'influence de la composition et de la microstructure des roches mères sur leurs propriétés élastiques et leur anisotropie. Dans ce cadre, nous avons développé une méthode de caractérisation expérimentale multi-échelle et mis en œuvre des approches théoriques de changement d'échelle.

Nous nous sommes tout d'abord appuyés sur les données de la littérature et sur les observations que nous avons réalisées par microscopie électronique pour décrire l'évolution au cours de l'enfouissement des différents constituants des roches mères : la matière organique, les argiles, la porosité et les autres minéraux. Cette analyse nous a permis de définir un modèle microstructural constitué de 3 échelles. L'échelle 1 correspond d'une part, à l'agrégat argileux plus ou moins ordonnée et d'autre part, à la matière organique qui peut être poreuse. L'échelle 2 correspond au composite formé par l'agrégat argileux, la matière organique et la porosité. L'échelle 3 correspond à l'assemblage du composite argiles-MO-pores et des autres minéraux (muscovite comprise).

Le programme expérimental initialement envisagé intégrait différents essais mécaniques, dont des essais triaxiaux. Cependant, les difficultés de carottage ont conduit à recentrer l'approche expérimentale autour d'essais pétroacoustiques. Les résultats expérimentaux obtenus fournissent un jeu de données exhaustif pour les formations Montney et Doig (bassin sédimentaire ouest canadien). En particulier, on dispose de l'ensemble des informations de composition et de microstructure correspondant aux propriétés pétroacoustiques mesurées. La compilation des mesures pétroacoustiques de la littérature menée en parallèle a permis de construire une base de données pour des roches mères issues de formations géologiques variées. Les jeux de données restent cependant incomplets. Il est notamment difficile de relier les propriétés pétroacoustiques fournies à des informations microstructurales précises. L'intégration de nos résultats expérimentaux et de ceux de la littérature a permis d'étudier les corrélations entre les propriétés pétroacoustiques des roches mères et différents paramètres intrinsèques (densité, porosité, composition) et extrinsèques (niveau de confinement appliqué pendant les essais). Les principales observations montrent l'influence de la teneur en argiles et en matière organique et de la porosité sur les vitesses de propagation des ondes, ainsi que l'influence spécifique des argiles sur l'anisotropie du matériau.

L'originalité de l'approche expérimentale définie et validée dans le cadre de cette thèse réside dans le couplage de mesures de nanoindentation et d'analyses au MEB-EDS qui a permis de caractériser le comportement mécanique des différents composants. L'analyse des résultats souligne l'importance d'une approche déterministe pour caractériser séparément l'albite, l'orthose, la muscovite, la calcite, la dolomite, les agrégats d'illite, le quartz et la matière organique. Les mesures par indentations réalisées dans la muscovite varient selon

l'orientation de la surface et reflètent l'anisotropie intrinsèque de cette phase, alors que les mesures réalisées dans les agrégats argileux n'indiquent pas de réponse spécifiquement anisotrope. Cette différence avec les roches mères plus riches en argile s'explique par la faible fraction volumique des argiles, ainsi que par leur distribution dans nos échantillons. Les propriétés mécaniques de la matière organique sembleraient indiquer une augmentation de sa raideur en fonction de la maturité/enfouissement. Toutefois, cette évolution n'a pas pu être quantifiée convenablement en raison des faibles fractions volumiques et de la distribution de la phase à caractériser.

Les différentes observations et résultats expérimentaux obtenus dans le cadre de notre étude ont été intégrés dans une modélisation de type milieu effectif qui se veut représentative de la microstructure des roches mères (peu matures à très matures). Le premier modèle défini est un modèle simplifié qui est constitué de cinq phases isotropes (quartz, calcite, dolomite, MO et pores) et une phase isotrope transverse (argiles). La structure multi-échelle impose la réalisation de deux homogénéisations successives afin d'estimer les propriétés élastiques du matériau à l'échelle d'un échantillon de laboratoire. La première correspond à l'homogénéisation du composite constitué d'agrégats argileux, de matière organique et de pores. La seconde correspond à l'homogénéisation des phases suivantes : quartz, composite (argiles-MO-pores), dolomite et calcite. Ce modèle est transposable aux différentes roches mères et a permis d'estimer les propriétés élastiques de la base de données. L'anisotropie reste cependant sous-estimée. Ce modèle a ensuite été adapté aux spécificités des formations Montney et Doig en se basant d'une part, sur les observations microstructurales montrant le rôle spécifique de la phase composite et d'autre part, sur les propriétés élastiques des différentes phases obtenues grâce au couplage entre les mesures de nanoindentation et les analyses MEB-EDS. Les argiles ont été modélisées comme étant isotropes. La muscovite a été modélisée comme étant isotrope transverse et associée à l'échelle 3 de même que les autres minéraux (quartz, albite, orthose, calcite, dolomite et pyrite). Le modèle propre aux formations Montney et Doig a permis d'estimer les propriétés élastiques et l'anisotropie de nos échantillons.

5.1.1 Conclusions méthodologiques

Parmi les points méthodologiques essentiels de cette thèse, nous retiendrons :

- Une approche expérimentale intégrée permettant l'acquisition des données nécessaires pour la modélisation : mesures des propriétés élastiques à l'échelle de l'échantillon par essai pétroacoustique, mesures de la porosité au pycnomètre à hélium, composition et fractions volumiques des différentes phases déduites d'analyses DRX et Rock-Eval, caractérisation de la microstructure par imagerie électronique ;
- Un couplage entre des essais par nanoindentation et des analyses au MEB-EDS permettant de caractériser par une approche déterministe les propriétés mécaniques des différentes phases ;
- Un modèle microstructural représentatif des roches mères basé sur des observations à différentes échelles.

- Une modélisation par milieu effectif intégrant différents niveaux de complexité et capable de prendre en compte le rôle spécifique du composite argiles-MO-pores dans la microstructure des roches mères, déclinée en :
    - Un modèle simplifié comprenant un nombre réduit de phases, qui permet d'estimer les propriétés élastiques des différentes roches mères mais sous-estiment l'anisotropie ;
    - Un modèle propre aux formations Montney et Doig utilisant le schéma de Mori-Tanaka et les propriétés des phases mesurées par nanoindentation, qui permet d'estimer les propriétés élastiques et l'anisotropie de nos échantillons.

5.1.2 Conclusions concernant les formations Montney et Doig

Les échantillons étudiés dans le cadre de la thèse proviennent des formations Montney et Doig. Ces deux formations ont été choisies du fait de la politique de libre accès aux échantillons et aux résultats que prône le Canada dans le secteur pétrolier, et de la possibilité de s'appuyer sur les acquis des travaux déjà menés à l'IFPEN, dont ceux de Crombez et al. (2016); Ducros et al. (2016); Rohais et al. (2016); Romero-Sarmiento et al. (2016), ainsi que sur l'expertise d'IFP Technologies (Canada). L'objectif fixé était de travailler sur des échantillons de différentes orientations, de différentes maturités thermiques et les plus riches possibles en matière organique.

La composition volumique de nos échantillons a été déterminée en combinant des analyses par DRX et Rock-Eval. Les échantillons ont des fractions volumiques élevées en minéraux silicatés, qui varient entre 60 et 90%vol. Ils se distinguent par de faibles fractions volumiques en argiles (moyenne de 6%) et en matière organique (moyenne de 6%). Les minéraux restants correspondent à de la dolomite et de la calcite.

Les essais pétroacoustiques réalisés sous confinement nous ont permis de mesurer les propriétés élastiques de nos échantillons. Les résultats obtenus montrent que l'anisotropie des échantillons de la formation Montney S3 est faible. La caractérisation mécanique des constituants des formations Montney et Doig par couplage entre des essais de nanoindentation et des analyses au MEB-EDS a révélé que les agrégats argileux de nos échantillons ne présentent pas un comportement spécifiquement anisotrope.

Le modèle de milieu effectif construit est basé sur les observations microstructurales, ainsi que sur les propriétés mécaniques des constituants obtenues via le couplage entre les essais de nanoindentation et les analyses au MEB-EDS. Les différents schémas d'homogénéisation utilisés pour la modélisation par milieu effectif indiquent que le composite argiles-MO-pores apporte de la souplesse en enrobant les autres minéraux des formations Montney et Doig. Ces résultats sont conformes aux observations par microscopie électronique, qui montrent les argiles et la matière organique localisées entre les autres minéraux. Les argiles ont été modélisées comme étant isotropes et la muscovite comme étant isotrope transverse. Ce modèle a permis d'estimer les propriétés élastiques et l'anisotropie mesurées sur nos échantillons. Il semble que l'anisotropie de la formation Montney S3 s'explique principalement par l'anisotropie intrinsèque de la muscovite, qui représente en moyenne 13% volumique de la roche.

5.2 Perspectives

Les travaux de caractérisation et de modélisation réalisés dans le cadre de cette thèse ont permis de définir un modèle de milieu effectif adapté aux formations Montney et Doig. L'approche de caractérisation mise au point pourrait à présent être appliquée à des formations plus riches en argiles et en matière organique. Le couplage entre les essais de nanoindentation et les analyses au MEB-EDS permettraient de contraindre les propriétés élastiques isotropes transverses des argiles et les propriétés élastiques isotropes de la matière organique. Il serait alors pertinent de vérifier si l'utilisation de ces données dans un modèle de milieu effectif mis à jour permet de reproduire le niveau d'anisotropie de ces formations.

Malgré un nombre réduit de phase (quartz, calcite, dolomite, argiles, matière organique et porosité), le modèle de milieu effectif simplifié permet globalement d'estimer les propriétés élastiques des différentes roches mères. Ce modèle pourrait donc être testé pour estimer les propriétés élastiques des roches mères à partir de données diagraphiques. Notre modèle permettrait d'estimer les propriétés à l'échelle de la matrice et la prise en compte de la fracturation naturelle pourrait nécessiter une échelle d'homogénéisation supérieure.

Le modèle de milieu effectif défini permet de représenter la réponse élastique de roches mères peu matures à très matures, il serait intéressant d'intégrer l'évolution des différents constituants au cours de l'enfouissement afin de mettre en place un modèle évolutif. Ce modèle évolutif permettrait de définir des lois de compaction et pourrait être intégré à un modèle de bassin. Les points clés à considérer seraient le changement d'échelle et l'initiation de la fracturation naturelle lors de la maturation de la matière organique. Le modèle devra de plus considérer :

- l'évolution du volume et de la distribution de la porosité entre les différentes échelles ;
- l'évolution de la teneur en matière organique avec la maturation ;
- la prise en compte d'une phase huile dans la porosité ;
- la réorientation des minéraux anisotropes lors de l'enfouissement ;
- la prise en compte des phénomènes diagenétiques.

Annexes

Annexe 1 : Images des formations Montney et Doig

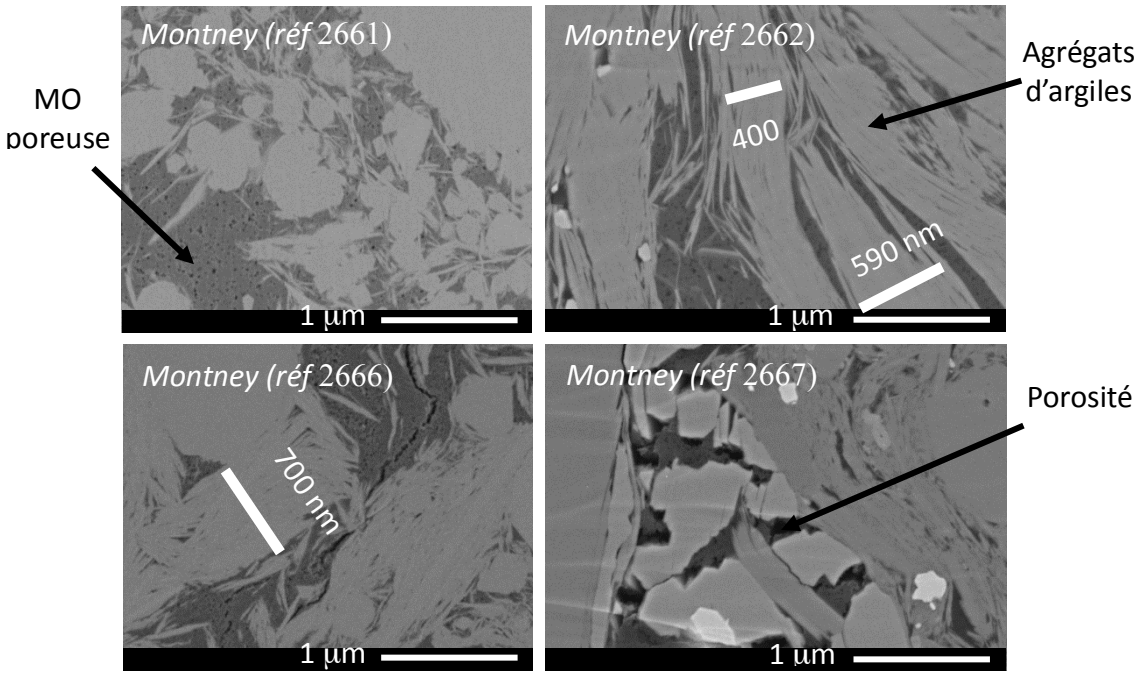


Figure – Images représentant les agrégats d'argiles, la matière organique et les pores.

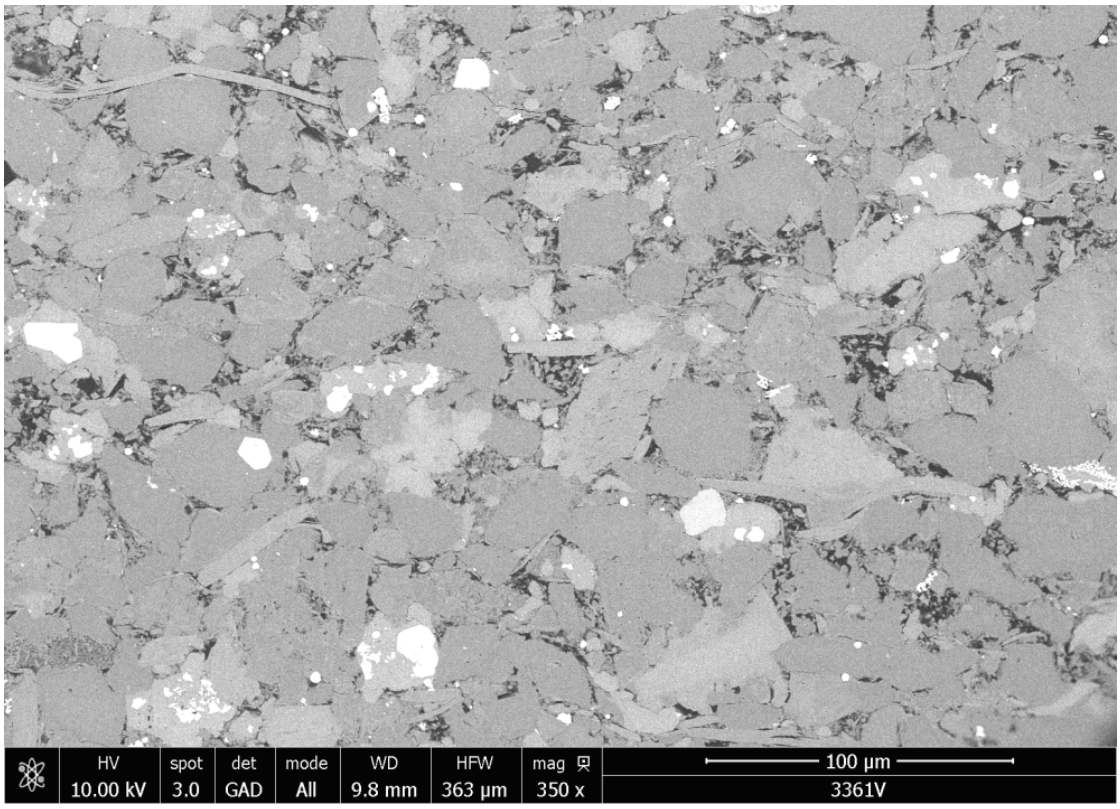


Figure – Image représentant l'assemblage des minéraux et du composite argiles-MO-pores dans l'échantillon 3361.

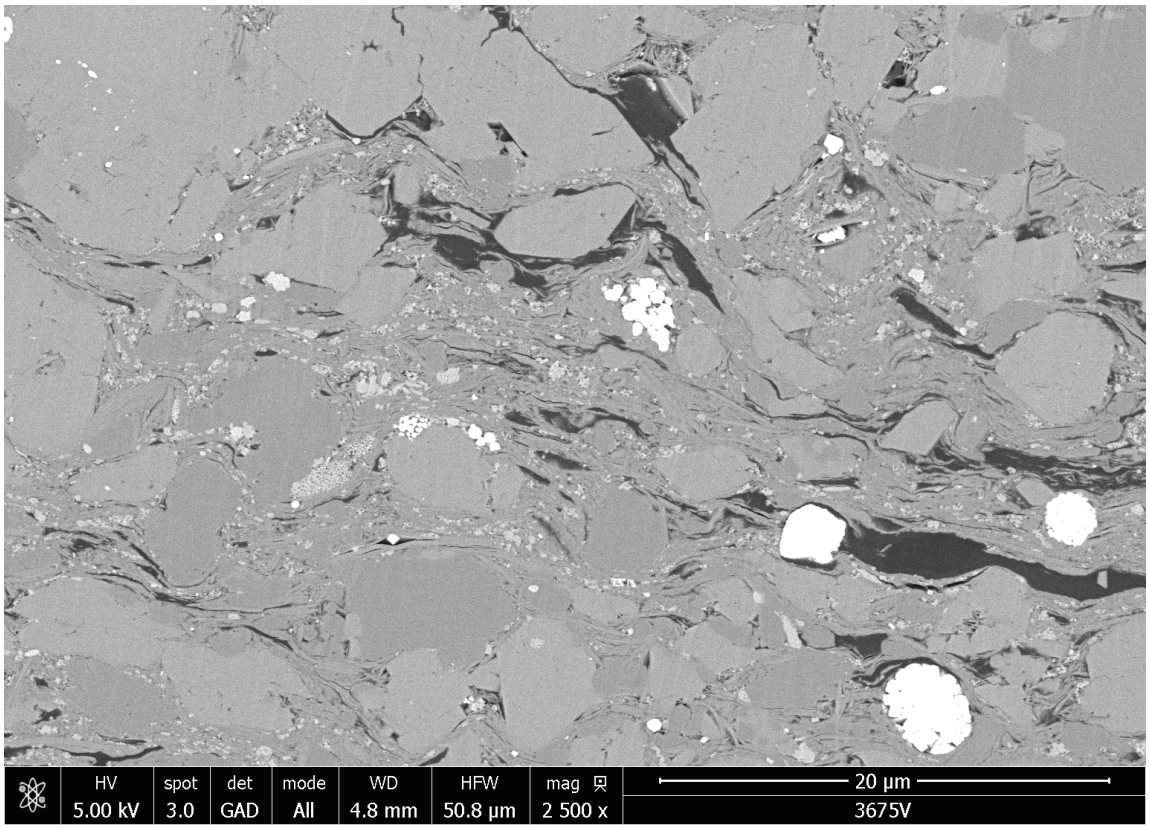


Figure – Image représentant l'assemblage des minéraux et du composite argiles-MO-pores dans l'échantillon 3675 qui présente une teneur en argile plus élevée.

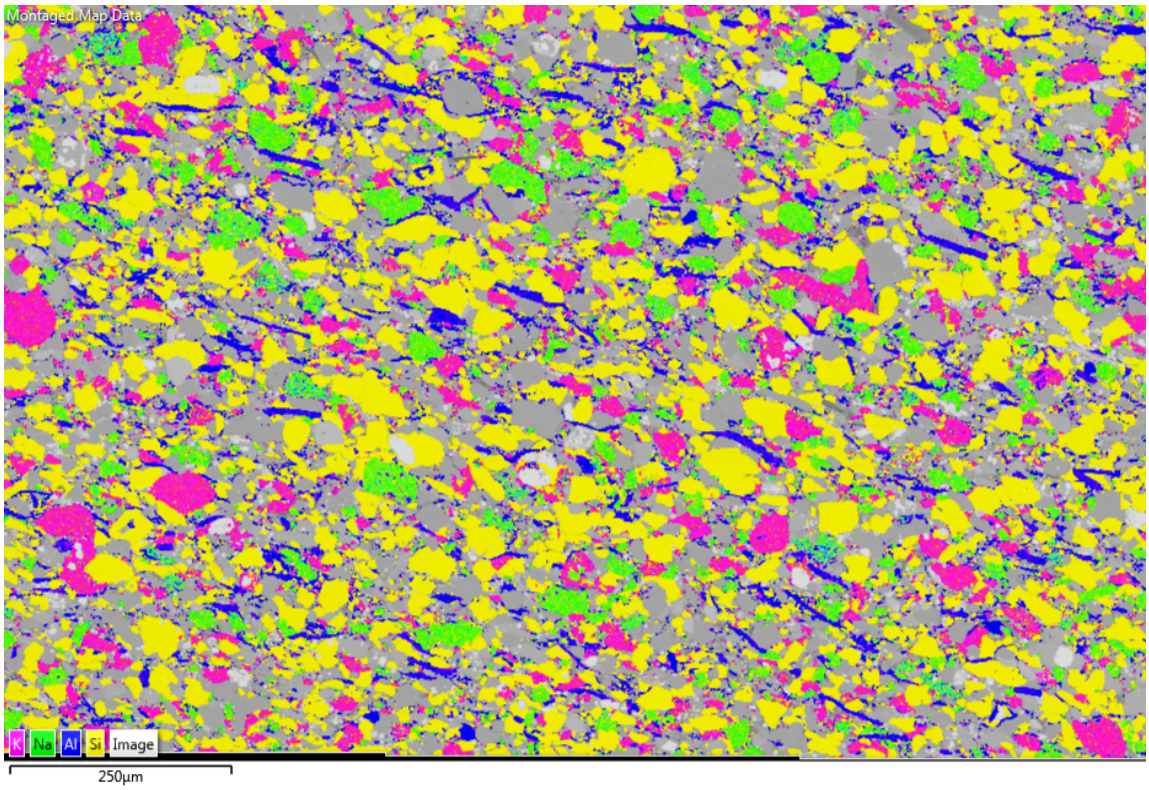


Figure – Image illustrant l'orientation préférentielle de la muscovite (en bleu foncé).

Annexe 2 : Introduction du comportement élastique linéaire et représentations des données géophysiques

Le comportement des matériaux élastiques linéaires est décrit par la loi de Hook (Hook 1678) qui relie le tenseur des contraintes σ_{ij} au tenseur des déformations ε_{ij} via le tenseur de rigidité C_{ijkl} :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl}.\varepsilon_{kl}$$

Avec $C_{ijkl} = C_{jikl} = C_{ijlk} = C_{jilk}$ et $C_{ijkl} = C_{klij}$

Le tenseur de rigidité est caractérisé par 21 composantes indépendantes. La notation de Voigt permet de réduire le nombre d'indices utilisés pour décrire la loi de comportement. A travers ce changement de notation, le tenseur C_{ijkl} peut s'écrire sous la forme d'un tenseur C_{nm} avec les correspondances suivantes :

ij	11	22	33	23	13	12
n	1	2	3	4	5	6

L'expression de la loi de comportement avec le tenseur de rigidité écrit avec la notation de Voigt est la suivante :

$$\begin{bmatrix}\sigma_{11}\\ \sigma_{22}\\ \sigma_{33}\\ \sigma_{23}\\ \sigma_{13}\\ \sigma_{12}\end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16}\\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26}\\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36}\\ C_{14} & C_{24} & C_{34} & C_{44} & C_{45} & C_{46}\\ C_{15} & C_{25} & C_{35} & C_{45} & C_{55} & C_{56}\\ C_{16} & C_{26} & C_{36} & C_{46} & C_{56} & C_{66}\end{bmatrix}\begin{bmatrix}\varepsilon_{11}\\ \varepsilon_{22}\\ \varepsilon_{33}\\ 2\varepsilon_{23}\\ 2\varepsilon_{13}\\ 2\varepsilon_{12}\end{bmatrix}$$

- **Cas d'un milieu isotrope transverse :**

Les roches mères sont souvent considérées comme présentant un comportement isotrope transverse caractérisé par une symétrie autour de l'axe orthogonal au litage (x_3). Le tenseur de rigidité comporte alors cinq composantes indépendantes : $C_{11}(= C_{22})$, $C_{12}(= C_{11} - 2C_{66})$, $C_{13}(= C_{23})$, C_{33}, $C_{44}(= C_{55})$. On a par ailleurs $C_{66} = 0{,}5(C_{11} - C_{12})$.

$$\begin{bmatrix}\sigma_{11}\\ \sigma_{22}\\ \sigma_{33}\\ \sigma_{23}\\ \sigma_{13}\\ \sigma_{12}\end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0\\ C_{12} & C_{11} & C_{13} & 0 & 0 & 0\\ C_{13} & C_{13} & C_{33} & 0 & 0 & 0\\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0\\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0\\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66}\end{bmatrix}\begin{bmatrix}\varepsilon_{11}\\ \varepsilon_{22}\\ \varepsilon_{33}\\ 2\varepsilon_{23}\\ 2\varepsilon_{13}\\ 2\varepsilon_{12}\end{bmatrix}$$

Les perturbations infinitésimales induites par les émetteurs piézo-électriques peuvent être étudiées dans le cadre de la théorie de l'élasticité linéaire, ce qui permet de relier les coefficients du tenseur de rigidité élastique aux mesures des vitesses P et S (Hornby 1998). Dans le cas d'un milieu isotrope transverse, des mesures de vitesses selon trois orientations différentes (0°, 45°, 90°) sont nécessaires afin de mesurer les coefficients élastiques. Dans le cadre de l'étude, on considère l'axe à 0° comme étant l'axe vertical, et celui à 90° comme étant l'axe horizontal, comme schématisé sur la Figure 117.

Le calcul des modules élastiques à partir des vitesses mesurées se fait à partir des relations suivantes :

$$C_{11} = \rho V_p^2(90°)$$
$$C_{13} = -C_{44} + \left[(C_{11} + C_{44} - 2\rho V_p^2(45°))(C_{33} + C_{44} - 2\rho V_p^2(45°))\right]^{1/2}$$
$$C_{33} = \rho V_p^2(0°)$$
$$C_{44} = \rho V_S^2(0°) = \rho V_{SV}^2(90°)$$
$$C_{66} = \rho V_{SH}^2(90°)$$
Avec $C_{12} = C_{11} - 2C_{66}$

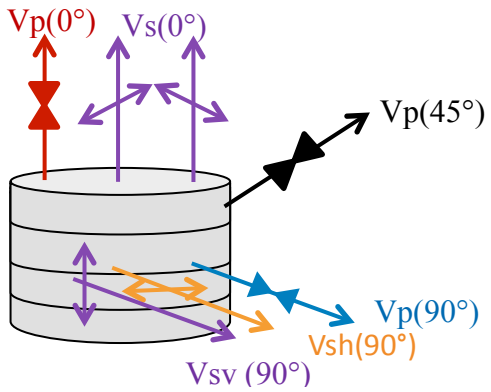


Figure 117 - Illustration des directions de propagation (flèche à sens unique) et de polarisation (flèche à double sens) des ondes P et S.

- **Cas d'un milieu isotrope :**

Un matériau isotrope présente les mêmes propriétés physiques dans toutes les directions de l'espace. Le tenseur de rigidité est simplifié grâce à la symétrie du matériau $C_{11}(= C_{22} = C_{33},)$, $C_{11}(= C_{13} = C_{23})$, $C_{44}(= C_{55} = C_{66})$. Le milieu isotrope est généralement caractérisé par 2 couples de données soit le module de Young (E) et le coefficient de Poisson (ν), soit le module d'incompressibilité (K) et le module de cisaillement (G). Les couples sont reliés entre eux par les relations suivantes :

$$K = \frac{E}{3(1-2\nu)} \; ; \; G = \frac{E}{2(1+\nu)}$$

$$E = \frac{9KG}{3K+G} \; ; \; \nu = \frac{3K-2G}{6K+2G}$$

Le calcul des modules élastiques à partir des vitesses mesurées se fait à partir des relations suivantes :

$$V_{\boldsymbol{P}} = \sqrt{\frac{K+\frac{4}{3}G}{\rho}}$$

$$V_s = \sqrt{\frac{G}{\rho}}$$

- **Calculs des paramètres d'anisotropie pour un milieu isotrope transverse :**

Dans le cas des faibles anisotropies, les coefficients de la matrice de rigidité élastique peuvent s'écrire sous la forme de paramètres adimensionnels epsilon (ε), gamma (γ) (Thomsen 1986). Le paramètre ε quantifie l'anisotropie des ondes P et le paramètre γ quantifie l'anisotropie des ondes S.

$$\varepsilon = \frac{C_{11} - C_{33}}{2C_{33}}$$

$$\gamma = \frac{C_{66} - C_{44}}{2C_{44}}$$

Well	Geochim	Qty (mg)	Sh0	Sh1 (mgHC/g)	Sh2	S3 (mgC/g)	TmaxSh2 (°C)	TOC (%)	MinC (%)	HI (mgHC/gTOC)	OI (mgHC/gTOC)
15-11-091-12W6	**174158**	50,21	0,73	1,32	11,37	0,4	440	2,54	1,7	448	16
	174159	50,36	0,62	0,93	14,53	0,25	439	2,95	1,12	493	8
14-32-073-08W6	**174160**	50,32	0,55	0,65	3,34	0,3	441	1,33	4,61	251	23
	174161	50,16	0,5	0,59	2,82	0,24	441	1,22	4,44	231	20
16-22-076-12W6	**174162**	49,98	0,16	0,26	1,94	0,4	465	3,96	5,85	49	10
	174163	50,42	0,78	0,38	2,23	0,26	462	3,82	6,01	58	7
	173544	50,19	0,66	1,05	7,16	0,09	445	3,48	2,4	205,8	9,5
C-30-I/94-B-15	**173894**	51,66	0,13	0,31	0,58	0,09	471	4,8	1,54	12	7
	173895	48,74	0,74	1,72	0,77	0,12	472	5,06	1,58	15	9
	173896	50,95	0,23	0,66	0,68	0,2	467	4,59	3,29	15	4
	173897	51,64	0,41	1,22	0,78	0,11	590	4,78	2,86	16	8
	173898	49,79	0,14	0,38	0,95	0,18	500	5,38	2,03	18	3
	173899	49,76	0,1	0,53	0,81	0,1	478	5,57	1,67	15	7
	173900	49,3	0,18	0,63	0,54	0,1	584	3,47	3,83	16	11
	173901	50,08	2,31	1,82	0,82	0,15	435	4,39	2,78	19	3
	173902	50,77	0,63	1,52	0,74	0,1	595	4,42	2,39	17	8
	173903	50,74	0,07	0,2	0,72	0,1	583	4,91	1,79	15	8
	173904	50,29	2,45	1,48	0,55	0,16	449	3,24	2,35	17	5
	173905	48,63	0,07	0,27	0,32	0,09	604	2,83	1,89	11	12
	173906	49,06	0,55	1,56	0,48	0,07	448	3,17	1,9	15	8
0/06-27-76-12W6	**171270**		0,61	0,48	0,74	0,1	595	4,42	2,39	17	8
	171271		0,4	0,4	0,74	0,1	595	4,42	2,39	17	8
0/06-09-75-08W6	**171272**		0,42	1,17	0,77	0,13	420	0,58			
	171273		0,57	1,31	0,9	0,11	421	0,61			
2/06-18-75-08W6	**171274**		0,45	1,01	1,33	0,12	428	1,1			
	171275		0,76	1,19	1,48	0,12	434	1,11			

Annexe 4 : Composition minéralogique massique obtenue par DRX.

Puits	Geochim	Petra	Albite	Calcite	Dolomite	Illite	Microcline	Muscovite	Pyrite	Quartz	Barite	Chlorite	Orthoclase	Kaolinite	Sanidine
0/06-27-76-12W6	**171270**	**2661**	10,1	3,1	14,0	6,2	1,0	9,6	5,0	36,6	0,4	1,8	6,7	2,2	3,3
	171271	**2662**													
0/06-09-75-08W6	**171272**	**2663**	13,3	2,9	15,3	4,6	1,0	9,5	3,3	37,6	0,5	2,5	5,2	2,0	2,4
	171273	**2664**	13,1	2,8	15,0	4,4	1,3	11,5	3,6	35,4	0,5	2,4	4,8	2,6	2,6
	171273	**2665**	13,7	2,9	17,6	4,4	1,3	11,2	3,4	34,3	0,5	2,5	3,9	2,1	2,3
2/06-18-75-08W6	**171274**	**2666**	11,3	2,6	13,9	5,6	1,4	11,2	5,0	34,4	0,4	1,9	7,6	1,7	3,0
	171275	**2667**	10,4	3,8	12,7	8,6	1,5	12,4	8,7	25,4	0,6	2,6	8,0	1,9	3,5
C-30-I/94-B-15	**173896**	**3360**	6,0	8,8	19,1	4,1		17,7	4,4	34,5			5,3		
	173897	**3361**	5,9	8,4	18,9	4,2		18,0	4,6	34,9			5,2		
	173905	**3369**	13,8	9,2	12,2	1,4		12,0	1,5	42,6			7,3		
	173906	**3370**	6,7	10,4	8,4	5,0		21,6	5,1	36,6			6,4		
15-11-091-12W6	**174158**	**3675**	5,4	0,9	9,6	5,3		22,3	12,1	22,8			21,6		
	174159	**3676**	5,0	0,6	8,6	6,0		24,3	13,5	18,4			23,6		
14-32-073-08W6	**174160**	**3673**	5,3	0,0	33,5	3,1		15,4	4,1	24,3			14,2		
	174161	**3674**	2,3	0,0	30,7	2,8		11,7	4,6	25,0			22,9		
16-22-076-12W6	**174162**	**3677**	5,0	0,4	42,9	3,9		15,1	6,4	20,1			6,1		
	174163	**3678**	5,5	0,5	42,4	3,5		15,8	6,0	17,7			8,5		

Annexe 5 : Densité des minéraux

Densité des minéraux pour les échantillons de la formation Doig et Montney séquence 3 :

Densité (g/cm^3)	**174158**	**174159**	**174160**	**174161**	**174162**	**174163**	**173896**	**173897**	**173905**	**173906**
Quartz	2,66	2,66	2,7	2,67	2,67	2,67	2,67	2,67	2,65	2,67
Calcite	2,74	2,74	2,7	2,74	2,74	2,74	2,74	2,73	2,72	2,74
Dolomite	2,87	2,87	2,9	2,9	2,88	2,88	2,89	2,88	2,85	2,88
Pyrite	5,04	5,04	5	5,04	5,04	5,04	5,04	5,04	5,01	5,04
Muscovite	2,79	2,79	2,8	2,78	2,78	2,78	2,79	2,79	2,84	2,8
Illite	2,82	2,82	2,8	2,82	2,82	2,82	2,82	2,82	2,77	2,82
Albite	2,52	2,52	2,5	2,52	2,52	2,52	2,52	2,52	2,52	2,52
Orthose	2,55	2,55	2,5	2,56	2,58	2,57	2,58	2,58	2,57	2,58

Densité des minéraux pour les échantillons de la formation Montney séquence 2 (**2261-2663-2664-2665-2666-2667**) :

Minerals	Density (g/cm^{-3})
Albite	2,62
Calcite	2,64
Dolomite	2,84
Illite	2,76
Microcline	2,53
Muscovite	2,85
Pyrite	4,96
Quartz-alpha-1bar	2,65
Clinochlore	2,6
Orthose	2,55
Kaolinite	2,6
Sanidine	2,57
Barite	4,19

Annexe 6 : Computation of shale mineral content (volume percentage) from XRD and Rock-Eval analyses.

Data from quantitative XRD analysis

Identification of N minerals: i=1 to N

Output = weight content of mineral i and its density $\rho_i = \frac{m_i}{V_i}$ (Rietveld method)

$$w_i = \frac{m_i}{m_s^{min}}$$

Where m_i is the mass of mineral i, V_i its volume and $m_s^{min} = \sum_{i=0}^{N} m_i$.

The obtained data allow the computation of the solid density of the mineral phase given by:

$$\rho_s^{min} = \frac{m_s^{min}}{V_s^{min}}$$

Where $V_s^{min} = \sum_{i=0}^{N} V_i$

We have:

$$\frac{w_i}{\rho_i} = \frac{V_i}{m_s^{min}}$$

Which yields:

$$\sum_{i=1}^{N} \frac{w_i}{\rho_i} = \frac{\sum_{i=1}^{N} V_i}{m_s^{min}} = \frac{V_s^{min}}{m_s^{min}} = \frac{1}{\rho_s^{min}}$$

We finally get:

$$\rho_s^{min} = \frac{1}{\sum_{i=1}^{N} \frac{w_i}{\rho_i}}$$

Data from Rock-Eval

Output = TOC (weight percentage):

$$\text{TOC} = \frac{m_C}{m_s}$$

Where m_C is the mass of organic carbon and $m_s = \sum_{i=0}^{N} m_i + m_{OM}$, m_{OM} being the mass of organic matter.

Organic matter (weight percentage):

$$W_{OM} = \frac{m_{OM}}{m_s} = \alpha \text{ TOC}$$

According to Rock-Eval calibration: $\alpha = \frac{1}{0.83} = 1{,}2$ (Behal *et al.*, 2001).

Computation of mineral and organic weight contents

$$W_i = \frac{m_i}{m_s} = w_i \frac{m_s^{min}}{m_s} = w_i(1 - W_{OM}) = w_i(1 - \alpha \text{ TOC})$$

$$W_{OM} = \alpha \text{ TOC}$$

Computation of solid density (g/cm^3)

$$\rho_s = \frac{m_s}{V_s}$$

Where $V_s = \sum_{i=0}^{N} V_i + V_{OM}$, V_{OM} being the volume of organic matter.

We have:

$$\frac{W_i}{\rho_i} = \frac{m_i}{m_s}\frac{V_i}{m_i} = \frac{V_i}{m_s}$$

Which yields:

$$\sum_{i=1}^{N} \frac{W_i}{\rho_i} + \frac{W_{OM}}{\rho_{OM}} = \frac{\sum_{i=1}^{N} V_i + V_{OM}}{m_s} = \frac{V_s}{m_s} = \frac{1}{\rho_s}$$

We finally get:

$$\rho_s = \frac{1}{\sum_{i=1}^{N} \frac{W_i}{\rho_i} + \frac{W_{OM}}{\rho_{OM}}} = \frac{1}{(1 - W_{OM})\left(\sum_{i=1}^{N} \frac{w_i}{\rho_i}\right) + \frac{W_{OM}}{\rho_{OM}}} = \frac{1}{\frac{1 - \alpha\,\mathrm{TOC}}{\rho_s^{min}} + \frac{\alpha\,\mathrm{TOC}}{\rho_{OM}}}$$

Computation of mineral and organic volume fractions

$$f_i = \frac{V_i}{V_s} = \frac{m_i}{\rho_i}\frac{\rho_s}{m_s} = \frac{\rho_s}{\rho_i} W_i$$

$$f_{OM} = \frac{V_{OM}}{V_s} = \frac{m_{OM}}{\rho_{OM}}\frac{\rho_s}{m_s} = \frac{\rho_s}{\rho_{OM}} W_{OM}$$

Where $\rho_{OM} = \frac{m_{OM}}{V_{OM}}$ is the organic matter density taken equal to 1.3 g/cm^3.

Annexe 7 : Composition volumique des échantillons soumis à l'essai pétroacoustiques.

Puits	Géochim	Pétra	Albite	Calcite	Dolomite	Illite	Microcline	Muscovite	Pyrite	Quartz	Barite	Chlorite	Orthoclase	Kaolinite	Sanidine	MO	Solid density (g/cm³)
15-11-091-12W6	**174158**	**3675**	5,7	0,9	8,9	5,0		21,3	6,4	22,8			22,6			6,4	2,75
	174159	**3676**	5,3	0,6	7,9	5,6		23,1	7,1	18,3			24,5			7,5	2,75
14-32-073-08W6	**174160**	**3673**	5,7	0,0	31,1	3,0		14,8	2,2	24,2			15,3			3,4	2,73
	174161	**3674**	2,5	0,0	28,4	2,7		11,3	2,5	25,1			24,0			3,1	2,73
16-22-076-12W6	**174162**	**3677**	5,1	0,4	38,3	3,6		14,0	3,3	19,3			6,1			9,9	2,70
	174163	**3678**	5,6	0,5	37,8	3,2		14,6	3,1	17,0			8,5			9,5	2,69
C-30-I/94-B-15	**173896**	**3360**	5,9	8,0	16,4	3,6		15,7	2,2	32,0			5,1			11,1	2,62
	173897	**3361**	5,8	7,6	16,2	3,7		15,9	2,2	32,2			5,0			11,5	2,61
	173905	**3369**	13,8	8,5	10,8	1,3		10,7	0,8	40,6			7,2			6,8	2,61
	173906	**3370**	6,8	9,7	7,5	4,5		19,7	2,6	35,0			6,3			7,8	2,66
0/06-27-76-12W6	**171270**	**2661**	10,0	3,0	12,8	5,8	1,0	8,7	2,6	35,9	0,2	1,8	6,8	2,2	3,3	5,6	2,67
	171271	**2662**															
0/06-09-75-08W6	**171272**	**2663**	13,7	3,0	14,5	4,5	1,1	9,0	1,8	38,2	0,3	2,6	5,5	2,1	2,5	1,5	2,71
	171273	**2664**	13,5	2,9	14,3	4,3	1,4	10,9	2,0	36,1	0,3	2,5	5,1	2,7	2,7	1,5	2,72
	171273	**2665**	14,1	3,0	16,7	4,3	1,4	10,6	1,8	34,9	0,3	2,6	4,1	2,2	2,4	1,5	2,72
2/06-18-75-08W6	**171274**	**2666**	11,5	2,6	13,1	5,4	1,5	10,5	2,7	34,8	0,3	2,0	8,0	1,8	3,1	2,8	2,71
	171275	**2667**	10,8	3,9	12,2	8,5	1,6	11,9	4,8	26,1	0,4	2,7	8,6	2,0	3,7	2,8	2,76

Annexe 8 : Modules d'indentation relevés dans la littérature.

	Sources	E_{ind} (GPa)	Comments
Quartz	Kumar et al. (2012)	99±1	
	Simmons and Wang (1971) dans Kumar et al. (2012)	90-100	
	Whitney et al. (2007)	117±3	
	Ahmadov (2011)	87,3	
Albite			
Calcite	Kumar et al. (2012)	79±1	Orientation (0,01)
		83±1	Orientation (0,1,0)
		87±1	Orientation (0,0,1)
	Simmons and Wang (1971) dans Kumar et al. (2012)	69-98	
Dolomite	Ahmadov (2011)	115,8	
Clays	Bennet et al. (2009)	20,4±2,9	Bedding plane normal
		25,9±5,7	Bedding plane perpendicular
Muscovite			
Pyrite	Kumar et al. (2012)	297±33	
	Ahmadov (2011)	256,7	
	Simmons and Wang (1971) dans Kumar et al. (2012)	250-310	
Orthoclase	Whitney et al. (2007)	89±7	
Organic Matters	Zeszotarski et al. (2004)	10,5±0,7	Woodford Fm, perpendicular to bedding plane (Tmax=521°C – immature) (N=40)
		10,5±1	Woodford Fm, parrallel to beding plane (Tmax=521°C - immature) (N=29)
		11,1±0,6	Woodford Fm, parrallel to beding plane (Tmax=521°C - immature) (N=49)
	Bennett et al. (2015)	8,8±3,1	Woodford Fm, Bedding plane normal (Ro between 0 and 1% - oil windows) (N= deconvolution)
		6,5	Woodford Fm, Bedding plane perpendicular (oil windows Ro between 0 and 1%)(N= deconvolution)
	Ahmadov (2011)	5,9	Bazhenov Fm (Ro =0,78% - early mature)
		11,9	Lockatong Fm (Ro =2,58% - overmature)

Annexe 9 : Résultats des indentations par échantillon.

Montney S3 – très mature – 3361 - Vertical					
	N	E_{ind}	STD E_{ind}	H	STD H
Quartz	97	96,8	6,8	12,6	0,9
Albite	34	79,9	8,5	9,4	0,9
Orthoclase	34	73,1	4,9	8,8	0,9
Calcite	38	70,1	8,3	2,5	0,3
Dolomite	57	104,9	8,4	5,8	0,6
Muscovite	11	55,7	9,6	1,5	0,4
Illite	15	43	6,7	1	0,3
MO	2	20,7	0,4	0,8	0,4

Montney S3 – très mature – 3361 - Horizontal					
	N	E_{ind}	STD E_{ind}	H	STD H
Quartz	222	97,4	6,3	12,8	0,9
Albite	64	85,5	5,3	10,1	0,7
Orthoclase	11	68,5	5,6	9,2	0,4
Calcite	73	73,3	5,4	2,5	0,2
Dolomite	110	107	6,7	6,4	0,5
Muscovite	37	46,6	9,6	2,1	0,8
Illite	7	39,4	7,1	1,1	0,1
MO	6	17,4	2,9	0,4	0,1

DOIG – Peu mature – 3675 - Vertical					
	N	E_{ind}	STD E_{ind}	H	STD H
Quartz	89	93,7	9,2	12,9	1,3
Albite	7	74,3	17,5	8,6	1,6
Orthoclase	14	68,5	4,3	8,5	0,4
Calcite					
Dolomite	36	97	11,9	5,9	0,7
Muscovite	7	51,6	12,1	1,1	0,5
Illite - muscovite	156	41,2	7,7	0,9	0,4
MO	3	13	4,9	0,3	0,1

DOIG – mature – 3674 - Vertical					
	N	E_{ind}	STD E_{ind}	H	STD H
Quartz	162	94,2	5,7	12	0,9
Albite	4	80,6	5,6	8,7	0,3
Orthoclase	45	70,5	4,1	8,9	0,7
Calcite					
Dolomite	160	115,4	9,7	5,8	0,5
Muscovite	7	67,8	9,6	2,1	0,8
Illite	9	44,5	7,6	1,1	0,4
MO					

DOIG – mature – 3674 - Horizontal					
	N	E_{ind}	STD E_{ind}	H	STD H
Quartz	90	94,9	6,3	13,2	1,2
Albite	9	83,2	3,4	10,5	0,7
Orthoclase	37	75,2	6	9,3	1
Calcite					
Dolomite	134	109	12,8	6,2	0,6
Muscovite	7	43,9	7,7	2,2	0,6
Illite	25	36,9	7,8	1,3	0,4
MO	1	14,6		1,6	

Annexe 10 : Estimations des vitesses et des paramètres d'anisotropie pour les échantillons sélectionnés de la base de données et des formations Montney et Doig à partir du modèle simplifié et en utilisant les coefficients élastiques des argiles de Sayers (2005)

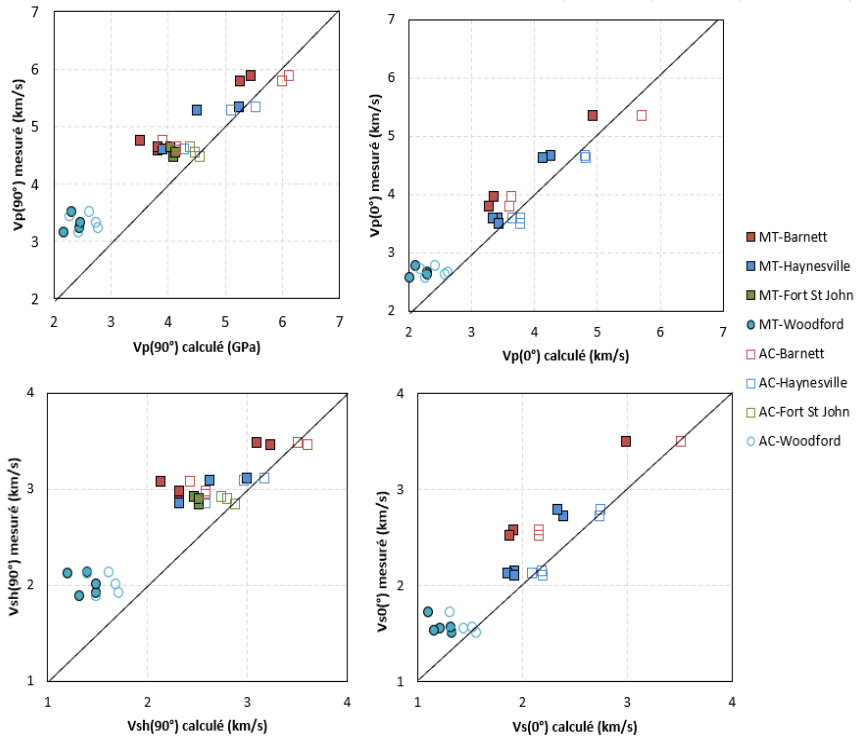


Figure – Estimations des vitesses de la base de données.

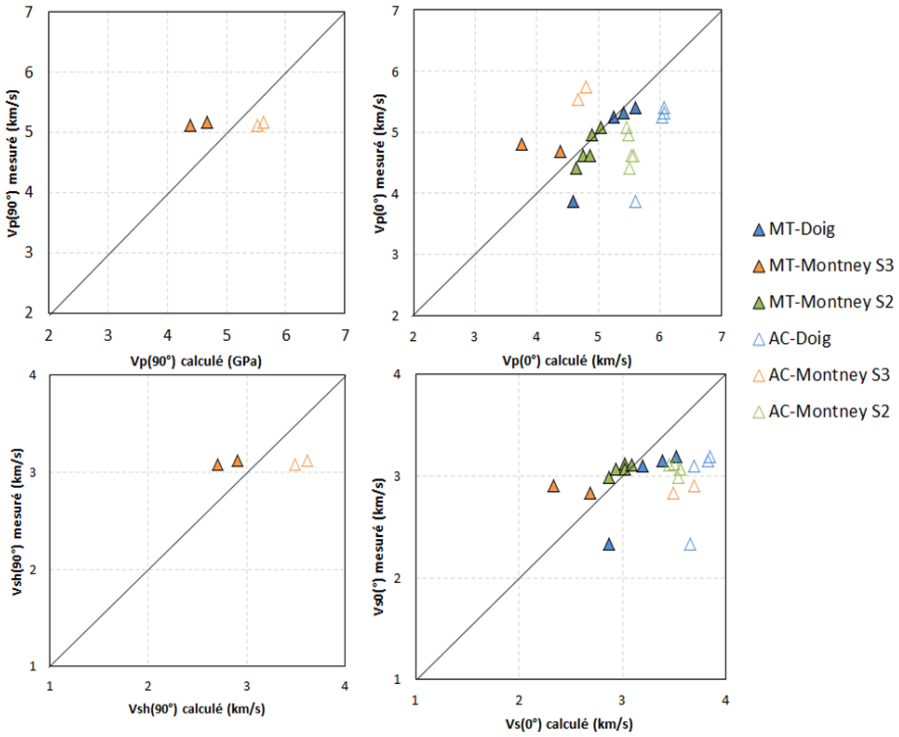


Figure – Estimations des vitesses des formations Montney et Doig.

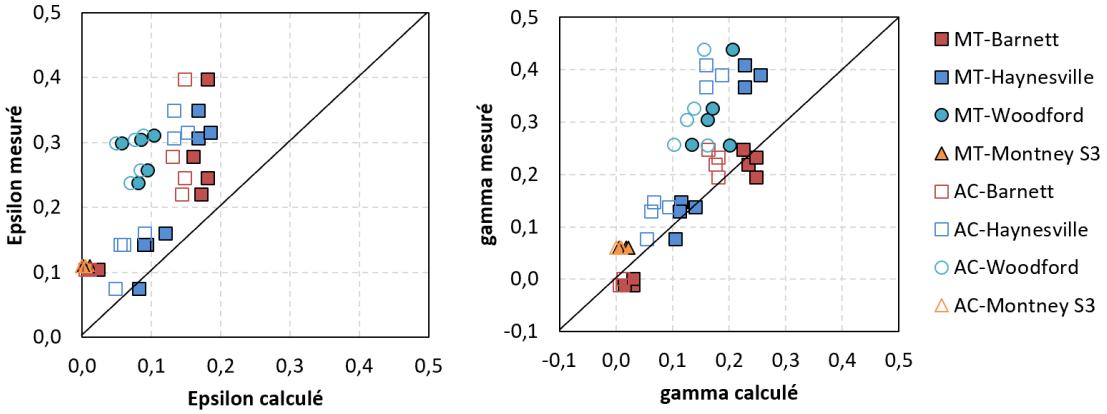


Figure – Estimations des paramètres d'anisotropie des échantillons de la base de données et des formations Montney et Doig.

Annexe 11 : Estimations des vitesses et des paramètres d'anisotropie pour les échantillons sélectionnés de la base de données et des formations Montney et Doig à partir du modèle simplifié et en utilisant les coefficients élastiques des argiles de Bayuk et al. (2007)

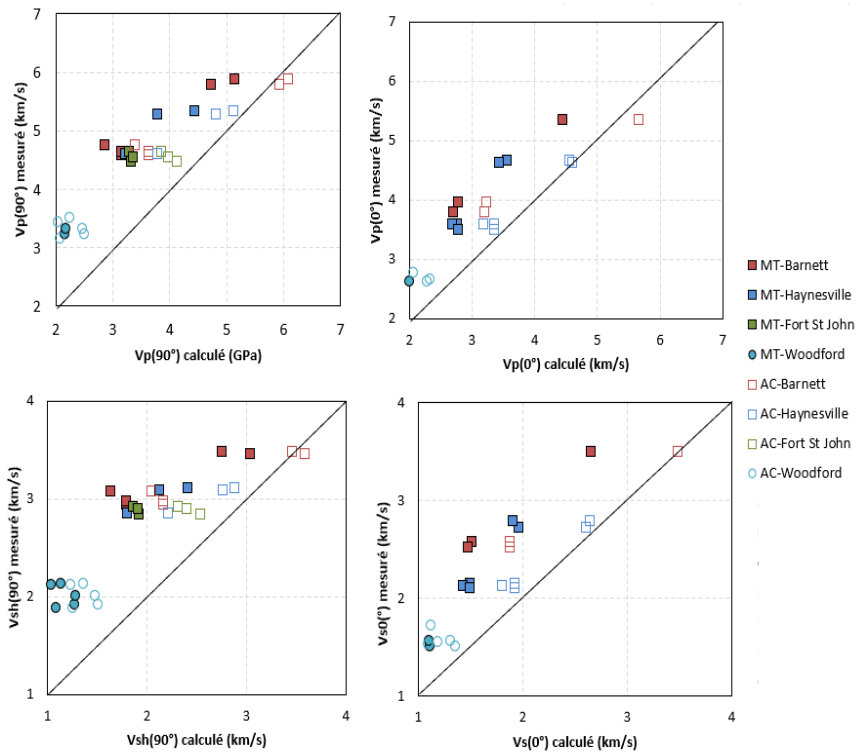


Figure – Estimations des vitesses des échantillons de la base de données.

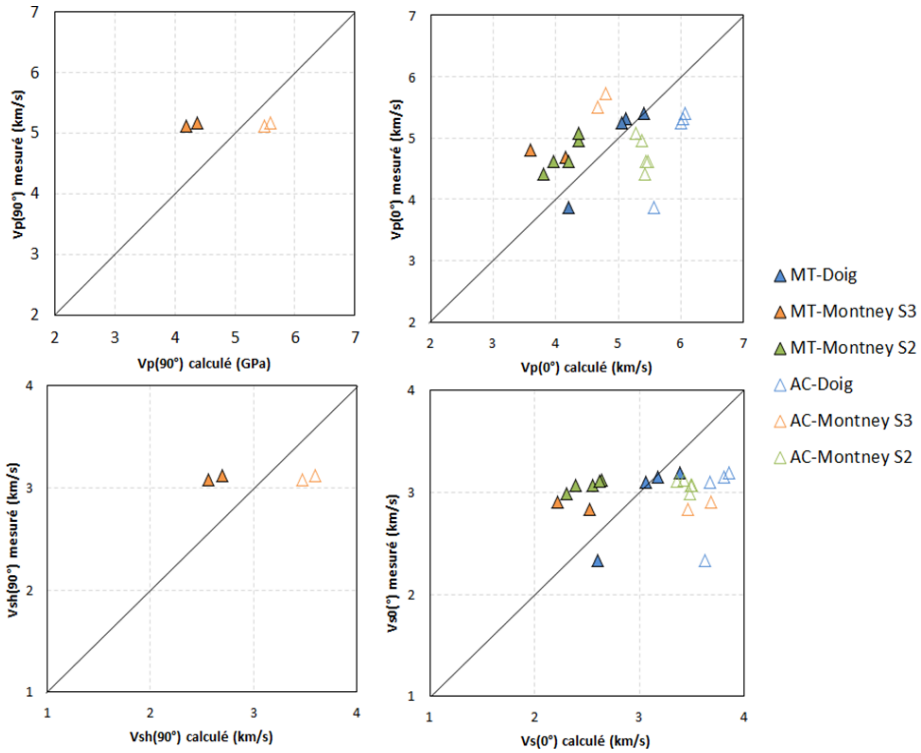


Figure – Estimations des vitesses des échantillons des formations Montney et Doig.

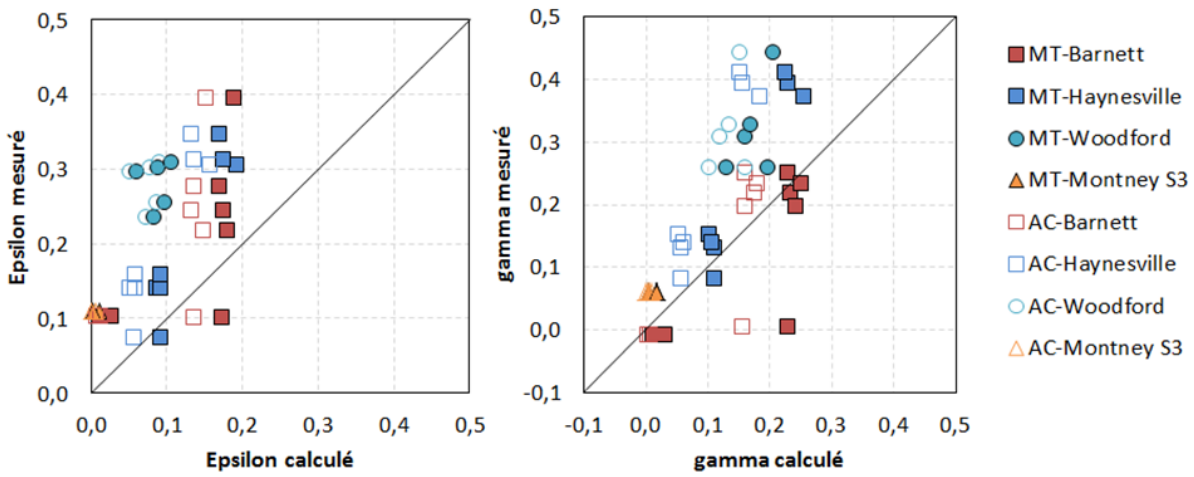


Figure – Estimations des paramètres d'anisotropie des échantillons de la base de données et des formations Montney et Doig.

Références

Abedi, Sara; Slim, Mirna; Hofmann, Ronny; Bryndzia, Taras; Ulm, Franz-Josef (2016a): Nanochemo-mechanical signature of organic-rich shales. A coupled indentation–EDX analysis. In *Acta Geotech.* 11 (3), pp. 559–572. DOI: 10.1007/s11440-015-0426-4.

Abedi, Sara; Slim, Mirna; Ulm, Franz-Josef (2016b): Nanomechanics of organic-rich shales. The role of thermal maturity and organic matter content on texture. In *Acta Geotech.* 11 (4), pp. 775–787. DOI: 10.1007/s11440-016-0476-2.

Abousleiman, Younane; Tran, Minh; Hoang, Son; Bobko, Christopher; Ortega, Alberto; Ulm, Franz-Joseph (2007): Geomechanics Field and Laboratory Characterization of the Woodford Shale: The Next Gas Play. In : SPE Annual Technical Conference and Exhibition.

Ahmadov, R. S. (2011): Microtextural, elastic and transport properties of source rocks. Ph.D. sa, Stanford University.

Ahmed, Usman (Ed.) (op. 2016): Unconventional oil and gas resources. Exploitation and development. Boca Raton, London, New York: CRC Press, Taylor & Francis Group (Emerging trends and technologies in petroleum engineering).

Anderson, S D.A; RokosH, C D; Pawlowicz, J G; Berhane, H; Beaton, A P (2010): Mineralogy, Permeametry, Mercury Porosimetry, Pycnometry and Scanning Electron Microscope Imaging of the Montney Formation in Alberta: Shale Gas Data Release Energy Resources Conservation Board.

Athy, L F (1930): Density, porosity, and compaction of sedimentary rocks. In *AAPG Bulletin* 14(1), 1930.

Bass, J. D. (1995): Elasticity of Minerals, Glasses, and Melts. In T. J. Ahrens (Ed.): Handbook of physical constants. Washington, DC: American Geophysical Union (AGU reference shelf), pp. 45–63.

Baudin, François; Tribovillard, Nicolas; Trichet, Jean (2018): Géologie de la matière organique. 2e édition. [Paris]: EDP Sciences (Géosphères).

Baudin, François; Tribovillard, Nicolas-Pierre; Trichet, Jean (2007): Géologie de la matière organique. Paris: Société géologique de France : Vuibert (Collection "Interactions").

Beauchamp, Jacques (2005): Les argiles, 2005. Available online at https://www.u-picardie.fr/beauchamp/mst/argiles.htm.

Behar, F.; Beaumont, V.; De B. Penteado, H. L. (2001): Rock-Eval 6 Technology. Performances and Developments. In *Oil & Gas Science and Technology - Rev. IFP* 56 (2), pp. 111–134. DOI: 10.2516/ogst:2001013.

Bennett, Kane C.; Berla, Lucas A.; Nix, William D.; Borja, Ronaldo I. (2015): Instrumented nanoindentation and 3D mechanistic modeling of a shale at multiple scales. In *Acta Geotech.* 10 (1), pp. 1–14. DOI: 10.1007/s11440-014-0363-7.

Bernard, Sylvain; Wirth, Richard; Schreiber, Anja; Schulz, Hans-Martin; Horsfield, Brian (2012): Formation of nanoporous pyrobitumen residues during maturation of the Barnett Shale (Fort Worth Basin). In *International Journal of Coal Geology* 103, pp. 3–11. DOI: 10.1016/j.coal.2012.04.010.

Blachier, Christian; Jacquet, Alain; Mosquet, Martin; Michot, Laurent; Baravian, Christophe (2014): Impact of clay mineral particle morphology on the rheological properties of dispersions. A combined X-ray scattering, transmission electronic microscopy and flow rheology study. In *Applied Clay Science* 87, pp. 87–96. DOI: 10.1016/j.clay.2013.11.004.

Bobko, Christopher (2008): Assessing the Mechanical Microstructure of Shale by Nanoindentation: The Link Between Mineral Composition and Mechanical Properties. Ph.D. thesis, Massachusetts Institute of Technology.

Chalmers, Gareth R.; Bustin, R. Marc; Power, Ian M. (2012): Characterization of gas shale pore systems by porosimetry, pycnometry, surface area, and field emission scanning electron microscopy/transmission electron microscopy image analyses. Examples from the Barnett, Woodford, Haynesville, Marcellus, and Doig units. In *AAPG Bulletin* 96 (6), pp. 1099–1119. DOI: 10.1306/10171111052.

Chalmers, Gareth R.L.; Bustin, R. Marc (2012): Geological evaluation of Halfway–Doig–Montney hybrid gas shale–tight gas reservoir, northeastern British Columbia. In *Marine and Petroleum Geology* 38 (1), pp. 53–72. DOI: 10.1016/j.marpetgeo.2012.08.004.

Chalmers, Gareth R.L.; Bustin, R. Marc (2015): Porosity and pore size distribution of deeply-buried fine-grained rocks. Influence of diagenetic and metamorphic processes on shale reservoir quality and exploration. In *Journal of Unconventional Oil and Gas Resources* 12, pp. 134–142. DOI: 10.1016/j.juogr.2015.09.005.

Choquette, P W; Pray, L C (1970): Geologic nomenclature and classification of porosity in sedimentary carbonates. In *AAPG Bulletin* 54, pp. 207–244.

Clarkson, C. R.; Solano, N.; Bustin, R. M.; Bustin, A.M.M.; Chalmers, G.R.L.; He, L. et al. (2013): Pore structure characterization of North American shale gas reservoirs using USANS/SANS, gas adsorption, and mercury intrusion. In *Fuel* 103, pp. 606–616. DOI: 10.1016/j.fuel.2012.06.119.

Constantinides, G.; Ravi Chandran, K. S.; Ulm, F.-J.; van Vliet, K. J. (2006): Grid indentation analysis of composite microstructure and mechanics. Principles and validation. In *Materials Science and Engineering: A* 430 (1-2), pp. 189–202. DOI: 10.1016/j.msea.2006.05.125.

Crombez, Vincent (2016); Pétrofaciès, sédimentologie et architecture stratigraphique des roches riches en matière organique : étude multi-approches des formations Montney et Doig (Trias inferieur et moyen, Alberta - Colombie Britannique, Canada). Institut des Sciences de la Terre de Paris. IFP Energies Nouvelles.

Crombez, Vincent; Baudin, François; Rohais, Sébastien; Riquier, Laurent; Euzen, Tristan; Pauthier, Stanislas et al. (2016): Basin scale distribution of organic matter in marine fine-grained sedimentary rocks. Insight from sequence stratigraphy and multi-proxies analysis in

the Montney and Doig Formations. In *Marine and Petroleum Geology* 83, pp. 382–401. DOI: 10.1016/j.marpetgeo.2016.10.013.

Crombez, Vincent; Rohais, Sébastien; Baudin, François; Chauveau, Benoit; Euzen, Tristan; Granjeon, Didier; Wendebourg, Johannes (2017): Controlling factors on source rock development. Implications from 3D stratigraphic modeling of Triassic deposits in the Western Canada Sedimentary Basin. In *Bull. Soc. géol. Fr.* 188 (5), p. 30. DOI: 10.1051/bsgf/2017188.

Cui, Albert; Wust, Raphael; Nassichuk, Brent; Glover, Ken; Brezovski, Ron; Twemlow, Cory (2013): A Nearly Complete Characterization of Permeability to Hydrocarbon Gas and Liquid for Unconventional Reservoirs: A Challenge to Conventional Thinking. In : Unconventional Resources Technology Conference 2013 URTeC 1582375, pp. 1716–1732.

Curtis, Mark E.; Cardott, Brian J.; Sondergeld, Carl H.; Rai, Chandra S. (2012a): Development of organic porosity in the Woodford Shale with increasing thermal maturity. In *International Journal of Coal Geology* 103, pp. 26–31. DOI: 10.1016/j.coal.2012.08.004.

Curtis, Mark E.; Sondergeld, Carl H.; Ambrose, Raymond J.; Rai, Chandra S. (2012b): Microstructural investigation of gas shales in two and three dimensions using nanometer-scale resolution imaging. In *AAPG Bulletin* 96 (4), pp. 665–677. DOI: 10.1306/08151110188.

Curtis, Mark Erman; Ambrose, Raymond Joseph; Sondergeld, Carl H. (2010): Structural Characterization of Gas Shales on the Micro- and Nano-Scales. In : Canadian Unconventional Resources and International 2010.

Curtis, Mark Erman; Ambrose, Raymond Joseph; Sondergeld, Carl H.; Rai, Chandra Shekhar (2011): Transmission and Scanning Electron Microscopy Investigation of Pore Connectivity of Gas Shales on the Nanoscale. In : North American Unconventional Gas Conference 2011.

Deirieh, A.; Ortega, J. A.; Ulm, F.-J.; Abousleiman, Y. (2012): Nanochemomechanical assessment of shale. A coupled WDS-indentation analysis. In *Acta Geotech.* 7 (4), pp. 271–295. DOI: 10.1007/s11440-012-0185-4.

Donnelly, Eve; Baker, Shefford P.; Boskey, Adele L.; van der Meulen, Marjolein C. H. (2006): Effects of surface roughness and maximum load on the mechanical properties of cancellous bone measured by nanoindentation. In *Journal of biomedical materials research. Part A* 77 (2), pp. 426–435. DOI: 10.1002/jbm.a.30633.

Ducros, M.; Euzen, T.; Crombez, V.; Sassi, W.; Vially, R. (2016): 2-D basin modeling of the WCSB across the Montney-Doig system: implications for hydrocarbon migration pathways and unconventional resources potential. In *AbuAli, M., Moretti, I. (Eds.), Petroleum System Case Studies: AAPG Memoir 114*, 2016.

Dunn, L.; Schmidt, G; Hammermaster, K; Brown, M; Bernard, R; Wen, E et al. (1992): The Duvernay Formation (Devonian): Sedimentology and Reservoir Characterization of a Shale Gas/Liquids play in Alberta, Canada. In *Geoconvention: Vision 2012*.

Durand, B. (1987): Du kérogène au pétrole et au charbon : les voies et les mécanismes des transformations des matières organiques sédimentaires au cours de l'enfouissement. In *Mém. Soc. géol. Fr.* 151, pp. 77–95.

Durand, Bernard (Ed.) (1980): Kerogen. Insoluble organic matter from sedimentary rocks. Paris: Technip.

Edman, J D; Surdam, R C (1986): Organic-Inorganic Interaction as a mechanism for porosity enhancement in the Upper Cretaceous Ericson Sandstone, Green River basin, Wyoming. In *Don Gauthier (Ed.) Roles of Organic Matter in Sediment Diagenesis SEPM. publ.,38,*, pp. 89–109.

Fischer-Cripps, Anthony C. (2002): Factors Affecting Nanoindentation Test Data. In Anthony C. Fischer-Cripps (Ed.): Nanoindentation. New York: Springer (Mechanical Engineering Series), pp. 61–82.

Fischer-Cripps, Anthony C.; Frederick, F. Ling; Winer, Ward O.; Bergles, Arthur E.; Klutke, Georgia A.; Wang, Kuo K. et al. (2011): Nanoindentation. New York, NY: Springer New York.

Fishman, Neil S.; Hackley, Paul C.; Lowers, Heather A.; Hill, Ronald J.; Egenhoff, Sven O.; Eberl, Dennis D.; Blum, Alex E. (2012): The nature of porosity in organic-rich mudstones of the Upper Jurassic Kimmeridge Clay Formation, North Sea, offshore United Kingdom. In *International Journal of Coal Geology* 103, pp. 32–50. DOI: 10.1016/j.coal.2012.07.012.

Ghanizadeh, A.; Clarkson, C. R.; Aquino, S.; Ardakani, O. H.; Sanei, H. (2015): Petrophysical and geomechanical characteristics of Canadian tight oil and liquid-rich gas reservoirs. II. Geomechanical property estimation. In *Fuel* 153, pp. 682–691. DOI: 10.1016/j.fuel.2015.02.113.

Giles, Melvyn R. (1997): Diagenesis. A quantitative perspective : implications for basin modelling and rock property prediction. Dordrecht, Boston: Kluwer Academic Publishers.

Grunberger, Daniel (1995): Etude expérimentale de l'évolution des microstructures et des propriétés physiques et mécaniques des argiles au cours de la compaction. Université de Montpellier II.

Hedberg, H (1936): Gravitational compaction of clays and shales. In *American Journal of Science* 31, pp. 241–287.

Hermanrud, C (1993): Basin modelling techniques: an overview, in Basin Modelling: advances and applications. Elsevier: A.G dore.

Hook, R (1678): De potentiâ restitutiva.

Hornby, Brian E. (1998): Experimental laboratory determination of the dynamic elastic properties of wet, drained shales. In *J. Geophys. Res.* 103 (B12), pp. 29945–29964. DOI: 10.1029/97JB02380.

Hunt, John Meacham (1996): Petroleum geochemistry and geology. 2. ed. New York: W.H. Freeman & Company.

Jarvie, Daniel M.; Hill, Ronald J.; Ruble, Tim E.; Pollastro, Richard M. (2007): Unconventional shale-gas systems. The Mississippian Barnett Shale of north-central Texas as one model for thermogenic shale-gas assessment. In *AAPG Bulletin* 91 (4), pp. 475–499. DOI: 10.1306/12190606068.

Jennings, D S; Antia, J (2013): Petrographic characterization of the Eagle Ford Shale, south Texas: Mineralogy, common constituents, and distribution of nanometerscale pore types. In : Electron Microscopy of Shale Hydrocarbon Reservoirs (AAPG Memoir, 102).

Jiang, Tao; Lu, Kefei; Metwally, Yasser; Chesnokov, Evgeny M. (2013): Microstructure properties of Barnett Shale cores using GSA inversion. In : SEG Technical Program Expanded Abstracts 2013, pp. 2953–2957.

Kale, Sagar Vivek; Rai, Chandra Shekhar; Sondergeld, Carl H. (2013): Petrophysical Characterization of Barnett Shale. In : SPE Unconventional Gas Conference. SPE Unconventional Gas Conference. Pittsburgh, Pennsylvania, USA, 2010-02-23: Society of Petroleum Engineers.

Klaver, Jop; Desbois, Guillaume; Littke, Ralf; Urai, Janos L. (2015): BIB-SEM characterization of pore space morphology and distribution in postmature to overmature samples from the Haynesville and Bossier Shales. In *Marine and Petroleum Geology* 59, pp. 451–466. DOI: 10.1016/j.marpetgeo.2014.09.020.

Korvin, G. (1984): Shale compaction and statistical physics. In *Geophysical Journal International* 78 (1), pp. 35–50. DOI: 10.1111/j.1365-246X.1984.tb06470.x.

Kumar, Vikas; Sondergeld, Carl H.; Rai, Chandra Shekhar (2013): Nano to Macro Mechanical Characterization of Shale. In : SPE Annual Technical Conference and Exhibition. SPE Annual Technical Conference and Exhibition. San Antonio, Texas, USA, 2012-10-08: Society of Petroleum Engineers.

Lafargue, E.; Marquis, F.; Pillot, D. (1998): Rock-Eval 6 Applications in Hydrocarbon Exploration, Production, and Soil Contamination Studies. In *Rev. Inst. Fr. Pét.* 53 (4), pp. 421–437. DOI: 10.2516/ogst:1998036.

Lan, Qing; Xu, Mingxiang; Binazadeh, Mojtaba; Dehghanpour, Hassan; Wood, James M. (2015): A comparative investigation of shale wettability. The significance of pore connectivity. In *Journal of Natural Gas Science and Engineering* 27, pp. 1174–1188. DOI: 10.1016/j.jngse.2015.09.064.

Larsson, P.-L.; Giannakopoulos, A. E.; SÖderlund, E.; Rowcliffe, D. J.; Vestergaard, R. (1996): Analysis of Berkovich indentation. In *International Journal of Solids and Structures* 33 (2), pp. 221–248. DOI: 10.1016/0020-7683(95)00033-7.

Loucks, R G; Reed, R M; Ruppel, S C; Hammes, U (2010): Preliminary classification of matrix pores in mudrocks. In *Gulf Coast Association of Geological Societies Transactions* 60 (435-441).

Loucks, R. G.; Reed, R. M.; Ruppel, S. C.; Jarvie, D. M. (2009): Morphology, Genesis, and Distribution of Nanometer-Scale Pores in Siliceous Mudstones of the Mississippian Barnett Shale. In *Journal of Sedimentary Research* 79 (12), pp. 848–861. DOI: 10.2110/jsr.2009.092.

Loucks, Robert G; Reed, Robert M; Ruppel, Stephen C; Hammes, Ursula (2011): ABSTRACT: Spectrum of Pore Types in Siliceous Mudstones in Shale-Gas Systems; #90122 (2011). In *AAPG Search and Discovery Article #90122*.

Loucks, Robert G.; Reed, Robert M.; Ruppel, Stephen C.; Hammes, Ursula (2012): Spectrum of pore types and networks in mudrocks and a descriptive classification for matrix-related mudrock pores. In *AAPG Bulletin* 96 (6), pp. 1071–1098. DOI: 10.1306/08171111061.

Mastalerz, Maria; Schimmelmann, Arndt; Drobniak, Agnieszka; Chen, Yanyan (2013): Porosity of Devonian and Mississippian New Albany Shale across a maturation gradient. Insights from organic petrology, gas adsorption, and mercury intrusion. In AAPG *Bulletin* 97 (10), pp. 1621–1643. DOI: 10.1306/04011312194.

Mavko, Gary; Mukerji, Tapan; Dvorkin, Jack (2009): The rock physics handbook. Tools for seismic analysis of porous media. 2nd ed. Cambridge, UK, New York: Cambridge University Press.

Meunier, Alain (2003): Argiles. With assistance of Bruce D. Velde. Paris: Contemporary publishing international-GB science (Collection Géosciences)

Miller, Mahalia; Bobko, Christopher; Vandamme, Matthieu; Ulm, Franz-Josef (2008): Surface roughness criteria for cement paste nanoindentation. In *Cement and Concrete Research* 38 (4), pp. 467–476. DOI: 10.1016/j.cemconres.2007.11.014.

Milliken, Kitty L.; Rudnicki, Mark; Awwiller, David N.; Zhang, Tongwei (2013): Organic matter-hosted pore system, Marcellus Formation (Devonian), Pennsylvania. In *AAPG Bulletin 97 (2)*, pp. 177–200. DOI: 10.1306/07231212048.

Modica, Christopher J.; Lapierre, Scott G. (2012): Estimation of kerogen porosity in source rocks as a function of thermal transformation. Example from the Mowry Shale in the Powder River Basin of Wyoming. In *AAPG Bulletin* 96 (1), pp. 87–108. DOI: 10.1306/04111110201.

Monger, J.; Price, R. (2002): The Canadian Cordillera: Geology and tectonic evolution. In *CSEG Recorder* 27, 2002, pp. 17–36.

Moshier, S O; Waples, D. W. (1985): Quantitative evaluation of Lower Cretaceous Manville Group as source rocks for Alberta's oil sands. In *American Association of Petroleum Geologists* 69, pp. 161–172.

Nelson, Philip H. (2009): Pore-throat sizes in sandstones, tight sandstones, and shales. In *AAPG Bulletin* 93 (3), pp. 329–340. DOI: 10.1306/10240808059.

Nguyen, Dac Loi (2017): Nouvelle méthodologie d'identification des propriétés mécaniques locales d'un matériau hétérogène par nanoindentation : application aux matériaux du génie civil. Université Paris- Est.

Oliver, W. C.; Pharr, G. M. (2004): Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation. Advances in understanding and refinements to methodology. In *J. Mater. Res.* 19 (01), pp. 3–20. DOI: 10.1557/jmr.2004.19.1.3.

Ortega, J. Alberto; Ulm, Franz-Josef; Abousleiman, Younane (2007): The effect of the nanogranular nature of shale on their poroelastic behavior. In *Acta Geotech.* 2 (3), pp. 155–182. DOI: 10.1007/s11440-007-0038-8.

Ortega, J. Alberto; Ulm, Franz-Josef; Abousleiman, Younane (2009): The nanogranular acoustic signature of shale. In *GEOPHYSICS* 74 (3), D65-D84. DOI: 10.1190/1.3097887.

Powley, D E (1993): Shale comapction and its relationship to fluid seals. Oklahoma State University to the Gas Research Institute (Section III: Quarterly report).

Rohais, S.; Crombez, V.; Euzen, T.; Zonneveld, J-P. (2018): Subsidence dynamics of the Montney Formation (Early Triassic, Western Canadian Sedimentary Basin): insights for its geodynamic setting and wider implications. Bulletin of Canadian Petroleum Geology (2018) 66 (1): 128-160.

Rohais, S.; Crombez, V.; Euzen, T.; Baudin, F. (2016): The Montney-Doig-Halfway Formations from Western Canadian Sedimentary Basin (WCSB): Passive Margin, Back-arc or Fore-arc Geodynamic Setting? In *Geoconvention: Optimizing Resources abstracts. Canadian Society of Petroleum Geologists, Canadian society of exploration geophysicists & Canadian Well Logging Society.*, 2016.

Romero-Sarmiento, Maria-Fernanda; Ducros, Mathieu; Carpentier, Bernard; Lorant, François; Cacas, Marie-Christine; Pegaz-Fiornet, Sylvie et al. (2013): Quantitative evaluation of TOC, organic porosity and gas retention distribution in a gas shale play using petroleum system modeling. Application to the Mississippian Barnett Shale. In *Marine and Petroleum Geology* 45, pp. 315–330. DOI: 10.1016/j.marpetgeo.2013.04.003.

Romero-Sarmiento, Maria-Fernanda; Pillot, Daniel; Letort, Géremie; Lamoureux-Var, Violaine; Beaumont, Valérie; Huc, Alain-Yves; Garcia, Bruno (2016): New Rock-Eval Method for Characterization of Unconventional Shale Resource Systems. In *Oil Gas Sci. Technol. – Rev. IFP Energies nouvelles* 71 (3), p. 37. DOI: 10.2516/ogst/2015007.

Rouquerol, J.; Avnir, D.; Fairbridge, C. W.; Everett, D. H.; Haynes, J. M.; Pernicone, N. et al. (1994): Recommendations for the characterization of porous solids (Technical Report). In *Pure and Applied Chemistry* 66 (8). DOI: 10.1351/pac199466081739.

Sanei, Hamed; Haeri-Ardakani, Omid; Wood, James M.; Curtis, Mark E. (2015): Effects of nanoporosity and surface imperfections on solid bitumen reflectance (BRo) measurements in unconventional reservoirs. In *International Journal of Coal Geology* 138, pp. 95–102. DOI: 10.1016/j.coal.2014.12.011.

Sarout, Joël (2006): Propriétés Physiques et Anisotropie des Roches Argileuses: Modélisation Micromécanique et Expériences Triaxiales. Thèse de doctorat, Université Paris XI Orsay.

Schmoker, J W; Gautier, D L (1989): Compaction of basin sediments: modeling based on time-temperature history. In *Journal of Geophysical Research* 94 (B6), pp. 7379–7386.

Sierra, R; Tran, M H; Abousleiman, Y N; Slatt, R M (2010): Woodford Shale Mechanical Properties And the Impacts of Lithofacies. In : 44th U.S. Rock Mechanics Symposium and 5th U.S.-Canada Rock Mechanics Symposium. Salt Lake City, Utah, 27-30 June.

Simmons, G.; Wang, H. (1971): Single crystal elastic constants and calculated aggregate properties. A handbook. 2.ed. Cambridge,Mass.

Sondergeld, Carl H.; Ambrose, Raymond Joseph; Rai, Chandra Shekhar; Moncrieff, Jason (2010): Micro-Structural Studies of Gas Shales. In : SPE Unconventional Gas Conference. SPE Unconventional Gas Conference. Pittsburgh, Pennsylvania, USA, 2010-02-23: Society of Petroleum Engineers.

Sone, Hiroki (2012): Mechanical properties of shale gas reservoir rocks and its relation to the in-situ stress variation observed in shale gas reservoirs. Stanford University.

Surdam, R C; Crossey, L J; Hagen, E S; Heasler, H P (1989): Organic-inorganic interactions and sandstone diagenesis. In *American Association of Petroleum Geologists* 73, pp. 1–23.

Thomsen, Leon (1986): Weak elastic anisotropy. In *GEOPHYSICS* 51 (10), pp. 1954–1966. DOI: 10.1190/1.1442051.

Tissot, B.; Espitalié, J. (1975): L'evolution thermique de la matière organique des sédiments. Applications d'une simulation mathématique. Potentiel pétrolier des bassins sédimentaires de reconstitution de l'histoire thermique des sédiments. In *Rev. Inst. Fr. Pét.* 30 (5), pp. 743–778. DOI: 10.2516/ogst:1975026.

Tissot, B. P.; Welte, D. H. (1984): Petroleum formation and occurrence. 2nd, rev. and enl. ed. Berlin, New York: Springer-Verlag.

Tissot, Bernard P.; Welte, D. H. (1978): Petroleum Formation and Occurrence. A New Approach to Oil and Gas Exploration. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.

Ulm, Franz-Josef; Abousleiman, Younane (2006): The nanogranular nature of shale. In *Acta Geotech.* 1 (2), pp. 77–88. DOI: 10.1007/s11440-006-0009-5.

Vaisblat, N.; Harris, Nicholas Bennett; DeBhur, C.; Euzen, T.; Gasparrini, M.; Crombez, T. et al. (2017): Diagenetic Model for the Deep Montney Formation, Northeastern British Columbia. In *Geoscience BC Summary of Activities 2016* Report 2017-1,

Vandamme, Matthieu (2008): The Nanogranular Origin of Concrete Creep: A Nanoindentation Investigation of Microstructure and Fundamental Properties of Calcium-Silicate-Hydrates. Massachusetts Institute of Technology.

Vernik, Lev; Landis, Charles (1996): Elastic anisotropy of source rocks. Implicatins for hydrocarbon Generation and Primary Migration. In *AAPG Bulletin* 80 (4), pp. 531–544.

Vernik, Lev; Liu, Xingzhou (1997): Velocity anisotropy in shales. A petrophysical study. In *GEOPHYSICS* 62 (2), pp. 521–532. DOI: 10.1190/1.1444162.

Wells, Patricia E. (1990): Porosities and seismic velocities of mudstones from Wairarapa and oil wells of North Island, New Zealand, and their use in determining burial history. In *New*

Zealand Journal of Geology and Geophysics 33 (1), pp. 29–39. DOI: 10.1080/00288306.1990.10427570.

Whitney, D. L.; Broz, M.; Cook, R. F. (2007): Hardness, toughness, and modulus of some common metamorphic minerals. In *American Mineralogist* 92 (2-3), pp. 281–288. DOI: 10.2138/am.2007.2212.

Wood, James M.; Sanei, Hamed; Curtis, Mark E.; Clarkson, Christopher R. (2015): Solid bitumen as a determinant of reservoir quality in an unconventional tight gas siltstone play. In *International Journal of Coal Geology* 150-151, pp. 287–295. DOI: 10.1016/j.coal.2015.03.015.

Worden, R. H.; Burley, S. D. (2003): Sandstone Diagenesis: The Evolution of Sand to Stone. In Stuart D. Burley, Richard H. Worden (Eds.): Sandstone Diagenesis. Oxford, UK: Blackwell Publishing Ltd, pp. 1–44.

Zargari, Saeed; Canter, Karen Lyn; Prasad, Manika (2015): Porosity evolution in oil-prone source rocks. In *Fuel* 153, pp. 110–117. DOI: 10.1016/j.fuel.2015.02.072.

Zeszotarski, Jonathan C.; Chromik, Richard R.; Vinci, Richard P.; Messmer, Marie C.; Michels, Raymond; Larsen, John W. (2004): Imaging and mechanical property measurements of kerogen via nanoindentation. In *Geochimica et Cosmochimica Acta* 68 (20), pp. 4113–4119. DOI: 10.1016/j.gca.2003.11.031.

Zhou, Junhao; Jung, Chang Min; Chenevert, Martin E.; Sharma, Mukul M. (2013): A Systematic Approach to Petrophysical Characterization of Organic-Rich Shales in Barnett and Eagle Ford Formations. In Luis Baez, Ken Beeney, Steve Sonnenberg (Eds.): Unconventional Resources Technology Conference. Denver, Colorado, USA, 12 August to 14 August, pp. 2584–2592.