

: Caractérisation

macroscopique de l'écoulement des

mousses en milieu consolidé par

tomographie X

I.	Introduction	40
	A. Introduction à la tomographie X	40
	B. Description du Scanner de l'IFPEN	42
II.	Matériels et expériences	45
	A. Caractérisation du système fluide-roche	45
	1. Caractérisation de la solution de tensioactifs	45
	a) Choix des tensioactifs	45
	b) Mesures des tensions de surface et de la concentration micellaire critique	46
	2. Description de la roche de Bentheimer.....	48
	a) Mesure de la porosité	49
	(i) Mesure de la porosité par pesée.....	49
	(ii) Profil de porosité par tomographie X.....	49
	(iii) Porosimétrie par intrusion de mercure	50
	b) Mesure de la perméabilité absolue.....	52
	B. Développement d'un montage d'injection de fluides dans les milieux poreux	53
	1. Caractéristiques de l'environnement expérimental	53
	2. Protocole d'injection des fluides et d'acquisition des images	56
	a) Préparation des solutions de saumure et de tensioactifs.....	56
	b) Mise en écoulement et acquisition sous Scanner	56
	c) Calcul d'incertitudes sur les saturations.....	59
	C. Expériences d'écoulement de mousses sous Scanner X	60
III.	Caractérisation macroscopique de la mousse en écoulement	63
	A. Écoulement diphasique gaz-saumure	63
	B. Formation de la mousse	65
	1. Etat transitoire	65
	2. Phase de formation de la mousse forte	70
	3. Effets d'entrée	71
	4. Effets capillaires de sortie	67
	C. Rhéologie de la mousse à l'état stationnaire	73
	1. Profils spatiaux des saturations à l'état stationnaire.....	73
	2. Influence de la qualité de la mousse	74
	3. Influence de la vitesse de gaz	76
	4. Évolution de la mobilité de la mousse.....	78
	D. Coalescence de la mousse en milieu poreux	80
	1. Relation entre qualité de mousse et saturation de gaz	80
	2. Estimation des pressions capillaires limites	82

IV. Conclusion du deuxième chapitre

84

I. Introduction

A. Introduction à la tomographie X

La tomographie est une technique non destructive très utilisée dans différents domaines comme l'imagerie médicale, la géophysique ou dans la mécanique des matériaux. Le mot 'tomographie' provient des mots grecs *tomos* qui veut dire « couper ou sectionner » et *graphein* qui veut dire « écrire ». Ce mot est utilisé aujourd'hui pour désigner toute technique qui permet d'obtenir une image en trois dimensions [88]. En 1917, Radon a été le premier à démontrer la possibilité de reconstruire une image à l'aide de la totalité de ses projections selon des droites concourantes. En 1972, G.N Hounsfield introduit le traitement informatique de l'image en radiologie X et construit la première génération des scanners X médicaux réalisant des coupes dans un seul plan axial (premier scanner médical). La tomographie à rayons X est de plus en plus utilisée dans le domaine de la pétro-physique pour déterminer la porosité des roches, visualiser des écoulements multiphasiques (gaz-eau-huile) ou pour mesurer la saturation des fluides. Grâce aux instruments de dernière génération, on réalise des acquisitions de l'ordre de quelques secondes pour des objets d'une dizaine de centimètres avec des résolutions spatiales de quelques centaines de microns [89, 90].

La tomographie X se base sur l'utilisation de faisceaux de rayons X qui traversent le matériau, ce qui permet de reconstruire des images de l'objet donné en mettant l'objet ou le couple source-détecteur en rotation (cf. Figure 22.a). Les mécanismes responsables de ces atténuations sont l'effet photoélectrique et l'effet Compton. Le premier beaucoup plus dépendant de l'énergie du faisceau que le deuxième, devient dominant pour des énergies en dessous de 100 keV environ. Ces deux effets peuvent s'exprimer à travers un coefficient d'atténuation μ . En effet, pour un faisceau de rayons X monochromatique traversant un objet possédant plusieurs couches, on peut exprimer l'intensité du faisceau à l'aide de la loi de Beer-Lambert (cf. Figure 22.b) [89] :

$$I = I_0 \exp\left(-\int \mu(x) dx\right) \quad (\text{II.1})$$

Où I_0 est l'intensité du rayon incident, I l'intensité transmise après que le faisceau a traversé l'objet. $\mu(x)$ est le coefficient d'atténuation linéaire (dont l'unité est l'inverse d'une longueur) de la couche dx .

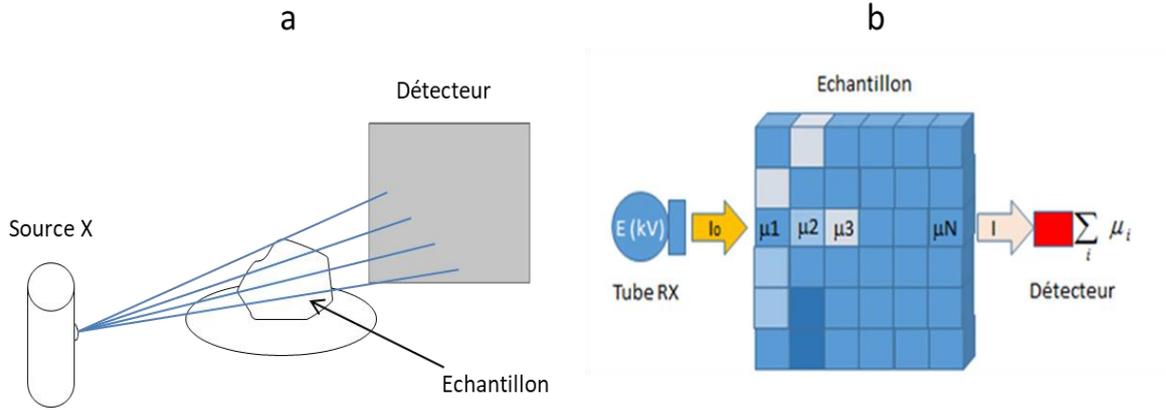


Figure 22 : (a) Principe d'acquisition des images tomographiques et (b) de mesure de l'atténuation du rayonnement X.

Le coefficient d'atténuation μ dépend de la densité du matériau et sa composition mais aussi de l'énergie des photons incidents, car souvent les sources de rayons X vendus dans le commerce ne sont pas strictement monochromatiques. Ainsi, le nombre de photons disponibles pour l'acquisition tomographique se retrouve réduit et une diminution du rapport signal sur bruit est observée [51]. Ainsi, pour tenir compte de ces effets, la loi (II.1) pourrait être réécrite selon la formule suivante :

$$I = \int \Omega_i(E_r) \exp\left[-\int \mu(x, E_r) dx\right] dE_r \quad (\text{II.2})$$

Où $\Omega_i(E_r)$ est le nombre de photons incidents (d'énergie E_r) par unité de volume, et dont le coefficient d'atténuation est $\mu(x, E_r)$. Le coefficient d'atténuation mesuré peut être alors déduit à l'aide des équations (II.1) et (II.2) selon la formule suivante :

$$\mu_m(x) = \frac{\int \mu(x, E_r) \Omega_d(E_r) dE_r}{\int \Omega_d(E_r) dE_r} \quad (\text{II.3})$$

Où $\Omega_d(E_r)$ est le nombre de photons (d'énergie E_r) détectés par unité de volume.

La reconstruction de l'image de l'objet passe par la mesure des coefficients d'atténuations pour un certain nombre de positions angulaires n avec un pas angulaire $\Delta\theta$ et

consiste à retrouver la matrice d'absorption décrivant l'ensemble des projections pour tous les angles. Ce processus d'inversion mathématique appliqué au niveau de chaque élément du détecteur et pour les n profils d'intensités, permet d'obtenir la matrice 3D des coefficients d'atténuation linéaire qui vont délimiter l'objet et restituer sa structure interne (cf. Figure 23).

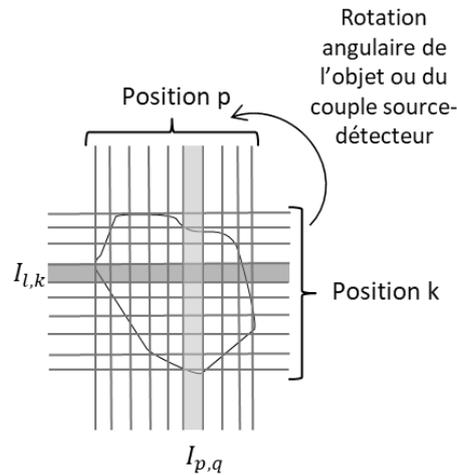


Figure 23 : Principe de reconstruction d'une image.

B. Description du Scanner de l'IFPEN

Le Scanner médical utilisé dans le cadre de cette étude est un General Electric GE Discovery 750HD Dual Energy qui permet de produire des images de la structure interne des objets en 3D (cf. Figure 24). Il est composé d'un anneau ou statif dans lequel un tube à rayons X et un détecteur tournent de manière synchrone autour de l'objet à examiner. Le mouvement de rotation de l'ensemble tube à RX et détecteurs autour du grand axe de l'objet examiné, permet d'enregistrer les intensités transmises lors de la traversée de la même coupe de l'objet, suivant différentes directions concourantes. L'utilisation d'outils mathématiques permet, par « rétro projection » des différentes mesures d'atténuation sur une matrice de reconstruction, de reconstruire la cartographie 2D des coefficients d'atténuation au niveau de la section examinée. Ces coefficients d'atténuation donnent des informations sur la densité et le numéro atomique moyen de la zone reconstruite. Par déplacement de la table du scanner, on reconstruit une série de coupes 2D qui restitue la distribution 3D des coefficients d'atténuation dans l'échantillon. Ce scanner est équipé de détecteurs multi-barrettes permettant la reconstruction de plusieurs coupes à la fois (64 coupes/rotation, vitesse maximale de rotation 0.3 seconde par tour) et utilise aussi un déplacement continu de l'échantillon pendant la rotation de la source de rayons X (acquisition hélicoïdale). Il en

résulte que tout un volume peut être analysé en un temps très court de l'ordre de quelques secondes.

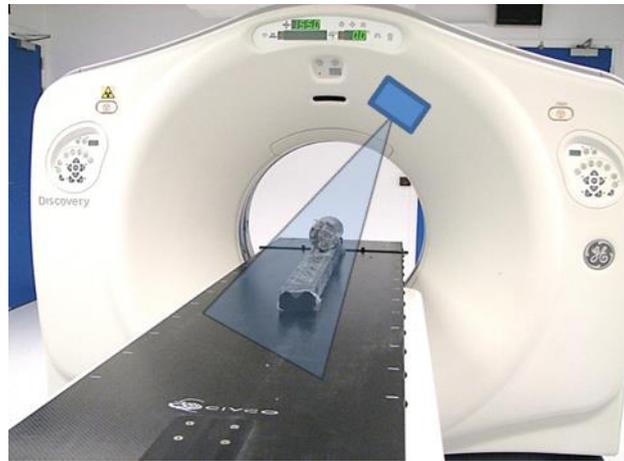


Figure 24 : Photo du scanner à tomographie X de l'IFPEN.

Les images acquises sont représentées en niveaux de gris qui varient selon le numéro atomique moyen et la densité locale de l'élément de volume sondé. Les intensités élevées (niveau blanc sur l'image) indiquent une forte absorption et donc un numéro atomique élevé.

Les coefficients d'atténuations linéaire des rayons X sont mesurés sur les scanner médicaux au moyen d'un nombre de CT exprimé en unités Hounsfield HU (en référence au Physicien Godfrey Hounsfield [91]) pour chaque voxel :

$$CT(x, y, z) = 1000 \left(\frac{\mu_m(x, y, z)}{\mu_{m,e}} - 1 \right) \quad (\text{II.4})$$

Où $\mu_m(x, y, z)$ est le coefficient d'atténuation linéaire mesuré au niveau du voxel à la position (x, y, z) et $\mu_{m,e}$ le coefficient d'atténuation linéaire de l'eau considérée comme référence. Ainsi $CT = 0$ pour l'eau et $CT = -1000$ pour le gaz ($\mu_{m,g} = 0$).

La reconstruction de l'image CT d'une carotte se fait tranche par tranche (cf. Figure 25). On obtient ainsi pour chaque acquisition, une série d'images indexées par la position de la tranche et on extrait automatiquement le niveau de gris moyen dans la région d'intérêt qui caractérise le milieu poreux. L'écart type de répétabilité de la mesure d'un CT moyen par tranche est de ± 0.5 unité Hounsfield (HU).

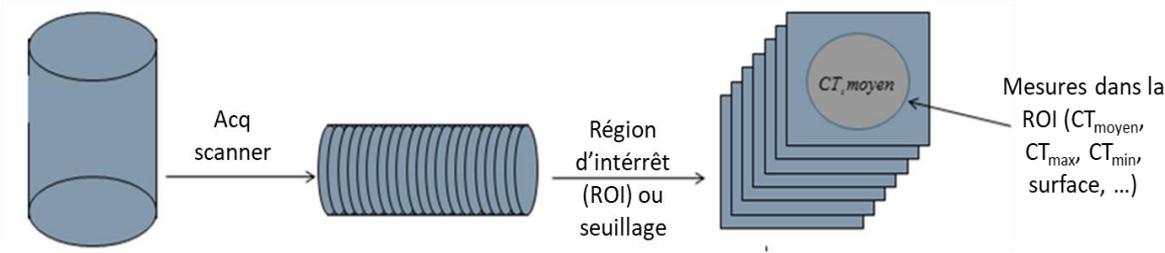


Figure 25 : Schéma décrivant la mesure de CT à l'aide du scanner X.

II. Matériels et expériences

Les systèmes étudiés (tensio-actifs, milieux poreux) et le protocole expérimental (en particulier la cellule d'écoulement) ne sont pas strictement identiques d'un équipement de caractérisation à l'autre (chacun ayant sa spécificité, et parfois des limitations). Dans cette section, les tensioactifs, le système poreux ainsi que le protocole expérimental utilisés spécifiquement dans le cadre de cette étude dite « macroscopique » sous scanner X seront présentés.

A. Caractérisation du système fluide-roche

1. Caractérisation de la solution de tensioactifs

a) Choix des tensioactifs

Les tensioactifs utilisés pour générer la mousse sont issus des formulations commerciales Rhodacal A246-L et Mackam LSB-50 développés par Solvay spécifiquement pour des applications de mousse en EOR [92, 93]. Le Rhodacal A246-L contient un tensioactif anionique, Alpha olefin sulfonate (AOS), tandis que le Mackam LSB-50 contient un tensioactif zwitterionique (ou amphotère), cocamido propyl hydroxysultaine (CAHS). Les structures des deux molécules sont représentées sur la Figure 26 et les principales caractéristiques physico-chimiques dans le Tableau 1 .

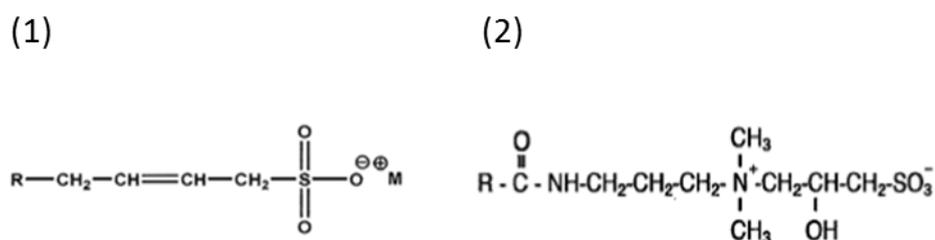


Figure 26 : Structure moléculaire des tensioactifs : (1) AOS (R = 14-16) et (2) CAHS (R = 12-16).

Nom commercial	Molécule active	Type	Forme physique	% molécule active	Solubilité dans l'eau (à 20°C)	Masse molaire (g/mol)
<i>Rhodacal A246-L</i>	AOS	Anionique	Liquide marron-jaune	40%	Soluble	[298-326, 5]
<i>MackamLSB-50</i>	CAHS	Amphotère	Liquide clair	40%	Soluble	[436-492]

Tableau 1 : Caractéristiques physico-chimiques de AOS et CAHS.

Les deux molécules sont solubles dans l'eau même à des concentrations élevées. L'AOS est largement utilisé dans la littérature dans le cadre de l'écoulement des mousses en milieux poreux [15, 59, 60, 94, 95]. Le choix d'un tensioactif anionique tel que l'AOS est attribué, entre autres, à sa faible adsorption sur les surfaces minérales chargées négativement. Le CAHS est utilisé comme co-tensioactif avec AOS. En effet, le CAHS de charge neutre s'intercale entre les molécules de AOS, ce qui permet de réduire la répulsion électrostatique entre les têtes polaires et améliorer la cohésion intermoléculaire. En l'absence de cations divalents, le meilleur rapport d'utilisation de l'AOS et CAHS est 50/50 en masse [92].

b) Mesures des tensions de surface et de la concentration micellaire critique

Nous avons utilisé la méthode de la lame de Wilhelmy [96] (cf. Figure 27.a) afin de mesurer la tension de surface de différentes formulations à différentes concentrations et à différentes salinités (concentrations en NaCl). Pour chaque salinité, Nous avons préparé une solution de base que nous avons diluée pour avoir une dizaine de points de concentrations différents. Chaque solution préparée a un volume de 50 mL. La manipulation des solutions se fait sans agitation afin d'éviter la création de bulles qui pourraient fausser les mesures.

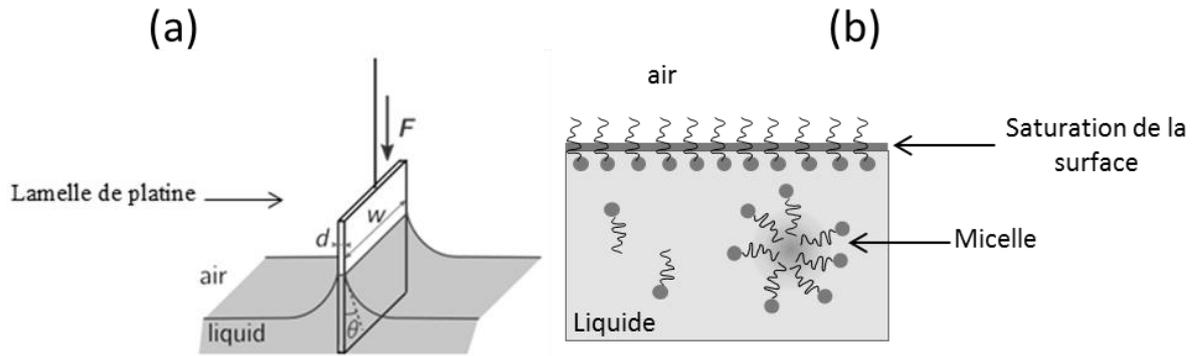


Figure 27 : (a) Méthode de Wilhelmy et (b) formation de micelle (un agrégat) en solution.

La mesure est réalisée à l'aide d'une machine KRUSS K100®. La tension de surface est obtenue par la formule suivante :

$$\sigma_{TA} = \frac{F}{(2w + 2d)\cos(\theta_c)} \quad (\text{II.5})$$

Où F est la force capillaire exercée par le liquide sur la lame, w et d sont la largeur et l'épaisseur de la platine respectivement et θ_c l'angle de contact entre le liquide et la platine (nous avons pris dans notre cas, $\cos(\theta_c) = 1$). La force F est mesurée à l'aide d'une microbalance sur laquelle on a posé la solution à analyser. Les paramètres de mesure sont saisis dans la machine qui calcule directement une valeur de tension de surface toutes les minutes. On effectue les mesures à température ambiante et on attend l'équilibre final jusqu'à ce que l'écart type sur les mesures de tensions de surface soit inférieur à 0.05 mN/m.

Les résultats sont représentés sur la Figure 28. On remarque une première phase où la tension de surface diminue en fonction de la concentration de tensioactifs, puis une deuxième phase où elle se stabilise sous la forme d'un plateau. Cette dernière phase caractérise la formation de micelles en solution après saturation de la surface en tensioactifs comme illustré sur la Figure 27.b. L'intersection des droites entre ces deux phases (représenté schématiquement par les droites en noir sur la Figure 28) permet de calculer une concentration micellaire critique (CMC) pour chaque salinité, au-delà de laquelle la tension de surface ne baisse plus. L'ajout de CAHS permet de diminuer la CMC. Par exemple, on enregistre en l'absence de salinité, une CMC de $1.8 \cdot 10^{-2}$ % en masse pour l'AOS et une CMC de $3.4 \cdot 10^{-3}$ % en masse pour l'AOS + CAHS.

L'ajout de sel permet globalement de diminuer la tension de surface. Cette diminution est d'autant plus marquée lorsque le co-tensioactif est utilisé. L'utilisation de l'AOS avec le CAHS à une salinité de 4% en masse nous permet d'obtenir les tensions de surface les plus faibles. Nous avons alors choisi de travailler avec cette formulation à une concentration de 0.1% en masse qui correspond à une concentration cent fois supérieure à la CMC (cf. Tableau 2).

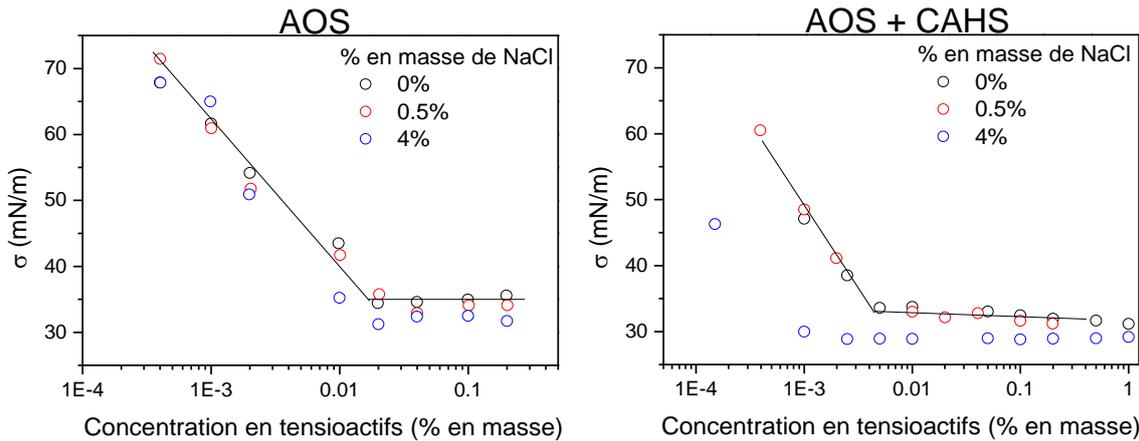


Figure 28 : Tension de surface en fonction de la concentration en tensioactifs à différentes salinités.

Formulation	Concentration en tensioactifs (% en masse)	C/CMC	Salinité (% en masse de NaCl)	Tension de surface (mN/m)	Utilisation dans la thèse
AOS+CAHS	0.1%	100	4%	28.8	Chapitre 2

Tableau 2 : Formulation utilisée pour les écoulements de mousse en milieu poreux sous observation en tomographie X Scanner.

2. Description de la roche de Bentheimer

Dans cette étude nous avons choisi un grès de bentheimer comme milieu poreux. Ce grès est souvent choisi dans les études pétro-physiques pour son homogénéité à petite et grande échelle. Il est majoritairement formé de quartz (> 95%), et d'un peu d'argile (environ 3%). Les grains de quartz sont homogènes en taille (environ 200 μm) et les valeurs de porosités et de perméabilités sont constantes, ce qui le rend adapté pour des études standards en laboratoire. La carotte de roche utilisée fait 4.95 cm de longueur et 2 cm de diamètre. Une telle taille de carotte de roche reste relativement petite par rapport aux carottes de roches utilisées dans les études pétro-physiques standards. Néanmoins le choix de cette taille permet de faciliter les manipulations et d'effectuer un grand nombre d'expériences sous scanner X.

a) Mesure de la porosité

La porosité est un paramètre pétro-physique statique qui désigne le rapport du volume poreux V_p sur le volume total V_t selon l'équation suivante :

$$\Phi = \frac{V_p}{V_t} \quad (\text{II.6})$$

Où $V_t = V_p + V_s$ et V_s le volume du solide.

Il existe différentes techniques pour la mesurer. Nous avons utilisé la mesure de la porosité par pesée pour la mesure globale moyenne, la mesure par scanner X pour la porosité locale qui permet de déceler l'existence potentielle d'hétérogénéités et la mesure par intrusion de mercure sur des échantillons différents du même bloc de roche. Cette dernière mesure est utile pour avoir une courbe de pression capillaire de référence.

(i) Mesure de la porosité par pesée

La porosité globale moyenne de la carotte de roche Φ est mesurée à l'aide de la pesée. La carotte de roche est d'abord séchée, après carottage, pendant 48 h dans une étuve à 60°C. On mesure avec une balance de précision la masse de la carotte sèche (m_{sec}). Ensuite on sature la carotte avec la même saumure (4% en masse) qui sera utilisée pour les expériences d'injection puis on pèse la carotte saturée (m_{sat}). La porosité moyenne est enfin calculée par la formule suivante :

$$\Phi = \frac{m_{sat} - m_{sec}}{\rho_e} \frac{4}{\pi D^2 L^2} \quad (\text{II.7})$$

Où ρ_e est la densité de la saumure (1.025 g/cm³) et D (2 cm) et L (4.95 cm) sont le diamètre et la longueur de la carotte respectivement. Dans notre cas, on trouve une porosité moyenne de 24.45%.

(ii) Profil de porosité par tomographie X

Des images tomographiques à l'aide du scanner ont été réalisées sur la carotte sèche (cf. Figure 29). La porosité est déduite directement d'une corrélation linéaire entre la porosité et le nombre de CT. La droite de régression a été établie au préalable sur des milieux poreux

de référence de même composition (grès), de porosité connue et analysés dans les mêmes conditions opératoires.

La Figure 29 montre que la porosité ne change que très peu le long de l'axe z. En effet l'écart-type sur la porosité longitudinale (selon l'axe z) vaut 0.1%. De ces mesures nous obtenons une porosité moyenne globale de 24.7% très proche de la porosité mesurée par pesée.

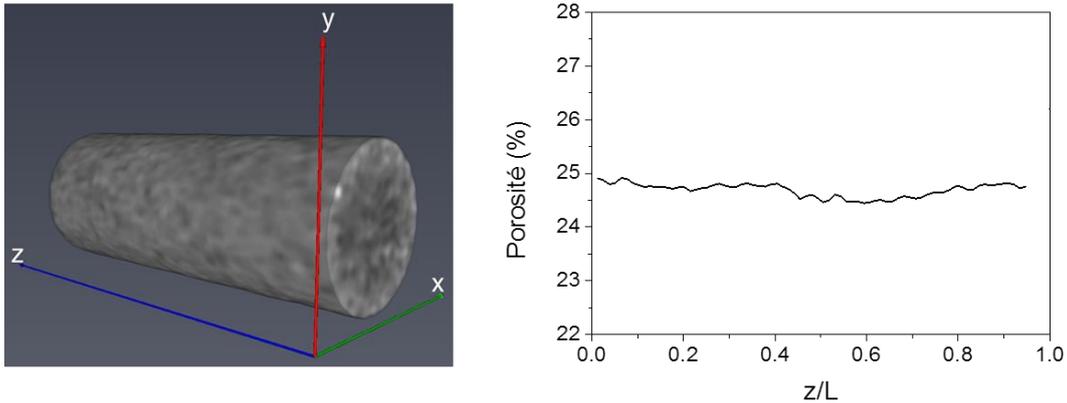


Figure 29 : Image de la carotte de bentheimer (taille de voxel = 117 μ m, 117 μ m, 625 μ m) (à gauche) et profil de porosité le long de l'axe z (à droite).

(iii) Porosimétrie par intrusion de mercure

La porosimétrie par injection de mercure exploite le caractère non mouillant du mercure, associé à sa forte tension superficielle. Le caractère non-mouillant du mercure vis-à-vis du solide rend nécessaire l'application d'une pression pour forcer le mercure à rentrer dans les pores du solide. Pour une pression d'injection donnée, seule la fraction des pores dont le diamètre est supérieur à une taille critique donnée par la loi de Laplace sera envahie par le mercure. En milieux poreux, la pression qu'il faut appliquer pour franchir un seuil de pore, appelée pression capillaire (cf. Annexe C) est exprimée en fonction de l'angle de contact θ_c , de la tension de surface σ_{Hg} et du rayon d'accès au pore r_c (rayon de seuil de pore) à l'aide de l'équation de Laplace :

$$P_{cHg} = \left| \frac{2\sigma_{Hg}\cos(\theta_c)}{r_c} \right| \quad (\text{II.8})$$

Dans le cas du mercure, $\theta_c = 140^\circ$ et $\sigma_{Hg} = 485 \text{ mN/m}$.

Connaissant la pression d'injection et le volume injecté, on peut accéder à la taille des seuils de pore et à la courbe pression capillaire air/ Hg en fonction de l'état de saturation de la carotte. Pour cela, la carotte sèche est d'abord plongée dans un bain de mercure, ensuite des paliers de pression sont appliqués, ainsi on peut associer pour chaque palier une gamme de seuils de pore envahis et obtenir une distribution en taille des seuils de pores. Afin de déterminer la courbe de pression capillaire air/ solution de tensioactifs en fonction de la saturation, on utilise la valeur de tension de surface mesurée pour notre solution de tensioactifs ($\sigma_{TA} = 28.8 \text{ mN/m}$) et on considère que la roche est parfaitement mouillable à cette solution aqueuse ($\cos(\theta_c) = 1$).

Ainsi, en utilisant la relation (II.8), la pression capillaire P_c peut être déduite par la formule suivante :

$$P_c(S_l) = \frac{\sigma_{TA}}{\sigma_{Hg} \cos(\theta_c)} P_{cHg}(S_l) \quad (\text{II.9})$$

La porosimétrie au mercure est une méthode destructive, donc nous avons réalisé les mesures sur deux échantillons frères carottés dans le même bloc de roche de Bentheimer. Les deux échantillons donnent les mêmes résultats (cf. Figure 30), ce qui démontre l'homogénéité de ce type de roche à grande échelle. On remarque qu'il existe un seul pic de distribution des seuils de pores correspondant à un rayon de seuils (ou rayon d'accès au pore) d'environ 17 μm .

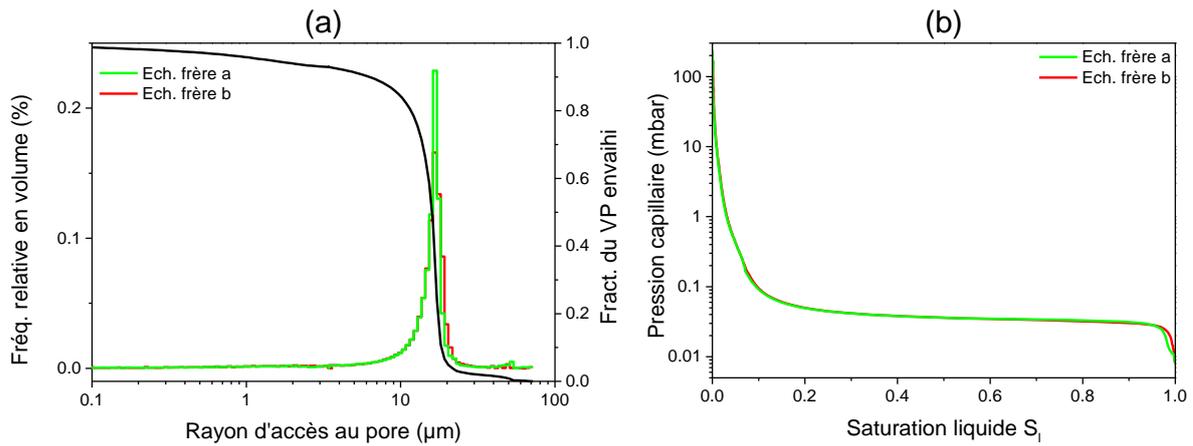


Figure 30 : Porosimétrie par intrusion de mercure : (a) Distribution des tailles de seuils de pore et (b) évolution de la pression capillaire en fonction de la saturation liquide dans le cas de la formulation de tensioactifs utilisée.

b) Mesure de la perméabilité absolue

La perméabilité absolue est mesurée avant chaque expérience d'injection de mousse. Après saturation de la carotte avec la solution de saumure, on fait varier le débit par palier de manière linéaire et séquentielle et on attend la stabilisation de la différence de pression enregistrée (différence entre la pression en amont et la pression en aval de la carotte). Les débits choisis varient généralement entre 10 et 200 mL/h. On utilise la loi de Darcy monophasique (cf. Annexe A) pour déterminer la perméabilité absolue de la roche, en utilisant la formule suivante :

$$K(\text{mDarcy}) = 281.4 \frac{\mu_e(\text{cP})L(\text{cm})}{S(\text{cm}^2)} \alpha(\text{cm}^3 \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{mbar}^{-1}) \quad (\text{II.10})$$

Où μ_e est la viscosité de la saumure utilisée, L la longueur de la carotte, S sa section et α le rapport entre les débits injectés et les gradients de pressions enregistrés. Un exemple de variation du gradient de pression stabilisé en fonction du débit est donné en Figure 31. Les mesures de perméabilité répétées pour l'ensemble des expériences réalisées donnent une perméabilité moyenne de 2.17 ± 0.17 Darcy.

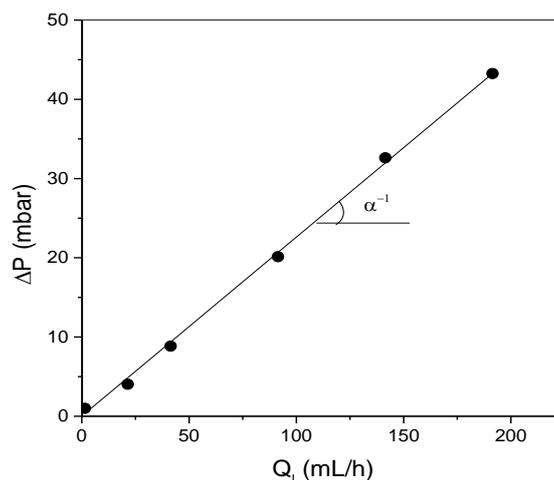


Figure 31 : Différence de pression ΔP en fonction du débit liquide Q_l injecté.

B. Développement d'un montage d'injection de fluides dans les milieux poreux

1. Caractéristiques de l'environnement expérimental

Le montage expérimental qui permet l'injection des fluides (solutions liquides et gaz) et les mesures de pression a été conçu pour permettre l'injection contrôlée de mousses dans les milieux poreux tout en effectuant les mesures sous différents instruments : à l'IFP Énergies Nouvelles sur Scanner X et à l'extérieur sur grands instruments (Micro-tomographie X haute résolution, Diffusion des neutrons aux petits angles). Le montage a été conçu et réfléchi pour être facilement manipulable et transportable d'un site à l'autre.

La cellule dans laquelle est réalisé l'écoulement de mousse est spécifique à chaque instrument. Dans ce chapitre nous décrivons le montage d'injection commun à toutes les expériences sous grands instruments (sous scanner X et sous grands instruments) et la cellule utilisée dans cette étude (sous scanner X).

Le montage consiste en un système de pompes qui permettent l'injection des liquides. Une pompe Vindum (VP-12K) est utilisée pour injecter les solutions de tensioactifs tandis qu'une pompe Pharmacia permet d'injecter les saumures (solutions de NaCl). Le gaz utilisé ici est l'azote N_2 d'une qualité standard. On utilise deux types de débitmètre massique Brooks, calibrés pour travailler avec de l'azote et étalonnés pour travailler jusqu'à une pression de 30 bars. Ces débits-mètres sont caractérisés par leur gamme de travail dans les

conditions normales de température et de pression, 0°C et 1 bar respectivement. Le modèle SLA5850S est choisi pour la gamme 0-180 NmL/h tandis que le modèle 5850 E est choisi pour la gamme 0-3 NL/h. La manière d'utiliser ces débitmètres et le détail du calcul de conversion des débits volumiques en fonction de la pression et de la température sont précisés en Annexe D.

Pour réaliser des mesures de pression, quatre capteurs Keller sont utilisés : trois capteurs absolus (Modèle PA-33X) et un différentiel (Modèle PD-39X). Les capteurs fonctionnent dans une gamme entre 0 et 30 bars et offrent une grande stabilité d'affichage de 1 mbar. Un programme développé à l'aide du logiciel Labview est utilisé pour lire et enregistrer les mesures en temps réel.

La majeure partie des tuyaux utilisés sont transparents, ce qui permet d'avoir un visuel sur les fluides en écoulement. En contrepartie, nous nous retrouvons limités en termes de pressions de travail à 30 bars maximum. Les tuyaux sont faits en éthylène propylène fluoré (FEP) et ont un diamètre interne de 1.6 mm. Les connecteurs quant à eux sont en PolyEther Ether Ketone (PEEK).

La régulation de pression au niveau du milieu poreux qu'on nomme aussi la pression de pore se fait à l'aide d'un régulateur de pression ou « BPR » pour *Back Pressure Regulator* (Modèle Brooks SLA5820B) qui se trouve en aval de la cellule. La mise en place d'une contrepression, permet de rehausser la ligne de base de la pression. Ainsi on peut travailler avec des pressions nominales de 5 ou 10 bars par exemple, ce qui donne l'avantage de pouvoir travailler avec des débits d'injections de gaz faibles, et améliorer la précision sur les débits de gaz injectés. De plus, la contrepression permet d'éviter une grande différence de pression entre l'amont et l'aval de la cellule. Un dernier avantage de l'utilisation d'une contrepression est de pouvoir maîtriser les reflux des fluides (surtout le gaz) dans le milieu poreux lorsqu'on veut saturer ce dernier en saumure par exemple.

Un système de deux bouteilles tampon de 1 L chacune, positionnées entre la cellule et le régulateur de pression sont remplies d'eau milli-Q. Ceci permet au gaz de la mousse de se séparer du liquide afin que le régulateur de pression (BPR) régule uniquement sur une phase homogène liquide, ce qui améliore la stabilité de la pression de pore.

Les débitmètres massiques et le régulateur de pression sont connectés à un boîtier de commande Brooks Microprocessor Control & read out unit (model 0152) (non représenté sur la Figure 32), qui permet de changer les valeurs d'entrée en débits de gaz et la pression de pore.

Pour assurer la sécurité du montage, nous avons mis en place une soupape de sécurité tarée à 32 bars et connectée à la ligne de confinement (non représentée sur la Figure 32).

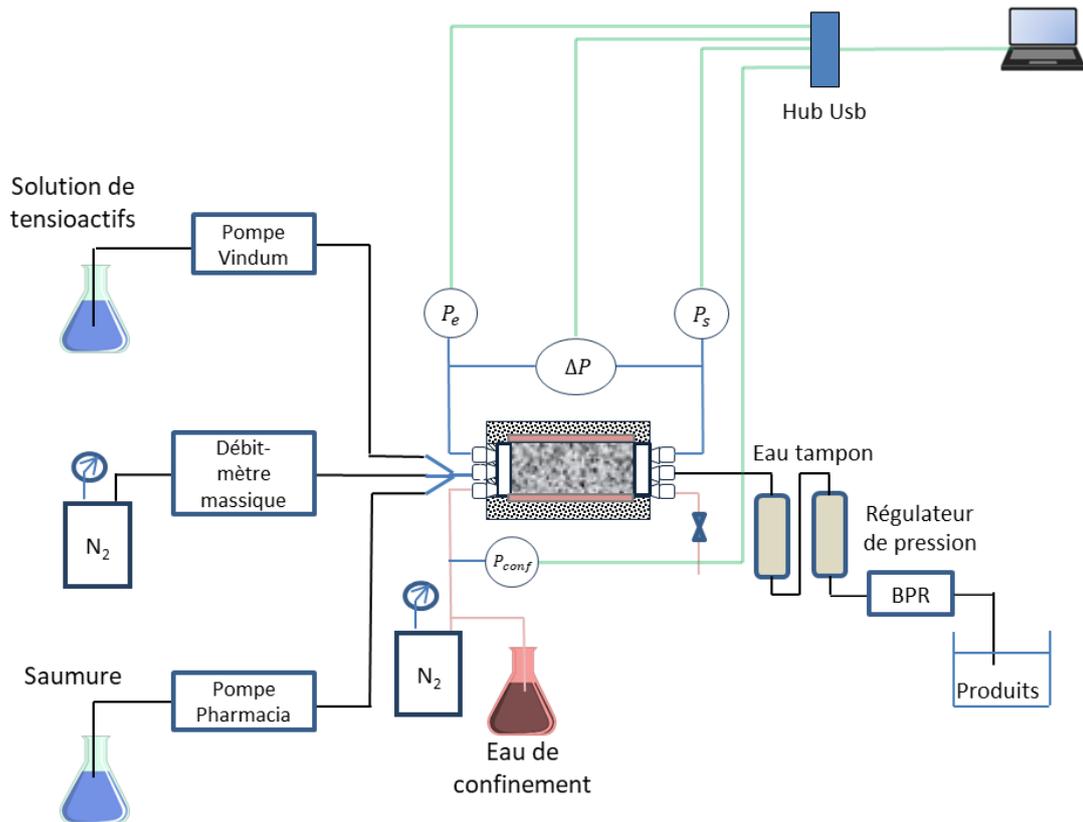


Figure 32 : Schéma du montage expérimental pour les expériences d'écoulement au Scanner à tomographie X.

– Cellule d'écoulement sous scanner X

La cellule est une cellule de type « Hassler » faite d'un corps en aluminium avec des embouts en PEEK (cf. Figure 33). La cellule possède une gaine fluorocarbonée (élastomère) très peu absorbante pour les rayons X. Entre la gaine et le corps de la cellule, il existe un compartiment de fluide de confinement d'un volume d'environ 1 mL, que l'on remplit par injection d'eau milli-Q (cf. ligne rouge sur la Figure 32). La cellule est orientée horizontalement sur le scanner X. Le compartiment où se loge la carotte de roche fait 20 mm en diamètre et 50 mm en longueur.

On utilise un connecteur à 3 broches pour l'injection du gaz, de la solution de tensioactifs et de la solution de saumure. Des clapets anti-retour et des vannes placés en amont de chaque port de ce connecteur permettent d'éviter les reflux des fluides d'une partie des tuyaux vers une autre et de contrôler les fluides à injecter.



Figure 33 : Cellule d'écoulement sous scanner X.

2. Protocole d'injection des fluides et d'acquisition des images

a) Préparation des solutions de saumure et de tensioactifs

La solution de tensioactifs est préparée en dissolvant ces derniers dans de l'eau non salée avant d'être mélangés, à part égale avec une saumure doublement concentrée en sels. Après mélange et sous agitation pendant une heure, la solution est laissée une nuit à l'étuve à 60°C.

La solution de saumure est faite avec la même concentration en sel, i.e. 4% en masse. Il s'agit d'une concentration en sel proche de celle de l'eau de mer. Contrairement à la solution de tensioactifs qui pourrait mousser, cette solution est dégazée en tirant sous vide poussé et sous agitation magnétique pendant deux heures. A la fin, on connecte la bouteille contenant la solution de saumure à une poche remplie d'argon. Le dégazage nous permet d'éviter l'apparition de bulles pendant les mesures de perméabilité et pendant les acquisitions d'images de référence.

b) Mise en écoulement et acquisition sous Scanner

La mise en condition expérimentale est représentée sur la Figure 34. La cellule contenant la carotte sèche est posée sur le lit du scanner. Une flèche est tracée sur la génératrice de la roche et de la cellule à la première utilisation. Ceci permet d'éviter de

chercher le sens et l'angle de rotation de la carotte autour de son axe lors des traitements d'images. Les connecteurs et les tuyaux sont ensuite raccordés puis de l'eau milli-Q est injectée dans l'espace annulaire entre la gaine et la carotte. Enfin, une pression de confinement proche de 30 bars avec du gaz est appliquée. La mise sous confinement est importante pour forcer les fluides à rentrer dans la carotte de roche et les empêcher de fuir sur les bords. La pression de confinement doit toujours être supérieure aux pressions mesurées lors de l'écoulement. Dans le Tableau 3 ci-dessous, nous présentons les opérations de base pour une expérience d'injection de mousse sous scanner X :

Numéro d'étape	Actions
1	Préparation et dégazage de la saumure
2	Préparation de la formulation de tensioactifs
3	Remplissage des bouteilles tampon avec de l'eau milli-Q
4	Mise en place de la carotte sèche dans la gaine puis dans la cellule
5	Mise en place des tubings et raccords selon schéma
6	Connexion de la cellule au reste du montage. Positionnement sur le lit du scanner (dans le cas de la tomographie X) et centrage.
7	Mise en place du liquide de confinement puis du gaz pour le maintien de la pression de confinement
8	Acquisition du signal de référence CT_{air} sur carotte sèche
9	Saturation des tuyaux d'entrée, sans injection dans la carotte (Éliminer les volumes morts)
10	Saturation des capteurs en utilisant le by-pass
11	Injection de la saumure et saturation de la carotte en saumure
12	Réglage de la contrepression à 10 bars
13	Mesures de perméabilité en faisant varier le débit d'injection
14	Acquisition du signal de référence CT_{sat} sur carotte saturée à 100% en saumure
(15)	Co-injection du gaz et de la saumure sans tensioactif (dans le cas de l'étude d'une co-injection gaz-saumure)
16	Co-injection du gaz et de la formulation de tensioactif pour générer la mousse, puis acquisition continue de CT, et pour chaque f_g choisi (Q_g, Q_l)
17	Re-saturation de la carotte en saumure et séchage si arrêt expériences

Tableau 3 : Protocole opératoire de base pour la manipulation des écoulements sous scanner X.

On réalise l'acquisition d'une image de la carotte sèche ($CT_{air}^m = 1245$ en moyenne) puis de la carotte après saturation en saumure ($CT_{sat}^m = 1487$ en moyenne). Ensuite on procède soit à la co-injection de la solution de tensioactifs et du gaz à des débits fixés dans le cas de l'injection d'une mousse, soit à la co-injection du gaz et de la saumure pour analyser le

cas d'un écoulement diphasique gaz-eau. Les saturations en gaz S_g^i et en eau S_l^i qui correspondent aux fractions volumiques de gaz et de liquide dans le volume poreux sont déterminées par les mesures de CT effectuées sur chaque tranche i de la carotte de roche, par les équations suivantes :

$$S_g^i = \frac{CT_{sat}^i - CT^i}{CT_{sat}^i - CT_{air}^i} \quad (II.11)$$

$$S_l^i = 1 - S_g^i \quad (II.12)$$

Où CT_{sat}^i , CT_{air}^i et CT^i correspondent aux valeurs moyennes de CT sur la tranche i à l'état de référence saturée en saumure, à l'état de référence sec et à un état de saturation intermédiaire respectivement.

Après chaque acquisition, on obtient une pile d'images espacées de 1.25 mm selon l'axe z avec une taille de pixel de (117 μm , 117 μm) dans le plan (x, y) . Le Tableau 4, ci-dessous, résume les paramètres du scanner utilisés lors de ces expériences.

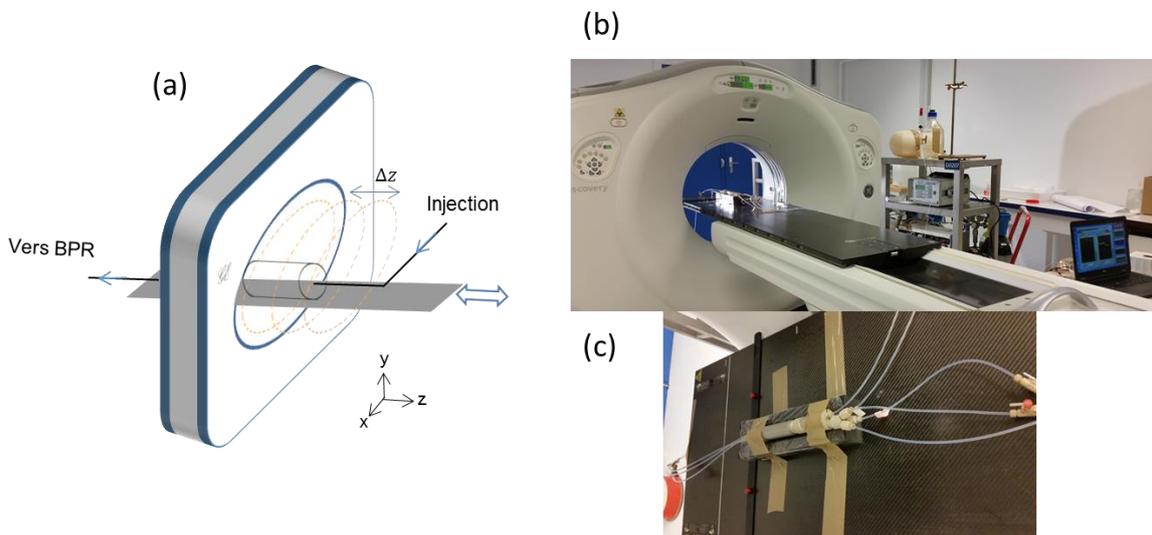


Figure 34 : (a) Schéma de la carotte avec les acquisitions sous scanner. (b) Photo du montage expérimental. (c) Photo de la cellule fixée sur le lit du scanner.

Paramètre	Quantité
Tension du tube	140 kV
Courant du tube	250 mA
Distance entre 2 images (Δz)	1.25 mm
Temps d'une tomographie	5.36 s
Nombre d'images par tomographie	41
Champ de vue	6 cm
Taille du voxel (x,y,z)	(117 μm , 117 μm , 1.25 mm)

Tableau 4 : Principaux paramètres d'acquisition avec le scanner à tomographie X.

Les images sous format DICOM sont traitées à l'aide d'une macro développée dans le logiciel *ImageJ* pour extraire les données CT^i sur chaque tranche d'image, ce qui nous permet ensuite de réaliser les calculs des saturations à l'aide des équations (II.10) et (II.11).

c) Calcul d'incertitudes sur les saturations

La saturation de gaz S_g dépend de trois mesures: CT_{sat} , CT_{air} et CT . Il est alors possible d'estimer une erreur absolue sur les valeurs mesurées de S_g en tenant compte de la précision de mesure du scanner. L'erreur absolue dS_g^2 s'écrit :

$$dS_g^2 = \left[\frac{\delta S_g}{\delta CT} dCT \right]^2 + \left[\frac{\delta S_g}{\delta CT_{air}} dCT_{air} \right]^2 + \left[\frac{\delta S_g}{\delta CT_{sat}} dCT_{sat} \right]^2 \quad (\text{II.13})$$

Par ailleurs, les différentielles de la saturation de gaz par rapport aux CT : $\frac{\delta S_g}{\delta CT}$, $\frac{\delta S_g}{\delta CT_{air}}$ et $\frac{\delta S_g}{\delta CT_{sat}}$ peuvent être calculées par les équations suivantes :

$$\frac{\delta S_g}{\delta CT} = \frac{CT_{air} - CT_{sat}}{(CT_{air} - CT_{sat})^2} \quad (\text{II.14})$$

$$\frac{\delta S_g}{\delta CT_{sat}} = \frac{CT - CT_{air}}{(CT_{air} - CT_{sat})^2} \quad (\text{II.15})$$

$$\frac{\delta S_g}{\delta CT_{air}} = \frac{CT_{sat} - CT}{(CT_{air} - CT_{sat})^2} \quad (\text{II.16})$$

Un exemple de calcul d'incertitudes sur les saturations de gaz est illustré dans le tableau ci-dessous. Pour illustrer ce calcul d'incertitudes, nous avons utilisé différentes valeurs issues des expériences réalisées avec l'injection de mousse dans le milieu poreux. Nous remarquons que l'erreur absolue totale dS_g se situe à peu près à 0.5% et reste constante. On remarque aussi que $\frac{\delta S_g}{\delta CT}$ ne change pas en fonction de S_g . En revanche, les erreurs absolues dues aux valeurs mesurées de CT_{air} et CT_{sat} augmentent en fonction des valeurs de S_g . L'erreur relative $\frac{dS_g}{S_g}$ quant à elle se situe entre 0.6 et 0.9 %.

S_g	CT_{air}	CT_{sat}	CT	$\frac{\delta S_g}{\delta CT_{air}}$	$\frac{\delta S_g}{\delta CT_{sat}}$	$\frac{\delta S_g}{\delta CT}$	dS_g (%)	$\frac{dS_g}{S_g}$ (%)
0.722	1245	1491	1313	0.0029	0.0011	0.0041	0.51	0.71
0.803	1245	1491	1293	0.0033	0.0008	0.0041	0.53	0.66
0.694	1243	1485	1317	0.0029	0.0013	0.0041	0.52	0.75
0.767	1243	1486	1300	0.0032	0.0010	0.0041	0.53	0.69
0.548	1245	1491	1356	0.0022	0.0018	0.0041	0.50	0.91

Tableau 5 : Calcul de l'erreur absolue et relative de la saturation de gaz S_g .

C. Expériences d'écoulement de mousses sous Scanner X

Une expérience consiste à co-injecter du gaz N_2 et la solution de tensioactifs à un débit total Q_t fixe et à différentes qualités de mousse f_g successives (de 0.5 à 0.9). La qualité de mousse f_g est changée à chaque fois que l'état stationnaire est atteint pour la qualité de mousse précédente. Les débits de gaz et de liquide ne sont contrôlés qu'à l'entrée du milieu poreux. On utilise la pression enregistrée en amont de la cellule pour calculer le débit volumique de gaz ciblé correspondant à une qualité de mousse voulue. A cause des effets de compressibilité, le débit volumique de gaz change avec la pression, mais la qualité de mousse peut être calculée à tout moment en entrée du milieu poreux, en calculant le débit volumique de gaz correspondant. Une augmentation de la pression observée lors de l'écoulement, induit une diminution du débit volumique de gaz, ce qui se traduit par une diminution de la qualité de mousse, car f_g peut être aussi écrite en fonction du débit de gaz de la manière suivante :

$$f_g = \frac{1}{1 + \left(\frac{Q_l}{Q_g}\right)} \quad (\text{II.17})$$

Par ailleurs, il est possible d'estimer une qualité de mousse en sortie en faisant l'hypothèse de l'application de la loi de Boyle-Mariotte entre l'entrée et la sortie du milieu poreux (la validation de cette hypothèse est détaillée en Annexe E). Le débit volumique de gaz en sortie est finalement déterminé par l'équation suivante :

$$Q_{g_{av}} = Q_{g_{am}} \frac{P_{am}}{P_{av}} \quad (\text{II.18})$$

Où $Q_{g_{am}}$ et $Q_{g_{av}}$ correspondent aux débits de gaz en amont et en aval respectivement, et P_{am} et P_{av} correspondent aux pressions amont et aval du milieu poreux respectivement.

On prend en compte les effets de pression en recalculant la qualité de mousse moyenne à un instant donné en considérant le débit de gaz moyen entre l'entrée et la sortie du milieu poreux. Ceci permet d'estimer une qualité de mousse moyenne sur l'ensemble de la carotte à un instant donné. Ainsi, pour éviter toute confusion, on utilisera dans ce manuscrit la qualité de mousse injectée au départ lorsqu'on parle de f_g , et on le dissociera de la qualité de mousse à un état donné (typiquement l'état stationnaire²) qui sera utilisée notamment pour les calculs de viscosité apparente.

Un ensemble d'expériences a été réalisé à différents débits totaux, compris entre 4.9 mL/h et 75.7 mL/h (i.e. des vitesses interstitielles totales entre 17.5 $\mu\text{m/s}$ et 271 $\mu\text{m/s}$). Chaque expérience consiste en une série d'injections à des débits de liquide et de gaz fixes tout en augmentant la qualité de mousse de manière successive. Le Tableau 6 résume les différents paramètres d'expérience. Pour les expériences N° 2 et 3, la qualité de mousse a été diminuée après avoir atteint la qualité de mousse la plus grande à 0.9, pour investiguer sur d'éventuels effets d'hystérésis [97]. Les expériences de 1 à 3 consistaient en une injection de mousse après un état de carotte saturée en saumure, tandis que pour les expériences de 4 à 7, la mousse a été injectée après une co-injection gaz-saumure.

² La qualité de mousse à l'état stationnaire est calculée à partir du débit de gaz moyen entre l'amont et l'aval du milieu poreux avec les pressions enregistrés en amont et en aval pendant cet état.

Numéro d'expérience	Q_t (mL/h)	Q_g (mL/h)	Q_l (mL/h)	f_g injectée	V_{int_t} ($\mu\text{m/s}$)
1	4.9	2.4	2.4	0.50	17.5
	4.9	2.0	2.9	0.60	17.5
	4.9	1.5	3.4	0.70	17.5
	4.9	1.0	3.9	0.80	17.5
	4.9	0.5	4.4	0.90	17.5
2	9.8	4.9	4.9	0.50	35.1
	9.8	5.9	3.9	0.60	35.1
	9.8	6.8	2.9	0.70	35.1
	9.8	7.8	2.0	0.80	35.1
	9.8	8.8	1.0	0.90	35.1
	9.8	6.8	2.9	0.70	35.1
	9.8	4.9	4.9	0.50	35.1
3	14.6	7.3	7.3	0.50	52.3
	14.6	8.9	5.9	0.60	52.3
	14.6	10.2	4.4	0.70	52.3
	14.6	11.7	2.9	0.80	52.3
	14.6	13.2	1.5	0.90	52.3
	14.6	10.3	4.4	0.70	52.3
	14.6	7.3	7.3	0.50	52.3
4	75.3	30.1	45.2	0.40	269.5
5	75.2	45.2	30.0	0.60	269.2
6	75.7	52.7	23.0	0.70	271.0
7	74.8	67.8	7.0	0.91	267.8

Tableau 6 : Paramètres d'expériences pour la co-injection du gaz et de la solution de tensioactifs.