

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITÉ DE BLIDA 1  
Faculté de Technologie  
Département de Génie des Procédés



## THÈSE DE DOCTORAT

Spécialité : Génie Chimique

### ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS SYNERGIQUES DES MÉLANGES DE BIOPOLYMÈRES : APPLICATION À LA RÉCUPÉRATION ASSISTÉE DU PÉTROLE.

Par

**BOURKAIB Kamila**

Devant le jury composé de :

O. BOURAS	Professeur	Université BLIDA 1	Président
K. DAOUD	Professeur	Université USTHB	Examineur
D.EL HADI	Professeur	Université BLIDA 1	Examineur
S. HAMMANI	Professeur	Université BLIDA 1	Examineur
S. DJEDRI	MCB	Université BLIDA 1	Co-Directrice
A. HADJ SADOK	Professeur	Université BLIDA 1	Directeur

**Décembre 2024**

## RESUME

Cette thèse examine l'intégration d'un biopolymère extrait du mucilage de cladode d'*Opuntia ficus-indica* dans des formulations de polyacrylamide partiellement hydrolysé (HPAM) pour optimiser les performances techniques de récupération assistée du pétrole. Le mucilage et le HPAM ont été caractérisés par des analyses thermiques, structurales et colloïdales, confirmant leur compatibilité. Les tests rhéologiques ont montré qu'un mélange de 80 % HPAM et 20 % mucilage peut atteindre une viscosité comparable à celle d'une solution de HPAM pur à une concentration plus élevée, démontrant une réduction notable de la concentration requise pour des performances optimales, notamment en conditions de faible salinité. L'efficacité de ce mélange a ensuite été validée dans des conditions réelles, simulant les réservoirs de Hassi Messaoud, caractérisés par une salinité élevée et des températures atteignant les 120 °C.

Le mélange HPAM/mucilage a montré une stabilité supérieure et des performances accrues par rapport au HPAM seul. L'intégration du mucilage, un mélange de biopolymères, représente une approche innovante et durable pour les procédés de récupération assistée du pétrole, réduisant la dépendance aux polymères synthétiques et offrant une solution plus écologique et potentiellement plus économique pour l'industrie pétrolière.

**Mots clés :** Récupération Assistée du Pétrole, HPAM, Cladode d'*Opuntia ficus-indica*, Synergie Polymère-Mucilage, Rhéologie.

## ABSTRACT

This thesis investigates the integration of a biopolymer extracted from the mucilage of *Opuntia ficus-indica* cladodes into formulations of partially hydrolyzed polyacrylamide (HPAM) to optimize the performance of enhanced oil recovery (EOR) techniques. The mucilage and HPAM were characterized through thermal, structural, and colloidal analyses, confirming their compatibility. Rheological tests demonstrated that a blend of 80% HPAM and 20% mucilage can achieve a viscosity comparable to that of a higher concentration of pure HPAM solution, indicating a significant reduction in the concentration required for optimal performance, particularly under low salinity conditions. The effectiveness of this blend was subsequently validated under real conditions simulating the Hassi Messaoud reservoirs, characterized by high salinity and temperatures reaching 120 °C.

The HPAM/mucilage mixture exhibited superior stability and enhanced performance compared to HPAM alone. The integration of mucilage, as a blend of biopolymers, represents an innovative and sustainable approach to EOR processes, reducing reliance on synthetic polymers and offering an ecological and potentially cost-effective solution for the oil industry.

**Keywords:** Enhanced Oil Recovery (EOR), HPAM, *Opuntia ficus-indica* cladode, Polymer-Mucilage synergy, Rheology.

## الخلاصة

تتناول هذه الأطروحة دمج بوليمر حيوي مستخلص من الهلام نبات التين الشوكي في تركيبات بوليأكريلاميد المتحلل جزئياً بهدف تحسين أداء تقنيات الاستخلاص المعزز للنفط. تم توصيف الهلام النباتي وبوليأكريلاميد من خلال تحليلات حرارية وهيكلية وكولويدية، مما أكد توافقهما. أظهرت الاختبارات الريولوجية أن مزيجاً مكوناً من 80% بوليأكريلاميد و20% هلام النباتي يمكن أن يصل لزوجة مماثلة لتلك الموجودة في محلول بوليأكريلاميد بتركيز أعلى، مما يثبت تقليصاً ملحوظاً في التركيز المطلوب لتحقيق الأداء الأمثل، لا سيما في ظروف انخفاض الملوحة. تم التحقق من فعالية هذا المزيج لاحقاً في ظروف واقعية تحاكي خزانات حاسي مسعود التي تتميز بملوحة عالية ودرجات حرارة تصل إلى 120 درجة مئوية.

أظهر مزيج بوليأكريلاميد /الهلام النباتي استقراراً أعلى وأداءً محسناً مقارنةً باستخدام بوليأكريلاميد فقط. يمثل دمج الهلام النباتي، وهو مزيج من البوليمرات الحيوية، نهجاً مبتكراً ومستداماً لعمليات الاستخلاص المعزز للنفط، مما يقلل من الاعتماد على البوليمرات الصناعية ويقدم حلاً أكثر مراعاة للبيئة وربما أكثر اقتصادية لصناعة النفط.

**الكلمات المفتاحية:** الاستخلاص المعزز للنفط، بوليأكريلاميد المتحلل جزئياً، ساق نبات التين الشوكي، التناز بين البوليمر و الهلام، الريولوجية.

## REMERCIEMENTS

*Je tiens à exprimer ma plus profonde gratitude à toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de cette thèse de doctorat portant sur la récupération assistée du pétrole. Leur soutien, leur expertise et leurs encouragements ont été des piliers indispensables pour mener ce projet à bien.*

*Je remercie tout particulièrement mon directeur de thèse, Monsieur **HADJSADOK Abdelkader**, ma co-directrice, Madame **DJEDRI Safia**, de l'Université Blida 1, pour leur mentorat éclairé, leurs conseils avisés et leur soutien constant tout au long de cette recherche.*

*Je tiens également à remercier chaleureusement le Président du jury, le professeur **BOURAS Omar** de l'Université Blida 1, ainsi que les membres du jury, le professeur **DAOUD Kamel** de l'Université USTHB, le professeur **EL HADI Djamel** de l'Université Blida 1, et le docteur **HAMMANI Salim** de l'Université Blida 1, pour leurs précieuses remarques, leur disponibilité et leur bienveillance, qui ont permis d'améliorer significativement la qualité de ce travail.*

*Mes remerciements vont également à Monsieur **ZERIRI Djamel**, directeur de la division laboratoire SONATRACH, ainsi qu'à Monsieur **BELKAHLA Merzoug**, directeur logistique (DLAB) à SONATRACH Boumerdes, et à toute l'équipe de la DLCC SONATRACH du service imagerie et CT scanning à Hassi Messaoud. Je tiens à souligner l'aide précieuse de Messieurs **IZOUNTAR Charaf Eddine**, **ABI MOULOUD Mohamed Fouad**, **GUEZEI Abdelali**, **DJEDAI Yassine**, **BOUHAFES Amine**, **ISSERI Ammar**, **ZIBOUCHE Nourdine**, et de Madame **MAATALAH Djamila**, pour leur collaboration et leur expertise technique.*

*Je souhaite aussi exprimer ma reconnaissance à Monsieur **DJARIR Maamar**, chef de département à la direction suivi des projets et reporting à PED SONATRACH Hydra, pour avoir facilité l'accès aux carottes pétrolières algériennes, indispensables à cette étude.*

*Je souhaite également exprimer ma reconnaissance à la société **SNF Floerger** de France, dont les polymères, reconnus mondialement dans le secteur de la récupération assistée du pétrole, ont été déterminants pour la réalisation de cette étude.*

*Enfin, un immense merci à ma famille, dont le soutien indéfectible et les encouragements constants ont été une force motrice tout au long de ce parcours académique.*

## TABLE DES MATIÈRES

RESUME.....	ii
ABSTRACT .....	iii
الخلاصة .....	iv
REMERCIEMENTS .....	v
LISTE DES FIGURES .....	viii
LISTE DES TABLEAUX .....	x
LISTE DES ABREVIATIONS .....	xi
INTRODUCTION .....	1
<b>Chapitre 1 : Contexte et mécanismes de la récupération du pétrole</b>	
1.1 Historique du pétrole .....	7
1.2 Le gisement de pétrole.....	7
1.3 Formation du pétrole.....	8
1.4 Accumulation de matière organique.....	8
1.5 Maturation en hydrocarbures.....	8
1.6 Piégeage des hydrocarbures.....	9
1.7 La récupération du pétrole.....	9
1.7.1 Origine et développement du pétrole et des formations géologiques réservoirs.....	10
1.7.2 Mécanismes physiques liés à la récupération.....	11
1.8 Physique de la Récupération du pétrole.....	12
<b>Chapitre 2 : La récupération assistée du pétrole par voie chimique</b>	
2.1 La récupération assistée du pétrole (EOR).....	18
2.2 Alcalins-Surfactant-Polymer.....	19
2.2.1 Les Alcalins .....	20
2.2.2 Les Surfactants.....	21
2.2.3 Les Polymères.....	23
2.2.3.1 Types de polymères.....	23
2.3 Mécanismes de transport des polymères dans les systèmes poreux.....	25
2.4 La rhéologie dans l'EOR.....	32
2.4.1 Types de comportement rhéologique .....	32
2.4.2 Paramètres influençant le comportement rhéologique des polymères.....	36
2.5 Effet viscoélastique des polymères dans les milieux poreux.....	37
2.5.1 En écoulement monophasique.....	38
2.5.2 Dans un écoulement diphasique.....	40
2.6 Mécanismes de rétention des polymères dans la récupération assistée du pétrole...	42
2.6.1 Le piégeage mécanique.....	43
2.6.2 Adsorption du polymère.....	44
2.6.3 Rétention hydrodynamique .....	44
2.6.4 Comportement de l'adsorption du polymère selon le régime de concentration.....	47
<b>Chapitre 3 : Matériels et méthodes</b>	
3.1. Matériel .....	51
3.1.1 Extraction du mucilage.....	51
3.1.2 Le Polymère .....	52
3.1.3 Mélange des solutions HPAM/mucilage.....	52
3.1.4 Saumure synthétique .....	52
3.1.5 L'huile (pétrole brut) .....	53
3.1.6 Carottes de roche .....	53
3.2. Méthodes.....	54

3.2.1 Analyse de la masse moléculaire du mucilage de Cladode d’ <i>puntia ficus-indica</i> ...	54
3.2.2 Analyses MEB/EDX.....	55
3.2.3 Analyse DRX.....	56
3.2.4 Analyse ATG.....	56
3.2.5 Analyse IFTR.....	57
3.2.6 Détermination du Potentiel zêta des solutions.....	57
3.3 Rhéologie des solutions de polymère.....	58
3.4 Caractérisation de l’écoulement des fluides dans un milieu poreux .....	59
3.4.1 Analyse Péetrophysique des plugs.....	59
3.4.2 Analyse MicroCT avec le ZEISS Xradia 610 Versa.....	61
3.4.3 Analyse par Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) avec l’Équipement GeoSp	62
3.4.4 Conception et simulation d'expérimentation du core flooding.....	64
3.4.5 Microscopie Électronique à Balayage (MEB) et Spectroscopie Dispersive d'énergie des Rayons X (EDX) des plugs avant et après injection des Plugs avant et après injection.....	71
3.4.6. Analyse DRX des Plugs avant et après Injection .....	71
<b>Chapitre 4 : Résultats et discussion</b>	
4.1 Extraction de la poudre de mucilage .....	74
4.2 Caractérisation Physico-Chimique.....	74
4.2.1 Analyse de la masse moléculaire du mucilage de Cladode d’ <i>puntia ficus-indica</i> ....	74
4.2.2 Analyses SEM/EDX.....	75
4.2.3 Analyse DRX.....	77
4.2.4 Analyse ATG.....	79
4.2.5 Analyse IFTR.....	81
4.2.6 Potentiel zêta.....	83
4.3 Rhéologie des solutions de polymère.....	84
4.3.1 Test d’écoulement des solutions HPAM, Cladode <i>opuntia ficus indica</i> et leurs mélanges.....	85
4.3.2 Test viscoélastique des solutions HPAM, Cladode <i>opuntia ficus indica</i> et leurs mélanges.....	90
4.4 Caractérisation de l’écoulement des fluides dans un milieu poreux .....	92
4.4.1 Analyse Péetrophysique des plugs.....	92
4.4.2 Analyse MicroCT avec le ZEISS Xradia 610 Versa .....	94
4.4.3 Analyse par Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) avec l’équipement GeoSpe.....	96
1. Analyse des paramètres Péetrophysiques : Porosité et Temps de Relaxation T2 cut- off des plugs.....	96
2. Analyse RMN des solutions de polymères et du pétrole.....	99
4.4.4 Conception et simulation d'expérimentation du core flooding.....	101
1. Analyse de la relation entre la perte de charge et le débit volumétrique pour différentes solutions polymériques en Core Flooding .....	101
2. Analyse des courbes de déplacement des fluides en Core Flooding.....	103
4.4.5 Microscopie Électronique à Balayage (MEB) et Spectroscopie Dispersive d'Énergie des Rayons X (EDX) des plugs avant et après injection des Plugs avant et après injection.....	104
4.4.6 Analyse DRX des Plugs avant et après Injection.....	108
CONCLUSION ET PERSPECTIVES .....	113
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE.....	115

## LISTE DES FIGURES

<b>Figure 1.1.</b> Illustration de la formation des réservoirs pétroliers. ....	10
<b>Figure 1.2.</b> La perméabilité relative d'un fluide dans un écoulement multiphasique (à gauche, gris obscur pour l'huile et gris clair pour l'eau), peut être exprimée en fonction des perméabilités partielles des fluides en écoulement simple (à droite).....	14
<b>Figure 1.3.</b> Illustration d'un milieu poreux avec plusieurs types de pores.....	15
<b>Figure 1.4.</b> Diagramme représentatif pour montrer la différence de tortuosité.....	16
<b>Figure 2.1</b> Les quatre types de microémulsions (Winsor- I, II, III et IV).....	22
<b>Figure 2.2</b> Schéma d'un balayage avec des conditions de mobilité différentes. Une relation de mobilité $M > 1$ donne lieu au phénomène de digitation visqueuse.....	27
<b>Figure 2.3.</b> Représentation des forces agissant quand un fluide s'écoule autour d'une goutte immiscible.....	28
<b>Figure 2.4.</b> Schéma illustrant le piégeage de l'huile sous l'effet des forces capillaires à l'échelle des pores de la roche réservoir. À gauche, l'huile résiduelle après une récupération secondaire par injection d'eau. À droite, récupération assistée par injection d'un fluide complexe. ....	29
<b>Figure 2.5.</b> Relation entre la saturation résiduelle et $Ca$ .....	31
<b>Figure 2.6.</b> Schéma représentant les mécanismes de rétention des polymères dans les milieux poreux.....	43
<b>Figure 2.7.</b> Deux méthodes (A) et (B) pour évaluer l'adsorption des polymères dans les milieux poreux à partir des profils des effluents du noyau.....	45
<b>Figure 2.8.</b> Modèle de rétention par adsorption de polymères à la surface de la roche.....	48
<b>Figure 3.1.</b> Situation géographique de la zone de récolte /Plante <i>Cladode opuntia ficus indica</i> .....	51
<b>Figure 3.2.</b> Carotte cylindrique.....	54
<b>Figure 3.3.</b> Core Flooding System CFS 350.....	66
<b>Figure 4.1.</b> Courbe expérimentale de $Kc/R\theta$ en fonction de la concentration de la solution du mucilage.....	75
<b>Figure 4.2.</b> Morphologie SEM de (A) Mucilage et (B) HPAM, avec échelle de 100 $\mu\text{m}$ ...	76
<b>Figure 4.3.</b> Image EDX de (A) Mucilage et (B) HPAM. ....	77
<b>Figure 4.4.</b> Diffractogrammes de (A) Mucilage et (B) HPAM .....	78
<b>Figure 4.5.</b> ATG de (A) Mucilage et (B) HPAM. ....	80
<b>Figure 4.6.</b> Spectroscopie IFTR des solutions de HPAM et de mucilage.....	82
<b>Figure 4.7.</b> Spectroscopie IFTR des suspensions de HPAM/mucilage.....	82
<b>Figure 4.8.</b> Courbes d'écoulement des solutions d'HPAM et de Mucilage en fonction de leur concentration et du milieu de dissolution (A : DW 25°C, B : SW 25°C et C : SW 80°C).....	85
<b>Figure 4.9.</b> Variation des paramètres caractéristiques d'Ostwald en fonction de la concentration des deux polymères.....	86
<b>Figure 4.10.</b> Courbes d'écoulements des solutions de mélange d'HPAM et de Mucilage en fonction du milieu de dissolution, A : DW 25°C, B : SW 25°C et C : SW 80°C.....	88
<b>Figure 4.11.</b> Courbes d'écoulement des solutions d'HPAM et de Mucilage en fonction de leur concentration et du milieu salin de 2% en NaCl a SW 80°C.....	89
<b>Figure 4.12.</b> Modules de stockage et de perte en fonction de la fréquence pour les suspensions de HPAM/Mucilage dans DW à 25 °C, SW à 25 °C et SW à 80 °C .....	91
<b>Figure 4.13.</b> Visualisation 3D des Plugs et des Pores Interconnectés avec l'Équipement Micro City (A : Plug 11-B : Plug 12-C : Plug13) .....	95

<b>Figure 4.14.</b> Mesures Péetrophysiques par RMN pour les trois plugs à l'aide du GeoSpec Rock Analyzer (A : Plug 11 - B : Plug 12 - C : Plug13).....	96
<b>Figure 4.15.</b> Mesures Péetrophysiques par RMN pour les fluides à l'aide du GeoSpec Rock Analyzer : POLY-B : Le mucilage, OIL : Pétrole, POLY-H : HPAM et POLYB+H : mucilage +HPAM.....	100
<b>Figure 4.16.</b> Variation de la Perte de Charge ( $\Delta P$ ) en Fonction du Débit Volumétrique (Q) pour les Solutions Polymériques.....	102
<b>Figure 4.17.</b> Variation de la pression différentielle ( $\Delta P$ ) en Fonction du Volume Injecté (PV) pour les Solutions Polymériques .....	103
<b>Figure 4.18.</b> MEB/EDX (A : avant injection ; B-C-D : après injection pour les Plugs N°11-12-13).....	105
<b>Figure 4.20.</b> DRX (A : avant injection ; B-C-D : après injection pour les Plugs N°11-12-13).....	109

## LISTE DES TABLEAUX

<b>Tableau 3.1.</b> Les propriétés physico-chimiques de la saumure synthétique .....	53
<b>Tableau 4.1.</b> Valeurs du potentiel zêta pour le HPAM et le mucilage dans l'eau distillée (DW) et l'eau saumâtre (SW).....	83
<b>Tableau 4.2.</b> Mesures physiques des plugs extraits des carottes pétrolières.....	92
<b>Tableau 4.3.</b> Mesures de poids et pourcentage de saturation des plugs.....	93
<b>Tableau 4.4.</b> Poids des plugs après centrifugation et volume résiduel de saumure.....	93
<b>Tableau 4.5.</b> Saturation des plugs après centrifugation.....	94
<b>Tableau 4.6.</b> Paramètres Pétrophysiques des Plugs.....	98

## LISTE DES ABREVIATIONS

**ASP** : Alkaline Surfactant Polymer (Polymère tensioactif alcalin) ;  
**OOIP** : Original Oil In Place (Pétrole en place original) ;  
**EOR** : Enhanced Oil Recovery (Récupération assistée du pétrole) ;  
**S<sub>w</sub>** : Saturation en eau ;  
**S<sub>o</sub>** : Saturation en huile ;  
**S<sub>OR</sub>** : Saturation en huile résiduelle ;  
**dP/dl** : Gradient de pression ;  
**k<sub>i</sub>** : Perméabilité partielle (md) ;  
**k<sub>ri</sub>** : Perméabilité relative (md) ;  
**k** : Perméabilité (md) ;  
**S<sub>i</sub>** : Saturation donnée ;  
**φ** : Porosité ;  
**v<sub>o</sub>** : Volume des pores ;  
**v<sub>t</sub>** : Volume total du milieu ;  
**τ** : Tortuosité ;  
**ρ** : Densité (g/cm<sup>3</sup>) ;  
**ñ** : Sphère ;  
**M<sub>i</sub>** : Mobilité ;  
**η** : Viscosité (Pa.s) ;  
**Ca** : Nombre capillaire ;  
**σ** : Tension superficielle ;  
**v** : Vitesse du fluide ;  
**L** : Longueur ;  
**τ** : Contrainte de cisaillement ;  
**γ'** : Taux de cisaillement ;  
**ΔP** : Différence de pression entre les fluides ;  
**K<sub>c</sub>** : Constante optique ;  
**R<sub>θ</sub>** : Rapport de Rayleigh ;  
**M<sub>w</sub>** : Poids moléculaire ;  
**C** : Concentration du mucilage dans la solution ;  
**A<sub>2</sub>** : Coefficient de virial ;  
**BPR** : Régulateur de contre-pression ;  
**dP/dl** : Perte de charge par unité de longueur ;  
**DRX** : Diffraction des rayons X ;  
**DSC** : Calorimétrie différentielle à balayage ;  
**EDX** : Spectrométrie de dispersion d'énergie des rayons X ;  
**IFTR** : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier ;  
**MEB** : Microscopie électronique à balayage ;  
**RMN** : Résonance magnétique nucléaire.

## INTRODUCTION

L'exploitation du pétrole est une composante essentielle de l'économie mondiale, mais elle pose également des défis considérables en matière de récupération et d'impact environnemental. Les méthodes traditionnelles de récupération du pétrole ont atteint leur limite et l'industrie pétrolière se tourne de plus en plus vers des approches innovantes pour maximiser l'extraction des réserves restantes tout en minimisant les dommages environnementaux.

La production de pétrole se déroule en plusieurs étapes distinctes. On distingue généralement trois phases de récupération : primaire, secondaire et tertiaire. Cette classification traditionnelle peut être modifiée dans certains cas, où la production débute directement par les étapes secondaires ou tertiaires.

Dans la phase initiale de récupération, un puits est foré pour permettre au pétrole de remonter naturellement en raison de la différence de pression entre le réservoir et la surface. Au fil du temps, cette pression diminue, entraînant une réduction du débit de production. Cette première étape permet de récupérer environ 10 % de l'OOIP (pétrole initial en place), un pourcentage qui varie en fonction des caractéristiques spécifiques du réservoir.

Les techniques de récupération secondaire impliquent l'injection d'eau ou de gaz pour maintenir la pression du réservoir et continuer l'extraction du pétrole. Le choix entre ces deux méthodes repose sur des critères économiques et techniques. Grâce à ces procédés, le taux de récupération peut atteindre entre 35 et 45 % du pétrole initialement présent.

Lorsqu'un réservoir a été exploité par des méthodes primaires et secondaires, il peut parfois être économiquement viable de poursuivre son exploitation par des techniques de récupération tertiaire, également connues sous le nom de récupération assistée du pétrole. Ces méthodes permettent d'extraire un supplément de 5 à 20 % du pétrole restant dans le réservoir. Cependant, les procédés de récupération assistée sont nettement plus onéreux que les techniques conventionnelles. Quatre principales méthodes sont employées pour la récupération tertiaire :

- La récupération thermique, qui consiste à injecter de l'eau chaude ou de la vapeur pour abaisser la viscosité et améliorer la mobilité du pétrole dans le réservoir.
- L'injection de gaz, comme le CO<sub>2</sub>, pour augmenter la pression et réduire la viscosité des hydrocarbures. Cette technique peut combiner la récupération du pétrole et le stockage géologique du CO<sub>2</sub> du fait de sa solubilité dans un aquifère adjacent.

- L'injection de micro-organismes qui réduisent la longueur des chaînes carbonées tout en générant in situ des tensioactifs, qui réduisent la tension interfaciale eau/huile mais aussi la viscosité du pétrole.
- L'EOR chimique consiste à améliorer le déplacement du pétrole par l'eau en utilisant des tensioactifs pour réduire la tension interfaciale, les nanoparticules et des polymères hydrosolubles qui augmentent la viscosité du fluide de déplacement [1].

L'injection de polymères est une technique de récupération assistée du pétrole largement employée, reconnue pour son taux de mobilité plus favorable par rapport à l'eau. Les solutions polymères présentent des propriétés viscoélastiques qui améliorent la mobilisation de l'huile emprisonnée à l'échelle microscopique des pores, réduisant ainsi la saturation résiduelle en huile. Cette technique a fait ses preuves avec succès dans les réservoirs de grès. Toutefois, l'application des polymères dans des formations rocheuses carbonatées est plus complexe en raison de l'hétérogénéité des réservoirs, de la forte rétention des polymères anioniques, de la faible perméabilité de la matrice, ainsi que de la dureté de l'eau de formation [2].

L'efficacité de l'injection de solutions de polymères peut être influencée par l'injectivité du fluide, qui doit être non newtonien et fluidifiant, c'est-à-dire que sa viscosité diminue avec l'augmentation du taux de cisaillement. Il est important de noter que le taux de cisaillement est inversement proportionnel à la distance au puits, ce qui entraîne une viscosité faible près du puits (bonne injectivité) et une viscosité élevée plus éloignée. Cependant, près du puits, le taux d'allongement peut être suffisamment élevé pour provoquer une dégradation mécanique du polymère. Les polymères rigides se révèlent intéressants dans ce contexte en raison de leur rhéofluidification prononcée et de leur résistance à la dégradation mécanique, ainsi que leur tolérance élevée au sel et aux températures élevées.

Le succès économique de la technique d'inondation de polymères repose sur la minimisation des pertes dues à la rétention des polymères. Cette rétention entraîne une diminution de la viscosité du polymère, ce qui réduit l'efficacité globale du balayage. Depuis plusieurs décades, de nombreuses études en laboratoire ont examiné divers paramètres tels que le type de polymère, le poids moléculaire, la concentration, la salinité et la dureté de la solution aqueuse, ainsi que les conditions d'écoulement pour optimiser le rapport entre la récupération du pétrole et la rétention du polymère. La majorité de ces études ont été réalisées en conditions monophasiques [3-6], montrant que la rétention est principalement due à l'adsorption des chaînes polymères sur la surface du milieu poreux. En revanche, les recherches en présence

d'huile ou dans des milieux poreux humides sont plus limitées [7-9], mais elles suggèrent généralement que la présence d'huile peut réduire la rétention du polymère.

La rétention des polymères englobe plusieurs mécanismes, tels que l'adsorption, le piégeage mécanique et la rétention hydrodynamique. Tandis que l'adsorption et le piégeage mécanique sont généralement des processus irréversibles, la rétention hydrodynamique est réversible. Ce dernier phénomène survient dans les zones où l'écoulement est stagnant, par exemple derrière les particules solides. Selon la littérature, ce type de rétention se manifeste lorsqu'il y a un ajustement du débit à une nouvelle valeur, notamment après une interruption et une reprise de l'inondation [10-12].

L'adsorption est le phénomène de rétention le plus étudié parmi les divers processus impliqués. Deux approches principales sont utilisées dans les études expérimentales : statique et dynamique. Lors des expériences statiques, la solution de polymère est mise en contact avec des particules solides telles que le sable, le carbure de silicium ou d'autres minéraux, afin d'examiner l'adsorption des molécules de polymère sous différentes conditions. Ces expériences se concentrent uniquement sur l'adsorption. En revanche, les expériences dynamiques permettent l'occurrence des trois phénomènes de rétention : adsorption, piégeage mécanique et rétention hydrodynamique. Certaines études ont distingué l'adsorption du piégeage mécanique en réalisant des expériences statiques et dynamiques avec le même sable [13]. Une autre méthode pour étudier le piégeage mécanique consiste à traiter le sable de silice avec du silane pour obtenir une surface non adsorbante [14]. L'adsorption peut également conduire au piégeage mécanique du polymère lorsque les molécules de polymère sont adsorbées entre les particules de silice perpendiculairement à la direction de l'écoulement, formant des ponts qui peuvent entraîner une accumulation de molécules et éventuellement obstruer les pores. Pour minimiser le piégeage mécanique, il est recommandé de choisir un milieu poreux de haute perméabilité et de pré-cisailler ou pré-filtrer la solution de polymère afin d'éliminer les microgels non dissous et les impuretés. La rétention hydrodynamique, qui est influencée par le débit, n'est pas bien définie et est généralement négligeable par rapport aux autres mécanismes. En pratique, la rétention est principalement attribuée à l'adsorption [15].

La récupération assistée du pétrole, également connue sous le nom de récupération tertiaire, offre une solution prometteuse pour relever ce défi. Cette approche implique l'utilisation de techniques avancées pour mobiliser et extraire le pétrole résiduel des réservoirs après les phases de récupération primaire et secondaire. Cependant, les méthodes conventionnelles, telles que

l'injection d'eau ou de gaz, présentent des limitations en termes d'efficacité et peuvent avoir un impact néfaste sur l'environnement.

Dans ce contexte-là, on parlera alors de polymères synthétiques et biologiques. Les polymères sont utilisés comme agents de rhéologie pour améliorer la mobilité du pétrole dans le réservoir, réduisant ainsi les forces capillaires et facilitant son déplacement vers les puits de production. Les polymères synthétiques, comme le HPAM, ont été largement utilisés dans ces applications en raison de leurs excellentes performances rhéologiques. Cependant, le HPAM est confronté à l'inconvénient de sa sensibilité à la salinité.

En plus, l'utilisation de polymères synthétiques soulève des préoccupations environnementales en raison de leur persistance dans l'environnement et de leur impact potentiel sur les écosystèmes aquatiques et terrestres. C'est pourquoi il y a un intérêt croissant pour les polymères biologiques, dérivés de sources naturelles comme les plantes, qui offrent une alternative plus écologique et durable.

Les avantages des polymères biologiques, tels que le mucilage de cladode d'*Opuntia ficus-indica*, résident dans leur biodégradabilité, leur disponibilité locale et leur faible impact environnemental. Ces polymères sont dotés également de propriétés rhéologiques comparables à celles des polymères synthétiques, ce qui en fait des candidats attrayants pour la récupération assistée du pétrole. Malgré tous ces avantages, les polymères biologiques présentent aussi des défis, notamment en termes de stabilité thermique, de compatibilité avec d'autres additifs et de performance dans des conditions opérationnelles variées. De plus, leur disponibilité peut être limitée dans certaines régions, ce qui peut affecter leur applicabilité à grande échelle dans l'industrie pétrolière.

Il est important de noter que, pour des pays comme l'Algérie, où les ressources naturelles de plantes produisant des polymères biologiques sont abondantes, ces polymères peuvent représenter une solution particulièrement viable. En Algérie, par exemple, le mucilage de cladode d'*Opuntia ficus-indica* est disponible en grande quantité, ce qui pourrait faciliter leur utilisation et leur intégration dans les processus de récupération assistée du pétrole à l'échelle locale.

Dans cette thèse, nous nous concentrerons sur l'étude approfondie des propriétés synergiques des mélanges de polymères biologiques et synthétiques. L'objectif principal est d'explorer comment la combinaison de ces deux types de polymères peut optimiser l'efficacité de la récupération assistée du pétrole tout en minimisant l'impact environnemental. En se concentrant

sur la synergie entre les polymères biologiques, comme le mucilage de cladode d'*Opuntia ficus-indica*, et les polymères synthétiques, cette étude cherche à démontrer comment leurs interactions peuvent améliorer les performances de récupération tout en offrant des solutions plus écologiques. Par une approche expérimentale rigoureuse et une analyse théorique, nous visons à approfondir les connaissances dans ce domaine et à proposer des stratégies pour une récupération du pétrole plus efficace et durable.

## ***Chapitre 1 :***

# ***Contexte et mécanismes de la récupération du pétrole***

---

## 1.1 Historique du pétrole

L'utilisation du pétrole remonte à des temps anciens, où l'approvisionnement était limité aux gisements naturels et à ceux découverts lors du creusement de puits pour l'eau potable ou la saumure. Dans les civilisations mésopotamiennes, le pétrole était employé pour des applications variées, notamment en médecine, en cosmétique, pour l'éclairage avec des lampes à huile, et, dès 6000 av. J.-C., pour l'étanchéité des bateaux. Les Égyptiens utilisaient l'asphalte dans le processus de momification. Des historiens comme Diodore et Strabon mentionnent son utilisation dans la construction des jardins suspendus de Babylone. Hérodote évoque une source de bitume à Ardericca, près de Suse, et des gisements auraient également été identifiés à Zacynthe (îles Ioniennes, Grèce) et près de l'Issus, un affluent de l'Euphrate. Dans plusieurs langues d'Asie et du Moyen-Orient, la racine "naft" ou "neft" (naphte) est associée à la présence d'hydrocarbures, souvent représentée par des noms de villages [16]. En Asie, des puits étaient apparemment forés en Chine dès le ive siècle, utilisant des tiges de bambou pour l'extraction du pétrole. Au Ve siècle, le pétrole était connu au Japon sous le nom « d'eau qui brûle », utilisé pour divers usages. Au XIe siècle, Shen Kuo emploie le terme « huile de roche » dans son encyclopédie *Mengxi Bitan* pour désigner le pétrole, croyant qu'il s'agissait d'un fluide jaillissant continuellement des profondeurs de la terre. Au IXe siècle, Al-Razi décrit la distillation du pétrole à l'aide d'un alambic, produisant du pétrole lampant, qui était utilisé par les Byzantins et les Vénitiens, et qui aurait probablement été intégré dans le fameux « feu grégeois », utilisé pour incendier les navires ennemis. Les Amérindiens utilisaient également le pétrole pour calfeutrer leurs embarcations et pour ses supposées propriétés médicinales. En 1440, un document atteste de l'existence d'une « fontaine de poix noire » dans le village de Lucăcești, marquant ainsi un point de départ important pour l'industrie pétrolière en Roumanie.

## 1.2 Le gisement de pétrole

Une croyance largement répandue assimile les gisements d'hydrocarbures à des lacs situés dans des cavernes souterraines, accessibles par forage, où le pétrole jaillirait sous l'effet de la pression exercée par le gaz présent dans la cavité. Cette conception est souvent alimentée par des œuvres de fiction telles que *Voyage au centre de la Terre* de Jules Verne, *À l'ombre des derricks* de Morris et Goscinny, ou encore *L'odyssée d'Astérix* d'Albert Uderzo. Cependant, la réalité est bien différente. Le pétrole est en réalité capturé dans des formations rocheuses souterraines poreuses, connues sous le nom de réservoirs. Un gisement d'hydrocarbures se compose d'un ou plusieurs de ces réservoirs, comme l'indique l'étude de Cosse en 1988 [17].

### **1.3 Formation du pétrole**

La genèse du pétrole résulte de processus géologiques complexes au sein d'une région, impliquant l'accumulation de matière organique et végétale, sa transformation en hydrocarbures, ainsi que son confinement. Suite à ces processus, un gisement de pétrole peut subir diverses évolutions en lien avec la tectonique des plaques. Il peut être enfoui plus profondément, connaître une pyrolyse ultérieure et perdre certaines de ses fractions, pouvant ainsi donner naissance à un gisement de gaz naturel. Dans certains cas, le gisement peut "fuir", permettant au pétrole de migrer à nouveau, soit vers la surface, soit vers un autre piège géologique [18]. La formation d'un gisement de pétrole nécessite donc des conditions géologiques très particulières, expliquant pourquoi seule une infime partie de la matière organique accumulée au cours des ères géologiques se transforme en énergie fossile, et pourquoi ces ressources sont réparties de manière très inégale à travers le monde [19].

### **1.4 Accumulation de matière organique**

En règle générale, la biosphère possède une grande capacité à recycler la plupart des sous-produits et débris organiques. Cependant, la matière organique morte échappe à ce processus de recyclage et se dépose par gravité, restant ainsi emprisonnée dans les sédiments minéraux et échappant au cycle biologique normal. Ce phénomène se manifeste principalement dans des milieux particuliers, notamment dans des zones confinées, en climat tropical, et lors de périodes de forte activité climatique, lorsque le volume de débris organiques dépasse la capacité de recyclage de l'écosystème local. C'est durant ces périodes que se forment ces dépôts riches en matière organique.

### **1.5 Maturation en hydrocarbures**

À mesure que des couches de sédiments se superposent à la couche riche en matières organiques, appelée "roche-mère", celle-ci subit une augmentation de température et de pression. Dans ces conditions, la matière organique est convertie en kérogène, une substance sèche dispersée dans la roche sous forme de petits agrégats. La pyrolyse du kérogène se produit lentement lorsque la température atteint un seuil critique, généralement d'au moins 50°C, en fonction de la composition spécifique de la roche et du kérogène, ainsi que des conditions environnementales, qui doivent être réductrices. Ce processus génère du pétrole et/ou du gaz naturel, des composés plus riches en hydrogène, en fonction de la composition du kérogène et des conditions d'enfouissement. Sous une pression suffisante, ces fluides migrent hors de la roche-mère lors d'un phénomène appelé migration primaire. En général, la formation de la

roche-mère remonte à plusieurs dizaines, voire centaines, de millions d'années avant que cette migration ne se produise.

## **1.6 Piégeage des hydrocarbures**

Les hydrocarbures sont naturellement moins denses que l'eau, ce qui leur permet de remonter vers la surface de la Terre. Cependant, une partie de ces hydrocarbures est retenue dans des zones perméables du réservoir, telles que les couches de sable, de carbonates ou de dolomites, appelées « roches-réservoirs ». Ils sont piégés grâce à la présence d'une couche imperméable composée de matériaux comme l'argile, le schiste ou le gypse, formant une structure de « piège ». Ces structures de piégeage sont cruciales pour l'exploitation pétrolière, car elles permettent de retenir les hydrocarbures et de limiter leur fuite vers les couches supérieures. Les formes et types de ces structures peuvent varier, offrant ainsi plusieurs mécanismes pour piéger les hydrocarbures et permettre leur extraction future [20].

## **1.7 La récupération du pétrole**

Un gisement pétrolier est généralement exploité en trois étapes, les deux premières permettent de récupérer environ 30 % à 50 % des hydrocarbures. Lors de la première étape, appelée récupération primaire, une pression inférieure à celle du réservoir est créée au fond des puits, facilitant ainsi la remontée naturelle des hydrocarbures vers la surface. Cette méthode permet de récupérer environ 5 % à 25 % des réserves initiales en fonction de la nature du pétrole. Ensuite, la récupération secondaire, ou Secondary Oil Recovery (SOR), consiste à injecter de l'eau ou du gaz dans le gisement pour maintenir la pression et pousser davantage d'huile vers les puits de production. Cela permet de récupérer en moyenne 20 % à 40 % des réserves totales [21].

Pour maximiser la récupération des hydrocarbures restants, des techniques de récupération tertiaire, également connues sous le nom de Enhanced Oil Recovery, sont mises en œuvre. Ces techniques incluent l'injection de gaz miscibles, l'injection de produits chimiques (tels que des alcalins, des surfactants ou des polymères), ainsi que l'injection de vapeur, visant à réduire la viscosité du pétrole et à améliorer sa mobilité. Ces méthodes peuvent permettre de récupérer jusqu'à 10 % à 20 % supplémentaires des réserves initiales, portant ainsi le total récupéré à environ 50 % à 70 % des hydrocarbures présents dans le gisement [22].

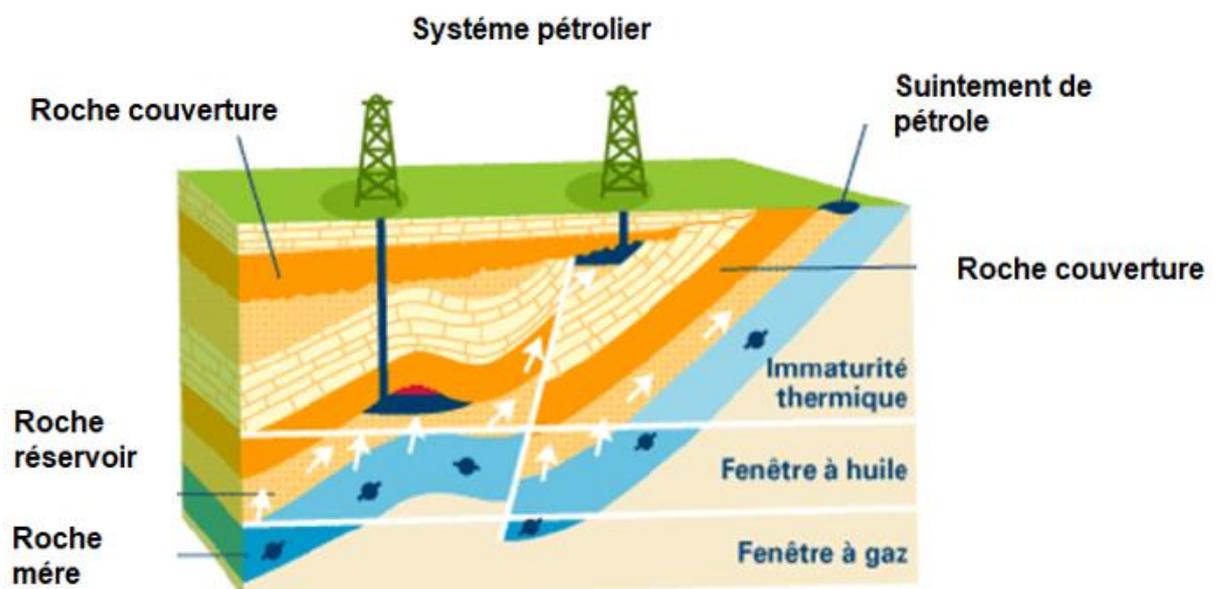
L'EOR a pour objectif de récupérer l'huile résiduelle en altérant ses caractéristiques de mobilité par des méthodes thermiques ou chimiques. Malgré leurs promesses, ces techniques sont

souvent complexes et coûteuses, nécessitant des conditions économiques favorables, surtout lorsque les prix du pétrole sont élevés [23].

### 1.7.1 Origine et développement du pétrole et des formations géologiques réservoirs

Avec le temps, l'érosion des roches entraîne la formation de sédiments qui s'accumulent progressivement dans les fonds marins ou sur les terres émergées, piégeant ainsi la matière organique dans ces dépôts. L'accumulation continue de ces couches sédimentaires provoque une augmentation de la pression et de la température lors de leur enfouissement (Figure 1.1). À un certain seuil de pression et de température, la décomposition thermique des composés organiques, désignés sous le terme de kérogène, débute. Ce processus de craquage thermique conduit à la formation de pétrole, un mélange complexe de composés organiques. Ce dernier comprend des paraffines (alcanes linéaires), des naphthènes (cycloalcanes), des molécules aromatiques, des acides naphthéniques, des résines, et des asphaltènes (molécules organiques de grande taille, principalement constituées de cycles aromatiques et d'hétéroatomes). Les éléments prédominants dans ces composés sont le carbone et l'hydrogène, bien que le pétrole puisse également contenir des traces de soufre, d'azote et d'oxygène [24].

Le pétrole et les gaz associés, étant moins denses que l'eau, s'échappent de la roche-mère à travers des formations rocheuses poreuses. Lorsqu'ils rencontrent une roche de couverture, c'est-à-dire une couche imperméable, leur migration est interrompue, et le pétrole ainsi que le gaz s'accumulent dans ce milieu confiné pour constituer un réservoir



**Figure 1.1.** Illustration de la formation des réservoirs pétroliers [25].

. Une roche réservoir se caractérise par sa perméabilité et sa porosité, des propriétés qui dépendent à la fois de la composition minéralogique de la roche et de la nature du pétrole qu'elle contient. Nous examinerons par la suite l'importance de ces paramètres, explorés en pétrophysique, dans le contexte de la production pétrolière.

### **1.7.2 Mécanismes physiques liés à la récupération**

Lors de la récupération primaire, un flux simultané ou successif d'huile, de gaz et d'eau salée est extrait du réservoir vers les puits de production et la surface. Cependant, à mesure que la pression du réservoir diminue, la production de pétrole décroît également, laissant une fraction résiduelle d'huile emprisonnée dans la roche. Pour pallier cette baisse de rendement, des techniques de récupération secondaire, telles que l'injection d'eau (waterflooding) ou de gaz, sont employées afin de maintenir la pression du réservoir et de déplacer davantage d'huile vers les puits de production. Bien que ces méthodes permettent de récupérer une quantité significative d'huile supplémentaire, une fraction non négligeable demeure encore enfermée dans la roche après cette phase.

Parallèlement, d'importantes quantités d'eau et, parfois, de gaz restent également emprisonnés dans le réservoir. La nature de la roche réservoir influence cette rétention : une roche hydrophobe favorisera la rétention de pétrole, tandis qu'une roche hydrophile retiendra plutôt de l'eau. Cette affinité est directement influencée par la composition minéralogique de la roche et les propriétés des fluides présents. Dans les techniques de récupération tertiaire, l'injection de fluides complexes, tels que des produits chimiques, vise à surmonter les forces capillaires qui emprisonnent le pétrole et ainsi en améliorer l'extraction [26].

La dynamique des fluides dans un réservoir peut être décrite par un modèle simplifié, composé d'une surface solide (la roche) et de deux fluides non miscibles : le pétrole et l'eau. En conditions d'équilibre, le pétrole peut se retrouver emprisonné par l'eau environnante en raison des forces capillaires. Les conditions de piégeage dépendent principalement des caractéristiques de la roche réservoir et des tensions interfaciales entre les fluides. Pour libérer le pétrole ainsi piégé, il est nécessaire d'introduire des perturbations dans le système, telles que l'injection d'eau ou de gaz lors de la récupération secondaire, ou encore l'utilisation de formulations chimiques durant la récupération tertiaire. Ces interventions modifient les équilibres fluidiques et altèrent les propriétés d'écoulement à différentes échelles, facilitant ainsi la mobilisation du pétrole [27].

Les roches réagissent différemment au passage des fluides, une roche avec une perméabilité élevée permet un écoulement plus facile du pétrole, réduisant ainsi sa saturation dans la matrice rocheuse. Chaque fluide présente également une mobilité distincte à travers la roche, influencée

par ses propriétés physiques et la nature du milieu poreux. La compréhension des phénomènes de piégeage et d'écoulement diphasique dans un milieu poreux est essentielle pour optimiser les processus de récupération assistée du pétrole. Après la récupération secondaire, une saturation résiduelle d'huile peut persister, soit par adsorption sur les parois des pores, soit en obstruant partiellement ou totalement certains canaux poreux, empêchant ainsi son écoulement [28].

### **I.8 Physique de la récupération du pétrole**

La récupération pétrolière est un processus complexe qui nécessite une compréhension approfondie des dynamiques physiques régissant le comportement des fluides dans les réservoirs souterrains. Ce domaine d'étude s'appuie sur des principes fondamentaux de la physique des fluides et de la géologie, afin d'optimiser l'extraction des hydrocarbures. Les mécanismes physiques, tels que le piégeage des gouttes, la perméabilité, la porosité, la tortuosité et la surface spécifique des roches, influencent directement l'efficacité des techniques de récupération. Une analyse détaillée de ces dynamiques permet non seulement d'améliorer les méthodes actuelles, mais également de développer des stratégies innovantes pour maximiser le rendement des réserves de pétrole. Cette section se penchera sur chacun de ces aspects, mettant en lumière leur importance et leur impact sur la récupération assistée du pétrole.

#### **a) Piégeage d'une goutte dans un système diphasique**

Le piégeage d'une goutte dans un système diphasique est un phénomène crucial dans le cadre de la récupération pétrolière, particulièrement lors des processus de récupération assistée. Dans un réservoir, le pétrole coexiste avec l'eau (ou le gaz) dans un état diphasique, où chaque phase interagit de manière complexe. Ce piégeage se produit lorsque des gouttes de pétrole, soumises aux forces capillaires et à la tension de surface, sont retenues dans les pores des roches réservoirs.

Les facteurs influençant ce piégeage comprennent la taille et la forme des pores, ainsi que les propriétés de mouillage des fluides. Un fluide est considéré comme mouillant si sa tension de surface est inférieure à celle de l'autre fluide, favorisant ainsi la formation de films ou de pellicules autour des gouttes. Par exemple, lorsque l'eau est la phase continue, le pétrole peut se retrouver piégé, formant des gouttes isolées dans les pores, ce qui limite son mouvement vers le puits de production.

L'efficacité de la récupération dépend souvent de la capacité à déloger ces gouttes piégées. L'utilisation d'agents surfactants ou de techniques d'injection d'eau améliorée peut modifier la tension de surface, facilitant ainsi la désorption des gouttes de pétrole. De plus, comprendre les

mécanismes de piégeage permet d'optimiser les conditions du réservoir, telles que la pression et la température, afin de favoriser la mobilité des hydrocarbures.

Ainsi, le piégeage d'une goutte dans un système diphasique constitue une composante essentielle des dynamiques de récupération pétrolière. Une compréhension approfondie de ce phénomène permet de concevoir des stratégies de récupération plus efficaces, augmentant l'extraction des ressources pétrolières tout en réduisant les coûts et en améliorant l'efficacité globale des opérations.

### **b) La perméabilité**

La perméabilité est une caractéristique d'un matériau solide, tel que la roche dans notre contexte, qui indique sa capacité à permettre le passage d'un fluide à travers sans altérer sa structure interne [29]. Un matériau est considéré comme perméable s'il permet à une quantité substantielle de fluide de le traverser, proportionnelle à la vitesse moyenne d'écoulement. À l'inverse, un matériau est qualifié de peu perméable ou imperméable s'il résiste au passage du fluide. La perméabilité d'un matériau est généralement déterminée expérimentalement à l'aide de la loi de Darcy [30].

Lorsque l'on introduit un deuxième fluide immiscible dans le milieu poreux, les conditions d'écoulement changent en fonction des affinités entre chaque fluide et le matériau traversé. Avant d'examiner ces conditions spécifiques, il est utile de rappeler la notion de saturation. Les saturations en huile ( $S_o$ ) et en eau ( $S_w$ ) données par les équations (1.1) et (1.2) désignent respectivement les fractions volumiques occupées par chaque fluide dans les pores du matériau.

$$s_w = \frac{w}{w+o} |_{pore} \quad (1.1)$$

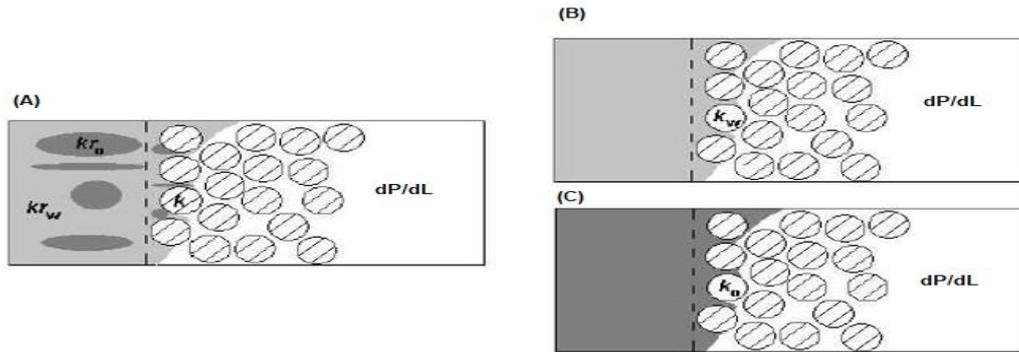
$$s_o = \frac{o}{w+o} |_{pore} \quad (1.2)$$

Fréquemment, ces valeurs sont mesurées avant et après l'application d'un processus de récupération afin d'évaluer son efficacité. Plus spécifiquement, la saturation en huile résiduelle (**SOR**), qui est un paramètre largement utilisé pour évaluer les performances des processus de récupération améliorée.

En pratique, il est possible de déterminer les variations de certaines caractéristiques telles que la pression capillaire, la tension interfaciale et la longueur caractéristique du milieu (dans notre

cas, le diamètre du pore) en fonction des saturations. Ces variations peuvent être analysées à l'aide d'outils bien établis, tels que les courbes de drainage-imbibition [31].

Ainsi, lorsque deux fluides traversent un même matériau solide, nous pouvons déterminer une perméabilité partielle ( $k_i$ ) pour chaque fluide. Cette mesure reflète la facilité avec laquelle un fluide spécifique peut se déplacer à travers le matériau sous un gradient de pression imposé dans le flux global.



**Figure 1.2.** La perméabilité relative d'un fluide dans un écoulement multiphasique (A:gris obscur pour l'huile et gris claire par l'eau), peut être exprimée en fonction des perméabilités partielles des fluides en écoulement simple (B et C) [32].

Comme exemple, la Figure 1.2 illustre une quantité donnée d'huile (O) et d'eau (W) traverse un matériau solide de perméabilité  $k$ . Les termes  $k_w$  et  $k_o$  désigneront respectivement les perméabilités de la roche lorsque ces deux fluides s'écoulent séparément sous un gradient de pression  $dP/dl$ . Ce qui nous permet de calculer la perméabilité partielle  $k_i$  donnée par l'équation (1.3) suivante :

$$k_i = \frac{V_i \eta_i}{(dP/dl)} \quad (1.3)$$

Où  $V_i$  représente le débit volumique du fluide et  $\eta_i$  est la viscosité .

Toutefois, lorsqu'il y a un écoulement simultané de l'eau et de l'huile, il est courant d'introduire la notion de perméabilité relative  $k_{ri}$ . Cela se traduit par le rapport entre la perméabilité partielle  $k_i$  d'un fluide à une saturation donnée  $S_i$  et la perméabilité absolue du fluide  $k$ , exprimé par l'équation 1.4 suivante :

$$kr_i = \frac{V S_i \eta_i}{k(dP/dl)} \quad (1.4)$$

Où  $k_{ri}$  représente la perméabilité relative ;  $k$  est la perméabilité et  $S_i$  correspond à une saturation donnée.

Dans un réservoir de pétrole, la configuration des pores, la viscosité des fluides et les forces en jeu influent significativement la perméabilité relative. Cette propriété affecte directement la capacité des fluides à se déplacer dans le réservoir.

### c) La porosité

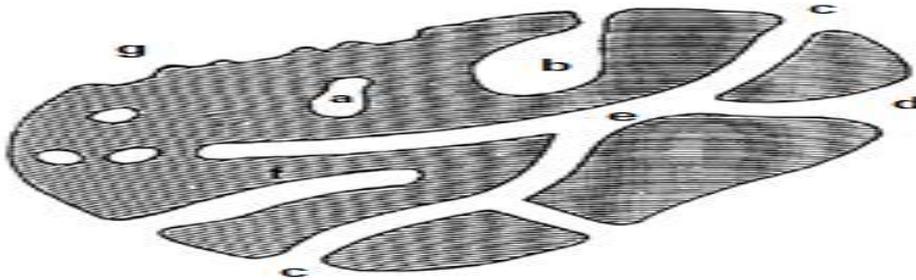
La porosité d'un milieu poreux est définie comme le rapport entre le volume des pores  $v_0$  et le volume total du milieu  $v_T$ , exprimée par l'équation (1.5) suivante :

$$\phi = \frac{v_0}{v_T} \quad (1.5)$$

Dans les systèmes poreux, les pores peuvent être interconnectés ou séparés (voir Figure 1.3),

Nous distinguons ainsi la porosité résiduelle, constituée par les pores isolés, et les pores effectifs ou utiles, constitués par les pores interconnectés [28].

Les valeurs typiques de porosité dépendent du type de système de pores. Pour les grès consolidés, la valeur de porosité est comprise entre 0,1 et 0,3, et pour les sables non consolidés entre 0,3 et 0,4.



**Figure 1.3.** Illustration d'un milieu poreux avec plusieurs types de pores [33].

Les pores dans les milieux poreux peuvent être classés en deux catégories principales, les pores isolés et les pores connectés.

a) Les pores isolés, également appelés pores fermés, influencent les propriétés macroscopiques du matériau, telles que la densité, la résistance mécanique et la conductivité thermique. Cependant, ces pores ne participent pas aux flux de fluides ni aux processus d'absorption, limitant ainsi leur rôle dans la récupération des hydrocarbures.

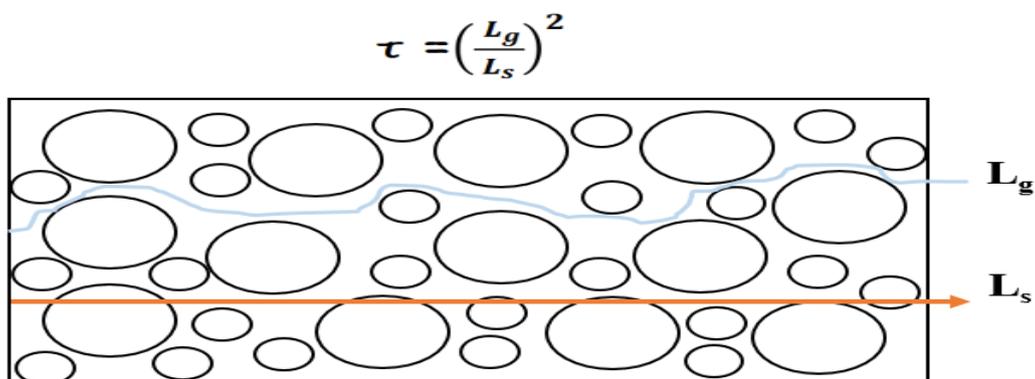
b) Les pores connectés, également appelés pores ouverts, facilitent la circulation des fluides à travers le milieu. Ces pores peuvent être classés selon leur ouverture, certains sont ouverts à une seule extrémité (comme les pores aveugles b et f), tandis que d'autres s'ouvrent à deux extrémités (comme les pores e). En outre, leur géométrie varie ; par exemple, certains sont cylindriques (c ou f), d'autres prennent la forme de bouteilles (b) ou d'entonnoirs (d). Cette diversité de formes affecte non seulement la perméabilité, mais aussi la manière dont les fluides interagissent avec le milieu poreux.

g) Rugosité de la surface : bien que la rugosité de la surface ne crée pas de porosité à proprement parler, elle introduit des irrégularités qui peuvent influencer le comportement d'écoulement des fluides. Cette rugosité peut accroître l'adsorption des fluides sur la surface des pores, modifiant ainsi les propriétés d'écoulement et d'absorption des hydrocarbures dans le réservoir.

#### d) Tortuosité

La tortuosité caractérise la structure des milieux poreux en ce qui concerne la conductivité hydraulique et la dispersivité. Les milieux poreux, en particulier les milieux naturels tels que les roches et les sols, sont des systèmes désordonnés avec de nombreuses tailles de pores et des formes de grains différentes. Les chemins d'écoulement dans ces milieux ne sont pas droits, et une particule parcourt une distance qui est supérieure à la longueur de l'échantillon.

La tortuosité  $\tau$  est une propriété intrinsèque de chaque milieu. C'est une fonction du rapport de la longueur du trajet réel entre deux points  $L_g$  à la distance rectiligne  $L_s$  qui les sépare. Puisque  $L_g > L_s$ , le facteur de tortuosité  $\tau$  est supérieur à 1.



**Figure 1.4.** Diagramme représentatif pour montrer la différence de tortuosité [34].

### e) Surface spécifique

La surface spécifique est la surface totale du sol en contact avec les fluides. Exprimée en  $m^2/g$ . Dans un système de pores cubiques de volume  $v$  contenant  $\tilde{n}$  sphères de rayon  $r$  et de densité  $\rho$ , un volume  $H^3$  peut être associé à chaque sphère dans le système de pores, la porosité ( $\phi$ ) de ce système est alors représentée par l'équation (1.6) suivante :

$$\phi = \frac{v_p}{v} = \frac{H^3 - \frac{4}{3}\pi r^3 \tilde{n}}{H^3} = 1 - \frac{4}{3}\pi \left(\frac{r}{H}\right)^3 \tilde{n} \quad (1.6)$$

Où  $v_p$  représente le volume des pores ;  $v$  est le volume total ;  $H$  est la hauteur ;  $r$  est le rayon et  $\tilde{n}$  est une variable associée à la structure des pores

En second lieu, la surface spécifique  $S_{sp}$  de chaque sphère peut être exprimée par l'équation (1.7) suivante , où  $M_s$  représente la masse de la sphère :

$$S_{sp} = \frac{S_{sphere}}{M_s} = \frac{4\pi r^2}{\rho \frac{4}{3}\pi r^3} = \frac{3}{\rho r} \quad (1.7)$$

Logiquement, plus la taille des particules est petite, plus la surface spécifique est grande. Par exemple, la surface spécifique des grès se situe entre 0,5 et 5  $m^2/g$ , tandis que celle des argiles est d'environ 100  $m^2/g$ .

Dans ce chapitre, il a été question de mettre en relief la formation du pétrole à partir de matière organique dans les sédiments, suivie d'une transformation thermique sous pression et température élevées, générant des hydrocarbures. Ces derniers migrent vers des roches-réservoirs, où ils sont piégés par des couches imperméables. L'exploitation des réserves s'effectue par des méthodes de récupération primaire, secondaire et tertiaire. La récupération primaire, utilisant les mécanismes naturels du réservoir, permet d'extraire 5 % à 30 % du pétrole initial. La récupération secondaire, par injection d'eau ou de gaz, augmente le taux de récupération jusqu'à 50 %. Les techniques de récupération tertiaire, qui incluent l'injection de vapeur, de gaz miscible ou de produits chimiques, visent à extraire 5 % à 20 % supplémentaires des réserves. Comprendre les phénomènes de piégeage capillaire et la dynamique d'écoulement dans les réservoirs est essentiel pour améliorer l'efficacité de ces méthodes.

## ***Chapitre 2 :***

# ***La récupération assistée du pétrole par voie chimique***

---

## **2.1 La récupération assistée du pétrole (EOR)**

La récupération assistée du pétrole constitue un élément clé de l'industrie pétrolière, cherchant à maximiser l'extraction des hydrocarbures tout en améliorant l'efficacité des opérations. Parmi les différentes techniques d'EOR, la récupération chimique se distingue par ses solutions novatrices visant à optimiser les performances de récupération [35].

Ce chapitre examine en détail les méthodes et technologies couramment utilisées en EOR, en mettant particulièrement l'accent sur l'injection de polymères, la réduction de la tension interfaciale et l'utilisation de tensioactifs. Nous mettrons en avant les mécanismes sous-jacents à chacune de ces approches ainsi que leurs avantages respectifs pour le secteur.

L'injection de polymères dans le processus de récupération du pétrole a pour objectif principal d'augmenter la viscosité de l'eau injectée. Cette augmentation de viscosité améliore l'efficacité du déplacement du pétrole vers les puits de production en réduisant le phénomène de drainage et en favorisant une meilleure interaction entre les phases. De plus, en augmentant la mobilité du pétrole dans le réservoir, les polymères facilitent son extraction, permettant ainsi une circulation plus fluide à travers les formations géologiques. Par ailleurs, l'utilisation de ces agents modifie les propriétés interfaciales entre l'eau, le pétrole et la roche, contribuant à désengorger les pores du réservoir et à libérer le pétrole piégé, ce qui optimise le rendement de l'extraction [36].

Nous aborderons également les avantages et les inconvénients de chaque méthode d'EOR, ainsi que les défis techniques et économiques liés à leur mise en œuvre à grande échelle. Enfin, nous étudierons les opportunités d'avenir dans le domaine de l'EOR chimique, notamment en ce qui concerne le développement de nouvelles technologies et l'optimisation des procédés existants pour répondre aux besoins croissants de l'industrie pétrolière en matière de récupération de pétrole [37].

En combinant une analyse approfondie des principes fondamentaux de l'EOR avec une exploration des applications pratiques et des tendances émergentes, ce chapitre vise à offrir un aperçu complet de l'importance et du potentiel de l'EOR dans l'industrie pétrolière moderne.

## **2.2 Alkalins-Surfactant-Polymer**

L'ASP (Alkalins-Surfactant-Polymer) est une méthode innovante de récupération assistée du pétrole qui combine l'injection d'alcalins, de tensioactifs et de polymères pour améliorer

l'extraction des hydrocarbures. Cette technique se distingue par sa capacité à modifier les propriétés des fluides dans le réservoir, optimisant ainsi les processus d'extraction.

Les alcalins, tels que l'hydroxyde de sodium, jouent un rôle crucial en augmentant le pH de la solution d'injection. Cette élévation du pH favorise la saponification des acides présents dans le pétrole, générant des tensioactifs qui améliorent l'interaction entre l'eau et le pétrole. En parallèle, les tensioactifs injectés réduisent la tension interfaciale entre ces deux fluides, facilitant le déplacement du pétrole résiduel vers les puits de production.

Les polymères ajoutés à la formulation sont essentiels pour accroître la viscosité de la solution d'injection. Une viscosité plus élevée permet un contrôle plus efficace du front d'injection, contribuant ainsi à un déplacement plus uniforme du pétrole. Ce mélange synergique d'alcalins, de tensioactifs et de polymères crée un environnement favorable pour l'extraction des hydrocarbures, en optimisant les conditions d'écoulement dans le réservoir.

L'ASP présente plusieurs avantages significatifs, notamment une augmentation du taux de récupération des hydrocarbures et une réduction de l'impact environnemental lié aux opérations d'extraction. Cependant, cette technique n'est pas sans défis, tels que la nécessité de formuler des mélanges optimaux et de gérer la salinité des réservoirs. En dépit de ces obstacles, l'ASP représente une approche prometteuse pour répondre aux besoins croissants de l'industrie pétrolière en matière de récupération efficace et durable.

### 2.2.1 Les Alcalins

Les sels alcalins sont composés de sels ioniques, d'un métal alcalin ou de métaux alcalino-terreux. Leur rôle est crucial dans les applications de récupération assistée du pétrole, car ils réagissent avec les acides naturels présents dans le pétrole lourd pour former des tensioactifs in situ. Ce processus est expliqué par les réactions de saponification. Les agents alcalins les plus couramment utilisés sont le carbonate de sodium et l'hydroxyde de sodium [38]. Il est important de noter que l'ajout de ces alcalins modifie l'environnement de pH dans le réservoir, principalement en raison de la dissociation des solutions alcalines indiquées ci-dessous :



Les applications d'injection alcaline ont été reconnues et mises en œuvre dès 1917. Toutefois, leur utilisation n'était ni courante ni particulièrement réussie à cette époque [39]. Aujourd'hui, les applications modernes de l'alcalin sont généralement réalisées sous forme d'injection alcaline-polymère ou d'injection alcaline-tensioactif-polymère. Un exemple notable de l'application réussie de la méthode ASP est l'opération effectuée dans le champ de Tanner au Wyoming, aux États-Unis, où le réservoir de grès possède une température de 79 °C. Cette opération a été lancée après une phase de balayage à l'eau, et la coupe d'huile au début de l'ASP était de 43 %. L'objectif de cette opération de balayage chimique était de produire un supplément de 17 % de l'OOIP (Original Oil In Place) au-delà de ce que la phase de balayage à l'eau aurait pu fournir [40].

### **2.2.2 Les surfactants**

Les agents tensioactifs, ou surfactants, sont des molécules amphiphiles, caractérisées par la présence d'une partie polaire hydrophile et d'une partie apolaire hydrophobe. Cette dualité confère aux surfactants la capacité de solubiliser des substances dans des milieux variés, favorisant leur utilisation dans des applications pétrolières. La partie polaire permet la solubilité dans des solvants polaires tels que l'eau, tandis que la partie hydrophobe favorise la solubilité dans des solvants apolaires, comme les huiles. La proportion respective de ces deux éléments influence les propriétés fonctionnelles des surfactants, qui peuvent adopter différentes configurations, une tête hydrophile avec une queue hydrophobe, une tête hydrophile avec deux queues hydrophobes, ou encore des structures plus complexes telles que les surfactants à double tête ou les surfactants gémellaires, constitués de plusieurs groupes hydrophiles et hydrophobes reliés par des liaisons covalentes [41].

Dans le contexte de la récupération assistée du pétrole, les surfactants jouent un rôle crucial en facilitant la formation d'émulsions. Ils se fixent à l'interface de deux liquides non miscibles, comme l'huile et l'eau, réduisant ainsi la tension interfaciale entre ces phases. Ce phénomène favorise la solubilisation du film interfacial et permet l'émulsification, entraînant la dispersion efficace d'un liquide non miscible dans un autre [42].

Les systèmes où coexistent deux liquides non miscibles sont classifiés comme dispersions. Dans le domaine de l'EOR, nous nous concentrons particulièrement sur les émulsions fluides. Ces dernières nécessitent l'ajout d'agents émulsifiants, tels que les surfactants, pour stabiliser le mélange. On distingue plusieurs types d'émulsions fluides [43].

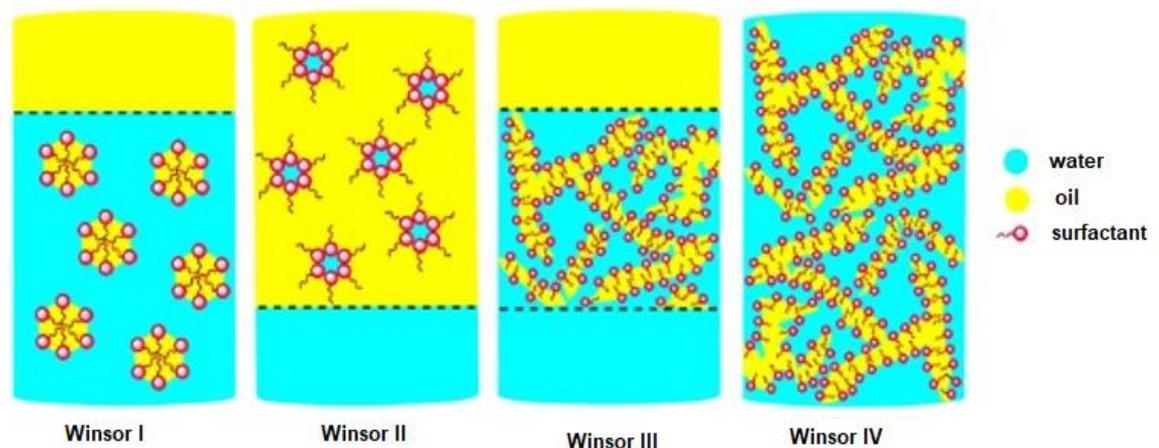
- **Émulsion huile dans eau** : où des gouttelettes d'huile sont dispersées dans une phase aqueuse continue.
- **Émulsion eau dans huile** : où des gouttelettes d'eau sont dispersées dans une phase huileuse continue.
- **Émulsions complexes** : telles que celles où une gouttelette d'huile est dispersée dans une plus grande gouttelette d'eau, elle-même dispersée dans de l'huile.

Les émulsions huile dans eau sont parfois désignées comme émulsions inverses. Par ailleurs, les émulsions peuvent être classées selon la taille des gouttelettes dispersées :

- **Microémulsions** : avec des gouttelettes de taille inférieure à 10 nm, elles sont thermodynamiquement stables grâce à une tension interfaciale réduite.
- **Macroémulsions** : présentant des gouttelettes supérieures à 1 µm, elles sont thermodynamiquement instables, les phases tendant à se coalescer pour minimiser l'énergie interfaciale.

En termes d'équilibre de phase, Winsor a proposé une classification des microémulsions en quatre types :

- **Type I** : émulsion huile dans eau, caractérisée par une faible concentration de tensioactifs solubles dans l'eau sous forme de monomères.
- **Type II** : émulsion eau dans huile, avec des tensioactifs préférentiellement solubles dans la phase huileuse.
- **Type III** : système à trois phases, où l'excès d'eau et d'huile coexiste avec une phase intermédiaire riche en tensioactifs.
- **Type IV** : solution micellaire résultant de l'ajout de tensioactifs à de l'alcool.



**Figure 2.1.** Les quatre types de microémulsions (Winsor I, II, I et IV) [44] .

Dans le cadre de la récupération assistée du pétrole, le système Winsor III s'avère crucial pour maximiser l'efficacité des procédés. Ce système, caractérisé par la présence de micelles de surfactant dans une phase huileuse, facilite la mobilisation du pétrole piégé en diminuant la viscosité de l'huile. L'utilisation de formulations optimisées favorisant l'apparition du système Winsor III permet d'améliorer l'extraction du pétrole, en particulier dans les réservoirs complexes. En intégrant cette approche dans les stratégies de formulation des agents EOR, il est possible d'optimiser les performances de récupération, en particulier dans des conditions de réservoir difficiles [45-47] .

### **2.2.3 Les Polymères**

Les polymères jouent un rôle clé dans les opérations de récupération assistée du pétrole, en particulier lors des étapes avancées du processus, lorsque les méthodes de récupération primaire et secondaire ne permettent plus d'extraire efficacement le pétrole résiduel. Lorsque la coupure d'eau augmente et que la production pétrolière devient économiquement non viable, l'injection de polymères est utilisée comme technique de récupération tertiaire.

Cette approche consiste à injecter des solutions de polymères dans le réservoir pour augmenter la viscosité de l'eau injectée, réduisant ainsi la mobilité de celle-ci par rapport au pétrole. Ce phénomène améliore le rapport de mobilité, un facteur crucial qui détermine l'efficacité du balayage du pétrole dans le réservoir. En effet, un meilleur rapport de mobilité permet de réduire les "percées d'eau", un phénomène indésirable où l'eau contourne le pétrole et atteint prématurément les puits de production, rendant le processus de récupération moins efficient [48].

#### **2.2.3.1 Types de polymères**

Les polymères utilisés dans la récupération assistée du pétrole présentent une gamme diversifiée de propriétés, qui influencent leur performance en fonction des conditions du réservoir. Ils sont classés principalement en deux catégories : les biopolymères et les polymères synthétiques. Chacune de ces catégories a ses avantages spécifiques ainsi que ses limitations, ce qui nécessite un choix approprié en fonction des caractéristiques du réservoir et des objectifs de production.

##### **a) Les biopolymères**

Les biopolymères sont des macromolécules produites naturellement par des organismes vivants, notamment des micro-organismes, des plantes, ou des animaux. Ils sont souvent

constitués de longues chaînes de polysaccharides rigides, ce qui leur confère des propriétés rhéologiques intéressantes pour les applications EOR.

L'un des biopolymères les plus utilisés est la gomme de xanthane, produite par fermentation du glucose à l'aide de micro-organismes tels que *Xanthomonas campestris*. Ce biopolymère se distingue par sa capacité à former des chaînes rigides, offrant ainsi une résistance mécanique potentiellement supérieure à celle des polymères synthétiques. Des tests pilotes ont démontré l'efficacité de la gomme de xanthane dans la réduction de la coupure d'eau et l'augmentation de la production de pétrole, comme ce fut le cas dans le champ pétrolifère de Gudong en Chine. L'utilisation de la gomme de xanthane dans ce champ a permis d'améliorer la performance de l'EOR en augmentant la viscosité de la solution injectée, ce qui a favorisé un meilleur balayage du réservoir et une mobilisation plus efficace du pétrole résiduel.

Cependant, bien que les biopolymères soient souvent plus respectueux de l'environnement et biodégradables, ils présentent certaines limitations. Leur sensibilité à la dégradation bactérienne et leur coût relativement plus élevé peuvent limiter leur utilisation à grande échelle, en particulier dans des environnements réservoirs hostiles, comme ceux à haute salinité ou à haute température.

#### **b) Les polymères synthétiques**

Les polymères synthétiques, tels que le polyacrylamide (PAM) et son dérivé, le HPAM, sont les polymères les plus couramment utilisés dans les opérations d'EOR. Ces polymères sont très appréciés pour leur capacité à produire des viscosités élevées à de faibles concentrations, ce qui permet de réduire les coûts tout en augmentant l'efficacité de la récupération.

- Polyacrylamide (PAM) : Le PAM est un polymère hydrosoluble qui forme de longues chaînes linéaires, augmentant ainsi la viscosité de la solution injectée. Il est peu coûteux, stable et présente une bonne solubilité dans l'eau, ce qui en fait un choix privilégié pour de nombreuses opérations d'injection. Cependant, il a tendance à s'adsorber à la surface des roches, ce qui réduit son efficacité et nécessite l'utilisation de concentrations plus élevées pour compenser cette perte. L'adsorption du PAM sur les roches est un problème majeur, car elle réduit la mobilité du fluide et compromet la rentabilité du processus de récupération. Pour minimiser ce phénomène, des solutions alcalines, comme l'hydroxyde de sodium (NaOH) ou l'hydroxyde de potassium (KOH), sont souvent ajoutées pour hydrolyser le PAM, rendant ainsi le polymère plus efficace et limitant son adsorption.

- Polyacrylamide partiellement hydrolysé : Le HPAM est une forme modifiée du PAM, où une partie des groupes amides est convertie en groupes carboxylates ( $-\text{COO}^-$ ) par hydrolyse. Cette modification chimique augmente sa sensibilité aux ions présents dans le réservoir, ce qui améliore la stabilité du polymère dans des environnements à forte salinité. Le HPAM est largement utilisé en raison de sa résistance à l'activité bactérienne, de son faible coût et de sa bonne compatibilité avec les eaux salines. Néanmoins, il reste sensible aux forces de cisaillement, à la dureté de l'eau et aux conditions de pH extrêmes, ce qui peut limiter son application dans certains environnements difficiles, comme les réservoirs à haute température.

### 2.3 Mécanismes de transport des polymères dans les systèmes poreux

Dans les systèmes poreux, le transport des polymères est influencé par plusieurs mécanismes interconnectés qui déterminent leur efficacité lors des opérations de récupération assistée du pétrole. Les propriétés rhéologiques des polymères jouent un rôle crucial dans leur mobilité, affectant à la fois leur viscosité et leur capacité à s'adapter aux structures poreuses.

#### 2.3.1 La mobilité

La mobilité ( $M_i$ ) est un paramètre crucial dans le contexte de la récupération assistée du pétrole, définie comme le rapport entre la perméabilité relative ( $k_{ri}$ ) et la viscosité ( $\eta_i$ ) d'un fluide donné. Cette relation exprime la facilité avec laquelle une phase peut circuler à travers un milieu poreux, reflétant ainsi sa fluidité et son comportement en présence d'autres phases. Mathématiquement, la mobilité peut être formulée comme suit dans l'équation (2.1) [49] .

$$M_i = \left( K_{r_i} / \eta_i \right) \quad (2.1)$$

Une mobilité élevée indique une meilleure capacité d'un fluide à se déplacer dans les pores d'un réservoir, ce qui est essentiel pour optimiser la récupération du pétrole. Dans les systèmes d'injection de polymères, la modification de la viscosité des fluides injectés influence directement la mobilité, ce qui peut être exploité pour améliorer l'efficacité des processus de récupération. En ajustant les propriétés rhéologiques des solutions polymériques, il est possible d'atteindre un équilibre optimal entre les forces visqueuses et les forces capillaires, favorisant ainsi le déplacement du pétrole résiduel vers les zones de production. Une compréhension approfondie de la mobilité est donc essentielle, selon l'équation (2.2), pour concevoir des stratégies efficaces d'injection de polymères dans le cadre de la récupération assistée

$$M = \frac{(kr_w/\eta_w)}{(kr_o/\eta_o)} \quad (2.2)$$

Où  $k_{rw}$  représente la perméabilité relative de l'eau ;  $k_{ro}$  la perméabilité relative de l'huile ;  $\eta_o$  la viscosité de l'eau et  $\eta_w$  la viscosité de l'huile.

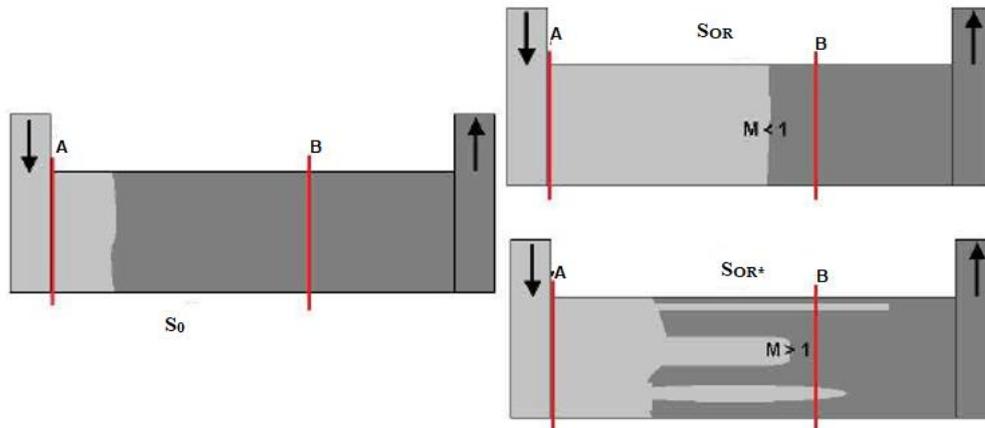
- Si  $M_i \leq 1$  : Dans ce scénario, la phase qui se déplace est moins fluide que la phase qui est déplacée. Cette configuration est particulièrement favorable à un balayage efficace, car elle favorise la récupération maximale des fluides du réservoir. Une faible mobilité du fluide injecté permet une meilleure interaction avec le pétrole résiduel, garantissant ainsi une extraction optimale.
- Si  $M_i > 1$  : Dans cette situation, la phase déplacée est plus fluide que la phase qui se déplace. Cela présente un risque de déviation visqueuse, où le fluide injecté trouve un chemin préférentiel à travers le réservoir. Ce phénomène peut réduire l'efficacité du balayage et, par conséquent, entraver la récupération des fluides. Il devient alors essentiel de contrôler la viscosité des fluides injectés afin de minimiser ce risque et d'assurer une distribution homogène dans le milieu poreux.

Le phénomène de mobilité est étroitement lié aux variations de perméabilité dans les milieux poreux et est souvent associé à l'instabilité de Saffman-Taylor. Cette instabilité se manifeste dans des configurations géométriques spécifiques, telles que celles des cellules de Hele-Shaw. Dans des conditions simplifiées de déplacement diphasique, sans milieu poreux, cette instabilité apparaît par la formation de "doigts" de fluide moins visqueux s'infiltrant dans un fluide plus visqueux [50].

Avant l'apparition de cette instabilité, la tension interfaciale maintient la stabilité de l'interface entre les deux fluides. Cependant, lorsque la surpression générée devient suffisamment importante, l'interface entre les fluides se déforme, conduisant à la formation de ces doigts. Ces doigts peuvent évoluer, souvent en un doigt principal, surtout lorsque la vitesse d'écoulement est élevée. Dans une cellule de Hele-Shaw rectangulaire, le doigt principal occupe généralement la moitié de la largeur du canal.

Les conditions favorables à un balayage efficace et à la formation de doigts visqueux sont cruciales pour optimiser les opérations de récupération assistée du pétrole. Une meilleure compréhension de l'instabilité de Saffman-Taylor et de son interaction avec la mobilité des fluides peut fournir des indications précieuses pour améliorer les formulations de fluides

injectés, minimisant ainsi les risques de déviation visqueuse et maximisant l'efficacité du balayage (Figure 2.2).



**Figure 2.2.** Schéma d'un balayage avec des conditions de mobilité différentes. Une relation de mobilité  $M > 1$  donne lieu au phénomène de digitation visqueuse [32].

Dans la situation initiale illustrée à gauche, la saturation initiale en huile ( $S_0$ ) entre les points A et B est représenté.

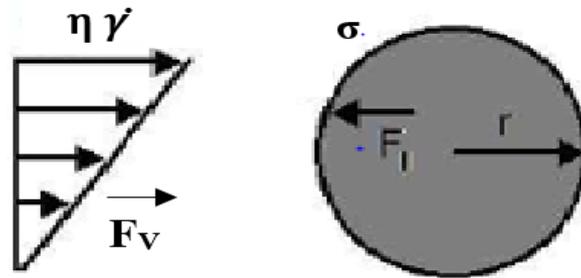
- Lorsque le ratio de mobilité ( $M$ ) est inférieur ou égal à 1, un balayage efficace réduit considérablement la saturation d'huile ( $S_{OR}$ ) dans la zone AB.
- En revanche, lorsque  $M$  est supérieur à 1, le balayage est moins efficace, et la saturation d'huile dans le même secteur ( $S_{mOR^*}$ ) ne diminue pas de manière significative [51].

Analyser l'efficacité de l'extraction sélective de l'huile piégée dans un puits en considérant chaque phénomène de manière indépendante est une tâche complexe. Toutefois, il est possible d'établir une relation entre les forces agissant à l'échelle microscopique et l'efficacité du déplacement à cette échelle. Cette relation sera approfondie dans la suite de ce chapitre.

### 2.3.2 Interaction entre forces visqueuses et capillaires

Le transport des polymères dans un milieu poreux est essentiellement un équilibre entre les forces visqueuses, qui favorisent l'écoulement, et les forces capillaires, qui peuvent entraver le mouvement des fluides. Les forces visqueuses dépendent de la concentration et de la structure des polymères, tandis que les forces capillaires sont influencées par les caractéristiques de la roche et la tension interfaciale entre les différentes phases.

Reconsidérons le cas d'une goutte d'huile immergée dans un milieu aqueux, où l'écoulement de l'eau le long d'un canal génère un cisaillement simple sur la goutte (voir Figure 2.3).



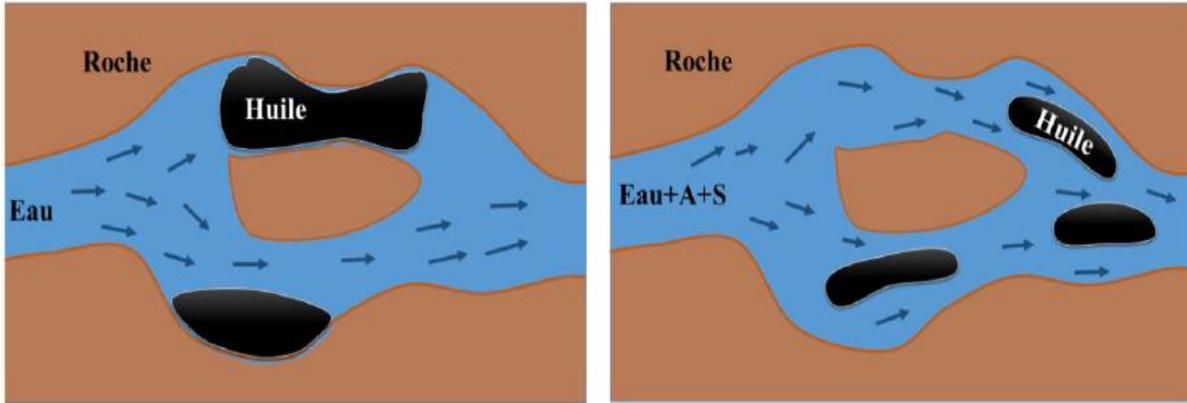
**Figure 2.3.** Représentation des forces agissant quand un fluide s'écoule autour d'une goutte immiscible [11].

Il est essentiel de considérer deux types de forces : les forces visqueuses, engendrées par le mouvement du fluide, et les forces capillaires, qui résultent des interactions à l'interface entre les deux fluides.

Les forces visqueuses découlent de la friction entre les différentes couches du fluide en mouvement et la surface de la goutte d'huile, provoquant une déformation de cette dernière sous l'effet du cisaillement exercé par le fluide environnant. En revanche, les forces capillaires, responsables de la forme sphérique de la goutte, émergent de la tension interfaciale entre l'huile et l'eau. Ces forces agissent pour minimiser la surface de contact entre les deux fluides, contribuant ainsi à la stabilité de la forme de la goutte.

L'équilibre entre ces deux types de forces est crucial pour appréhender le comportement de la goutte dans le canal. Lorsque les forces visqueuses atteignent un certain seuil, elles peuvent déformer la goutte et influencer son interaction avec le fluide environnant. À l'opposé, les forces capillaires s'opposent à cette déformation, cherchant à maintenir une forme stable.

Ce rapport dynamique entre les forces visqueuses et capillaires est déterminant dans le comportement de la goutte d'huile au sein du canal, ce qui, à son tour, impacte l'efficacité des processus de récupération améliorée du pétrole.



**Figure 2.4.** Schéma illustrant le piégeage de l'huile sous l'effet des forces capillaires à l'échelle des pores de la roche réservoir. À gauche, l'huile résiduelle après une récupération secondaire par injection d'eau. À droite, récupération assistée par injection d'un fluide complexe [47].

Lorsque la phase aqueuse en écoulement exerce une contrainte visqueuse de magnitude  $\eta \frac{\partial v}{\partial y}$  (ou  $\frac{\partial v}{\partial y}$  représente le gradient de vitesse) sur la goutte d'huile, cette dernière réagit à la déformation de manière élastique, proportionnellement à l'énergie de surface de la goutte, qui est une fonction de la déformation  $\mathcal{E}$ . L'énergie de surface est exprimée par l'équation (2.3) suivante :

$$E = 2\pi r^2 \mathcal{E} \sigma \quad (2.3)$$

où  $r$  est le rayon de la goutte et  $\sigma$  est la tension superficielle de l'huile.

Les forces mise en jeu dans cette situation peuvent être classées en deux catégories principales :

- **Forces visqueuses ( $F_v$ )** : Ces forces résultent de la friction entre le fluide en mouvement et la surface de la goutte. Elles sont données selon l'équation (2.4) par :

$$F_v = \pi r \eta \frac{\partial v}{\partial y} \quad (2.4)$$

- **Forces interfaciales ( $F_i$ )** : Ces forces sont dues à la tension superficielle  $\sigma$  qui maintient la goutte d'huile en équilibre. Elles peuvent être exprimées selon l'équation (2.5) par :

$$F_i = 4\pi r \mathcal{E} \sigma \quad (2.5)$$

Ces forces interfaciales ont pour rôle de maintenir la goutte dans une condition d'équilibre malgré la déformation imposée par le fluide en mouvement. L'équilibre entre ces forces est crucial pour décrire la déformation de la goutte à travers une construction adimensionnelle, ce qui permet de mieux comprendre et prédire son comportement sous diverses conditions d'écoulement [52].

Cet équilibre des forces visqueuses et capillaires peut être représenté par un nombre adimensionnel utilisé pour caractériser l'équilibre. Il est défini comme le rapport des forces capillaires aux forces visqueuses. Le nombre capillaire est donné par l'expression suivante dans l'équation (2.6).

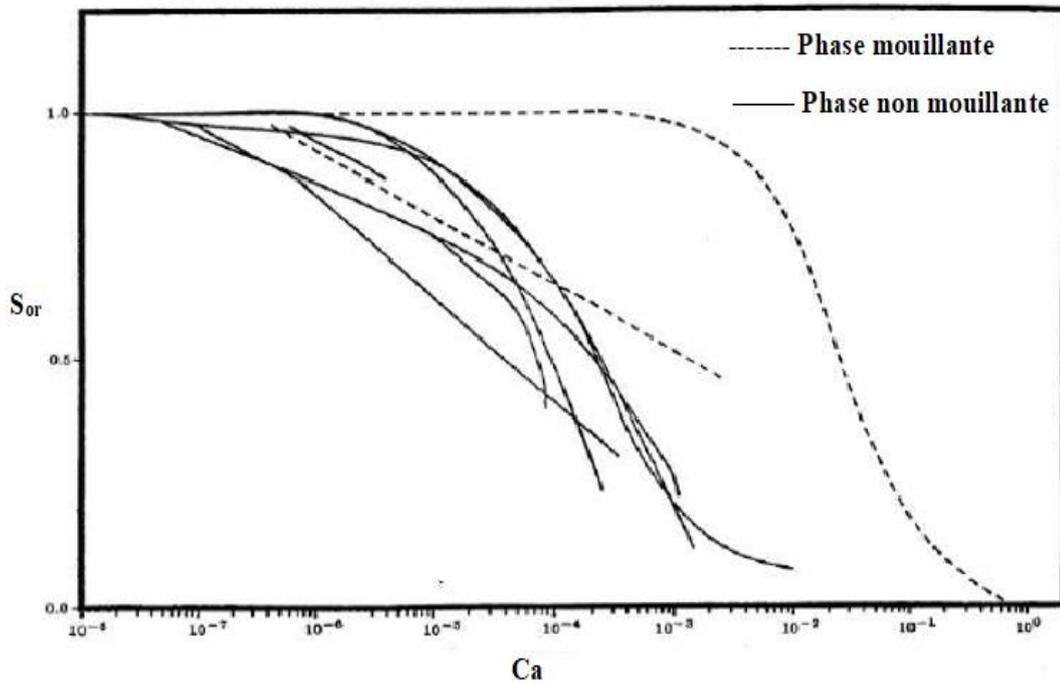
$$Ca = \frac{\sigma}{\eta v L} \quad (2.6)$$

Où  $\sigma$  représente la tension superficielle du liquide ;  $\eta$  est la viscosité du liquide ;  $v$  est la vitesse caractéristique du fluide et  $L$  est une longueur caractéristique (comme le rayon de la goutte).

Pour des gouttes ou des interfaces dans des milieux poreux, la longueur caractéristique  $L$  peut être le rayon du pore ou la taille typique des pores dans le matériau. Cette définition permet de quantifier l'importance relative des forces capillaires par rapport aux forces visqueuses qui influencent l'écoulement des fluides [53].

Le nombre capillaire fournit une approche unifiée pour décrire divers systèmes impliquant de l'eau, de l'huile et de la roche, où les forces visqueuses et les forces capillaires jouent un rôle crucial lors du déplacement de l'huile. Ce nombre adimensionnel est défini comme le rapport entre les forces capillaires et les forces visqueuses, et il est particulièrement utile pour évaluer l'efficacité des processus de récupération assistée du pétrole. Bien que cette approche ait permis des réussites dans la récupération, elle ne prend pas toujours en compte tous les phénomènes pratiques rencontrés sur le terrain.

Dans les applications pratiques, lorsque le nombre capillaire est inférieur à  $10^{-6}$ , les forces visqueuses dominent largement, ce qui rend l'efficacité de la récupération faible. En revanche, lorsque le nombre capillaire dépasse  $10^{-3}$ , les forces capillaires deviennent suffisamment importantes pour surmonter les forces visqueuses et favoriser un déplacement plus efficace du pétrole, ce qui peut conduire à des taux de récupération plus élevés. Ces effets sont illustrés dans la Figure 2.5, qui montre comment les variations du nombre capillaire influencent l'efficacité de la récupération du pétrole



**Figure 2.5.** Relation entre Saturation résiduelle en huile normalisée en fonction du nombre capillaire Ca [54].

On pourrait envisager d'augmenter la viscosité ou la vitesse pour améliorer la récupération du pétrole. Cependant, l'augmentation de la vitesse du fluide déplacé est limitée par le risque de digitation visqueuse, un problème de mobilité mentionné précédemment. De plus, augmenter la viscosité du fluide est contraint par la pression nécessaire pour le pomper. Ainsi, la solution la plus efficace réside dans la réduction de la tension inter faciale à l'aide de tensioactifs.

En conclusion, quelle que soit la méthode employée pour la récupération améliorée du pétrole, l'objectif principal reste d'augmenter les forces visqueuses ou de réduire les forces capillaires (ou les deux), tout en minimisant l'impact sur les coûts de production.

## **2.4 La rhéologie dans l'EOR**

Le comportement rhéologique des fluides est une dimension cruciale dans l'analyse des processus de récupération assistée du pétrole. La rhéologie étudie comment les matériaux se déforment et s'écoulent sous l'influence de forces externes, ce qui est particulièrement pertinent dans le contexte des fluides complexes utilisés dans les opérations d'EOR. Dans cette section, nous explorerons les propriétés rhéologiques des polymères et leur impact sur le transport et la mobilité dans les milieux poreux. En comprenant comment ces fluides se comportent sous différents régimes de contrainte, nous pourrions mieux appréhender leur efficacité dans le balayage des réservoirs pétroliers et optimiser les formulations utilisées dans les techniques de récupération.

### **2.4.1 Types de comportement rhéologique**

Les fluides peuvent être classés en fonction de leur comportement visqueux en fluides newtoniens et non-newtoniens. Les fluides newtoniens, comme l'eau, ont une viscosité constante, indépendamment de la vitesse de cisaillement, ce qui rend leur comportement prévisible et simplifie les calculs de transport dans les réservoirs. En revanche, les fluides non-newtoniens, tels que les solutions de polymères, ne respectent pas la loi de Newton, leur viscosité variant en fonction de la vitesse de cisaillement. Parmi eux, les pseudo-plastiques voient leur viscosité diminuer avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement, facilitant ainsi l'écoulement, tandis que les dilatants ont une viscosité qui augmente avec la vitesse de cisaillement, rendant le mouvement des fluides plus difficile.

Dans un écoulement de cisaillement simple, le fluide est confiné entre deux plans parallèles, l'un étant en mouvement tandis que l'autre reste immobile, créant un gradient de vitesse qui entraîne la déformation du fluide. Cette configuration permet d'étudier le comportement de différents types de fluides, tels que les fluides newtoniens et non-newtoniens, notamment dans le cadre de la récupération assistée du pétrole par injection de polymères. Elle permet d'analyser la viscosité des solutions polymériques, qui varie en fonction du taux de cisaillement, ainsi que leur réponse viscoélastique, c'est-à-dire l'interaction entre les composantes visqueuses et élastiques du fluide. Elle peut également servir à observer la tension interfaciale entre le fluide polymérique et le pétrole, influençant ainsi l'efficacité de la mobilisation du pétrole dans le réservoir.

Lors de l'injection de solutions polymériques, telles que le polyacrylamide, dans un réservoir, celles-ci subissent des forces de cisaillement en raison de leur passage à travers les pores de la

roche. La viscosité du fluide, influencée par la concentration et la structure des polymères, joue un rôle essentiel dans l'efficacité de son déplacement dans le milieu poreux. Une viscosité optimale favorise un balayage homogène, permettant au fluide d'atteindre des zones auparavant inaccessibles du réservoir et d'améliorer la récupération des hydrocarbures. En mesurant la relation entre la force appliquée et la vitesse de déformation, il est possible d'évaluer l'impact des propriétés rhéologiques des solutions polymériques sur leur performance en EOR. Les polymères non-newtoniens, par exemple, montrent souvent une diminution de viscosité sous cisaillement, facilitant leur écoulement dans le réservoir, tandis qu'une viscosité plus élevée au repos aide à limiter les pertes de fluide et à améliorer le contact avec le pétrole. La compréhension de ces mécanismes de déformation dans un écoulement de cisaillement simple est donc cruciale pour optimiser les formulations de polymères utilisés en EOR, en trouvant un équilibre entre viscosité et mobilité afin de maximiser l'efficacité de la récupération des hydrocarbures.

#### a. Modélisation rhéologique

Le comportement rhéologique des fluides peut être décrit par plusieurs modèles. Ces modèles permettent de comprendre et de prédire le comportement des fluides complexes sous différentes conditions de cisaillement. Les modèles décrivent les comportements des fluides complexes à l'aide des fonctions  $\tau(\dot{\gamma})$  ou  $\dot{\gamma}(\tau)$ , permettant de définir la viscosité non-Newtonienne sous la forme suivante dans l'équation (2.7) :

$$\eta(\dot{\gamma}) = \frac{\tau(\dot{\gamma})}{\dot{\gamma}} \quad (2.7)$$

Où  $\tau$  représente la contrainte de cisaillement ;  $\dot{\gamma}$  est le taux de cisaillement et  $\eta$  est la viscosité apparente.

Il est crucial de reconnaître que tout comportement rhéologique n'est stationnaire qu'à l'échelle macroscopique, car il résulte d'un équilibre dynamique entre au moins deux processus antagonistes. D'une part, des forces favorisent la formation de structures, tandis que, d'autre part, d'autres forces entraînent leur rupture. Ce principe s'applique également aux phénomènes d'agrégation-désagrégation ou de floculation-défloculation dans les dispersions de particules, ainsi qu'à l'orientation-désorientation dans les suspensions de fibres ou les systèmes macromoléculaires.

La viscosité apparente d'une solution polymérique viscoélastique varie en fonction des conditions de cisaillement. Sous des taux de cisaillement faibles, les effets élastiques prédominent, entraînant une viscosité apparente plus élevée, car le fluide résiste davantage à l'écoulement. À mesure que le taux de cisaillement augmente, certaines solutions polymériques, comme les fluides pseudo-plastiques, peuvent voir leur viscosité diminuer, car les chaînes polymériques s'alignent et se déplacent plus facilement.

De plus, l'effet Weissenberg, joue un rôle important en générant des forces normales lors de l'écoulement. Ces forces peuvent faciliter le déplacement du fluide à travers les pores du réservoir en améliorant la répartition du fluide et en réduisant les pertes de charge, ce qui est essentiel pour mobiliser le pétrole qui pourrait autrement rester piégé. Cette dynamique doit être considérée dans les applications, où les conditions de cisaillement dans le réservoir peuvent varier considérablement. Comprendre ces comportements viscoélastiques permet d'optimiser les formulations polymériques pour maximiser l'efficacité de la récupération des hydrocarbures.

### **b. Modèles Rhéologiques**

Les modèles rhéologiques permettent de décrire ces comportements complexes en prenant en compte les interactions entre les différents processus. Les modèles les plus couramment utilisés sont classés en deux grandes catégories :

- Modèles sans contrainte seuil :
  - Modèle d'Ostwald-de Waele (Loi de puissance) :

$$\tau = K \cdot \dot{\gamma}^n \quad (2.8)$$

Où  $\tau$  représente la contrainte de cisaillement (en Pa) ;  $\dot{\gamma}$  est le taux de cisaillement (en  $s^{-1}$ ) et  $K$  est l'indice de consistance (en  $Pa \cdot s^n$ ).

Ce modèle est utilisé pour les fluides rhéofluidifiants et rhéoépaississants. Il décrit les fluides dont la viscosité apparente varie en fonction du taux de cisaillement.

- Modèle de Cross :

$$\eta(\dot{\gamma}) = \eta_{\infty} + \frac{\eta_0 - \eta_{\infty}}{1 + (\lambda \dot{\gamma})^m} \quad (2.9)$$

Où  $\eta_0$  représente la viscosité au repos ;  $\eta_\infty$  est la viscosité à cisaillement élevé ;  $\dot{\gamma}$  est le taux de cisaillement ;  $\lambda$  est le temps caractéristique et  $m$  est l'exposant qui décrivent comment la viscosité change en fonction du taux de cisaillement.

- Modèles avec contrainte seuil :

- Modèle de Bingham :

$$\tau = \tau_0 + \eta_p \dot{\gamma} \quad (2.10)$$

Où  $\tau$  représente la contrainte de cisaillement appliquée (en Pa);  $\tau_0$  est la contrainte seuil (en Pa);  $\eta_p$  est la viscosité plastique (en Pa·s) et  $\dot{\gamma}$  est le taux de cisaillement (en  $s^{-1}$ ).

Ce modèle décrit les fluides plastiques qui nécessitent une contrainte seuil  $\tau_0$  pour commencer à s'écouler. Il est adapté aux matériaux comme les pâtes et les boues.

- Modèle de Herschel-Bulkley :

$$\tau = \tau_c + K \cdot \dot{\gamma}^n \quad (2.11)$$

Où  $\tau$  représente la contrainte de cisaillement (en Pa) ;  $\tau_c$  est la contrainte seuil ou contrainte critique (en Pa) ;  $K$  est le coefficient de consistance ou consistance du fluide (en  $Pa \cdot s^n$ ) ;  $\dot{\gamma}$  est le taux de cisaillement (en  $s^{-1}$ ) et  $n$  est l'exposant d'écoulement.

Ce modèle combine les aspects du modèle de Bingham avec la loi de puissance. Il est utilisé pour décrire les fluides présentant une contrainte seuil et un comportement non linéaire en fonction du taux de cisaillement.

Ces modèles sont essentiels pour comprendre le comportement des fluides complexes dans divers contextes industriels et scientifiques. Ils permettent de prédire comment les fluides réagiront sous différentes conditions de cisaillement et d'ajuster les processus de fabrication ou de traitement en conséquence. La compréhension de ces modèles aide à optimiser les performances des produits et à résoudre des problèmes liés aux propriétés rhéologiques des matériaux [55].

## **2.4.2 Paramètres influençant le comportement rhéologique des polymères**

Le comportement rhéologique des polymères étant un facteur essentiel à considérer dans les opérations de récupération assistée du pétrole. La capacité des polymères à modifier la viscosité et à influencer le mouvement des fluides dans des milieux poreux est déterminé par divers paramètres. Parmi ceux-ci, la section de passage, la température et le refroidissement, ainsi que la vitesse d'écoulement jouent un rôle crucial. Une compréhension approfondie de ces paramètres permet d'optimiser les formulations polymériques et les conditions d'injection, ce qui se traduit par une amélioration des performances de récupération. Dans cette section, nous examinerons chacun de ces paramètres en détail.

### **1. Section de passage**

La section de passage, qui désigne la zone ou le chemin par lequel un fluide s'écoule à travers un réservoir, joue un rôle essentiel dans le comportement rhéologique des polymères lors des systèmes d'injection. Ces sections peuvent inclure des pores dans les roches, des fractures naturelles ou artificielles, ainsi que des canaux formés par des dépôts sédimentaires. Lorsque des polymères, tels que ceux utilisés pour la récupération assistée du pétrole, traversent un passage étroit ou irrégulier, les forces de cisaillement appliquées au fluide augmentent, ce qui peut entraîner une modification notable de sa viscosité.

Une compréhension approfondie des caractéristiques géométriques de ces sections de passage est donc essentielle pour optimiser l'injection des polymères. De plus, les variations dans la section de passage, qui peuvent être influencées par des facteurs géologiques et structurels, impactent également l'adhésion des polymères aux surfaces rocheuses. Cette adhésion est significative car elle affecte directement l'efficacité du balayage des hydrocarbures et la récupération des fluides dans le réservoir. Une gestion appropriée des sections de passage favorise un écoulement uniforme et minimise les pertes de charge, ce qui améliore la mobilisation des hydrocarbures et optimise le processus de récupération.

### **2. Température et refroidissement**

La température est un paramètre fondamental qui influence directement la viscosité des solutions polymériques. À mesure que la température augmente, la viscosité des polymères tend à diminuer, facilitant ainsi leur écoulement à travers les milieux poreux, qui constituent des sections de passage essentielles dans le réservoir. En revanche, un refroidissement rapide peut entraîner une augmentation de la viscosité et, dans certains cas, provoquer la gélification des

solutions. Il est donc essentiel de maintenir des températures appropriées lors de l'injection pour garantir la fluidité des polymères et maximiser l'efficacité de la récupération. Des études montrent que le contrôle thermique des formulations polymériques peut avoir un impact significatif sur les performances des processus de récupération assistée du pétrole [56, 57].

### 3. Vitesse d'écoulement

La vitesse d'écoulement des fluides polymériques a un impact significatif sur leur comportement rhéologique. À faible vitesse, les forces de cisaillement sont moins intenses, ce qui permet aux propriétés viscoélastiques des polymères de prédominer. Dans ce cas, les chaînes moléculaires peuvent se déformer plus librement, entraînant des déformations significatives et des interactions accrues entre les chaînes. À des vitesses plus élevées, bien que les forces de cisaillement deviennent dominantes, la réponse rapide des molécules peut limiter l'ampleur des déformations nettes. Ces variations de vitesse influencent non seulement le flux des polymères, mais aussi leur capacité à mobiliser le pétrole et à réduire les pertes d'eau dans les réservoirs. Par conséquent, l'optimisation des conditions d'écoulement est essentielle pour maximiser l'efficacité des opérations de récupération assistée du pétrole.

#### 2.5 Effet viscoélastique des polymères dans les milieux poreux

Dans les milieux poreux, le comportement viscoélastique des solutions de polymères joue un rôle crucial dans l'amélioration de la récupération assistée du pétrole. Les polymères utilisés dans les techniques d'injection, tels que le polyacrylamide, présentent des caractéristiques viscoélastiques qui influencent leur interaction avec les pores du réservoir. La viscoélasticité se manifeste par une combinaison de propriétés visqueuses et élastiques, ce qui entraîne des effets distincts lors de l'écoulement dans les milieux poreux.

À faible taux de cisaillement, les solutions polymériques peuvent se comporter comme des fluides newtoniens, où la viscosité est relativement constante. À des taux de cisaillement plus élevés, deux comportements distincts des polymères peuvent être observés :

- **Amincissement Sous Cisaillement** : Lorsqu'un polymère traverse un milieu poreux, le temps que les chaînes polymériques mettent à passer d'un pore à l'autre peut être supérieur à leur temps de relaxation, c'est-à-dire au temps nécessaire pour qu'elles se réorganisent après avoir été déformées par le cisaillement. Ce phénomène, connu sous le nom d'amincissement sous cisaillement, se produit typiquement à des taux de cisaillement modérés, de l'ordre de 10 à 100 s<sup>-1</sup>. Cela facilite le déplacement du fluide

à travers les pores, optimisant ainsi l'injection dans les réservoirs pétroliers pour améliorer la récupération d'hydrocarbures.

- **Épaississement Sous Cisaillement (rare)** : Bien que plus rare dans les solutions polymériques courantes, un épaississement sous cisaillement peut être observé dans des systèmes complexes à des taux de cisaillement très élevés (souvent au-delà de  $1000 \text{ s}^{-1}$ ). Dans ce cas, les chaînes polymériques s'étirent et s'allongent, ce qui entraîne une augmentation de la viscosité apparente du fluide. Dans le contexte du transport de pétrole dans le puits, ce comportement peut être bénéfique en améliorant la capacité de transport des fluides, réduisant les pertes de charge, et stabilisant le flux de pétrole. Par exemple, un fluide rhéoépaississant peut maintenir une viscosité suffisante pour transporter des sédiments et des particules solides, empêchant ainsi leur dépôt dans le puits. De plus, il peut aider à contrôler les variations de pression dans le réservoir, assurant une extraction plus efficace des hydrocarbures [58] .

La viscoélasticité des fluides polymériques influence non seulement leur viscosité apparente, mais aussi leur comportement dans les conditions complexes des réservoirs. Les effets d'élasticité des chaînes de polymère contribuent à une meilleure efficacité du processus de récupération en permettant une meilleure pénétration et mobilité du fluide à travers les pores, réduisant ainsi la saturation résiduelle en huile. Ces observations sont conditionnées par le type d'écoulement, qu'il soit monophasique ou diphasique, qui se produit dans le réservoir. Ainsi, il est essentiel de comprendre les différents types d'écoulement qui se produisent dans les réservoirs, car ces écoulements influencent directement l'efficacité des opérations d'extraction. On peut distinguer principalement deux types d'écoulement [59].

### **2.5.1 En écoulement monophasique**

L'écoulement des fluides viscoélastiques à travers des milieux poreux présente des phénomènes distincts comparés à ceux des fluides newtoniens, notamment sous des conditions d'extension telles que la contraction ou l'expansion. Une analogie avec la loi de Darcy peut être établie, où la perte de pression dépend directement des propriétés rhéologiques du fluide, comme la viscosité. Ce comportement devient particulièrement pertinent dans certaines zones d'un réservoir pétrolier, où le pétrole brut, largement saturé et présent en tant que fluide monophasique en raison d'une faible saturation en eau, s'écoule en fonction de ses caractéristiques rhéologiques. La viscosité du pétrole joue alors un rôle clé dans son comportement au sein du milieu poreux, influençant directement l'efficacité de

l'écoulement. À ce sujet, plusieurs effets peuvent être observés, notamment l'effet d'entrée, l'écoulement à trous, l'écroulement secondaire et les variations de viscosité liées à l'élongation, qui seront expliqués plus en détail par la suite [60].

- a) **Effet d'entrée** : Lorsqu'un fluide viscoélastique pénètre dans les pores d'un réservoir pétrolier, l'écoulement n'est pas totalement développé autour de l'entrée des pores, ce qui peut entraîner une surpression au niveau des zones de contraction. Ce phénomène, observé dans les milieux poreux, met en exergue l'élévation de la pression à ces points spécifiques, influençant ainsi la dynamique d'écoulement et l'efficacité de la récupération du pétrole [61].
- b) **Écoulements à trou** : Lorsqu'une solution de polymère viscoélastique est injectée dans un réservoir pétrolier pour la récupération tertiaire, l'écoulement du fluide à travers les pores peut être influencé par des phénomènes d'écoulement à trous. Dans ce contexte, lorsque la solution de polymère circule et atteint un pore se terminant en impasse, une pression supplémentaire se développe en raison de la différence de contrainte normale ( $N1$ ). Cette contrainte peut provoquer une accumulation de la solution de polymère en amont, entraînant une élévation de la pression dans cette zone. Les variations de géométrie dans le réseau poreux, telles que les contractions, peuvent augmenter la vitesse d'écoulement de la solution, mais également entraîner une chute de pression en aval. En cas d'expansion, la réduction de la vitesse d'écoulement et la conversion d'énergie cinétique en énergie de pression peuvent également contribuer à une baisse de pression locale. La viscoélasticité de la solution de polymère joue un rôle crucial dans cette dynamique, car elle permet au fluide de s'adapter aux variations de pression et de déformer son écoulement pour mieux remplir les pores. Ainsi, l'interaction entre la géométrie des pores et les propriétés rhéologiques de la solution de polymère est essentielle pour optimiser l'efficacité de la récupération du pétrole dans les réservoirs.
- c) **Écoulements secondaires** : Lorsqu'un fluide viscoélastique traverse une contraction brusque non cylindrique, des écoulements secondaires apparaissent sous forme de vortex. Cela s'explique par la combinaison des propriétés viscoélastiques du fluide et de la géométrie perturbatrice de la contraction. Les fluides viscoélastiques, soumis à la deuxième différence de contrainte normale ( $N2$ ), présentent des forces élastiques qui peuvent résister à un écoulement linéaire régulier, redistribuant ainsi les lignes de flux sous forme de vortex.

La géométrie de la contraction crée une instabilité dans l'écoulement, amplifiée par la forme non cylindrique. Cette instabilité, associée aux propriétés viscoélastiques du fluide, favorise l'apparition de tourbillons. Le nombre de Deborah ( $De = \frac{\lambda}{t_c}$ ), qui est le rapport entre le temps de relaxation du fluide,  $\lambda$ , et le temps caractéristique de l'écoulement  $t_c$ , joue un rôle crucial dans ce phénomène. Un nombre de Deborah élevé indique que les effets élastiques dominent, ce qui augmente la probabilité de formation de vortex plutôt qu'un écoulement laminaire. En conclusion, les écoulements secondaires, sous forme de vortex, favorisent une meilleure mobilisation du pétrole piégé en perturbant l'écoulement laminaire et en augmentant la pression interne dans les pores. Ainsi, l'utilisation des solutions viscoélastiques permet d'améliorer significativement l'efficacité du balayage et d'extraire plus de pétrole des zones difficiles d'accès dans le réservoir.

**d) Viscosité d'élongation :** La viscosité d'élongation se réfère à la résistance d'un fluide viscoélastique à l'écoulement lorsqu'il est soumis à des déformations d'extension, en opposition à la viscosité de cisaillement, qui décrit la résistance à l'écoulement sous déformation de cisaillement. Dans le contexte des fluides viscoélastiques, la viscosité d'élongation est influencée par le taux de déformation ; une augmentation de la vitesse d'écoulement entraîne souvent une hausse de la résistance hydraulique. Les expériences montrent que cette résistance peut être significativement élevée au-delà d'un certain gradient de vitesse critique. Cette caractéristique est cruciale dans les processus impliquant des solutions polymériques, car elle permet de surmonter l'effet bouchon, où des poches de pétrole peuvent se retrouver piégées dans les pores du réservoir. En favorisant le déplacement du fluide polymérique dans le milieu poreux, une viscosité d'élongation appropriée facilite l'extraction du pétrole, réduisant ainsi le piégeage des hydrocarbures et améliorant l'efficacité de la récupération tertiaire.

### 2.5.2 Dans un écoulement diphasique

Dans un écoulement diphasique, où deux fluides coexistent dans un milieu poreux, différents phénomènes peuvent être observés, tels que la digitation visqueuse, la digitation capillaire et l'écoulement stable. La relation entre la viscosité des fluides et le nombre capillaire ( $Ca$ ) est cruciale pour caractériser ces situations. Le nombre capillaire est donné par l'équation (2.12) suivante :

$$Ca = \Delta P \cdot \frac{L}{\gamma} \quad (2.12)$$

Où  $\Delta P$  représente la différence de pression entre les fluides ;  $L$  est la longueur caractéristique du milieu poreux et  $\gamma$  est la tension de surface.

Un nombre capillaire faible indique que les forces capillaires dominent, favorisant les instabilités, tandis qu'un nombre élevé suggère que les forces visqueuses sont prédominantes, entraînant un écoulement stable. Dans le contexte de la récupération tertiaire du pétrole, cette relation est essentielle, car la viscosité du fluide de récupération, tel qu'une solution polymérique, influence sa capacité à se déplacer dans les pores du réservoir et à déplacer le pétrole, optimisant ainsi l'efficacité de l'extraction.

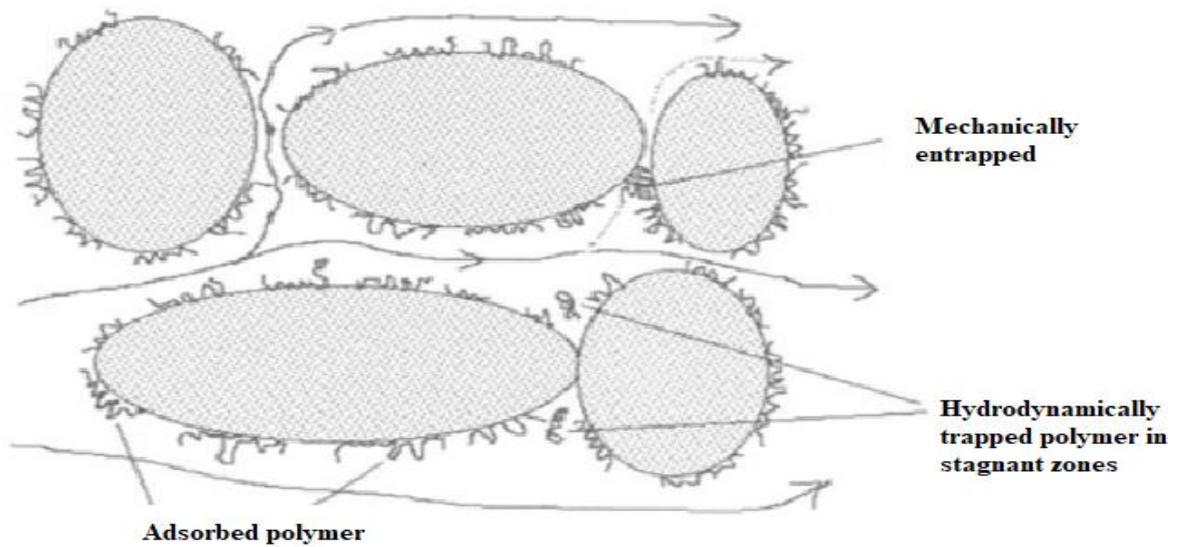
- a) **Digitation visqueuse** : Ce phénomène se produit lorsque le fluide viscoélastique, tel qu'une solution polymérique, est injecté dans un milieu poreux pour déplacer le pétrole. Cette interaction entraîne des instabilités caractéristiques, se manifestant par la formation de doigts, qui sont des projections allongées de fluide viscoélastique qui s'étendent dans le milieu poreux. Ces doigts se forment en raison de la différence de viscosité entre le fluide injecté et le pétrole, créant des fronts d'écoulement non uniformes. Parallèlement, des structures irrégulières peuvent émerger, résultant de la dynamique complexe entre les deux fluides. Les études montrent que la dimension caractéristique de l'instabilité de Saffman-Taylor, c'est-à-dire l'épaisseur du doigt, est directement influencée par les propriétés rhéologiques des fluides, notamment la première différence de contrainte normale ( $N1$ ) et le coefficient de la loi de puissance. La digitation visqueuse est ainsi essentielle à la compréhension des mécanismes d'écoulement dans les processus de récupération tertiaire du pétrole, où l'efficacité du déplacement du fluide viscoélastique joue un rôle clé.
- b) **Digitation capillaire** : La digitation capillaire se manifeste lorsque le fluide viscoélastique interagit avec des surfaces ou des structures capillaires au sein d'un milieu poreux. Ce phénomène est étroitement lié aux forces capillaires et aux interactions interfaciales entre les fluides, déterminant ainsi le déplacement des fluides dans les pores. Les caractéristiques de la digitation capillaire dépendent des propriétés de viscosité, de tension de surface et de mouillabilité des fluides concernés. Plus précisément, une viscosité élevée et une tension de surface faible favorisent l'infiltration et la propagation du fluide viscoélastique, permettant de surmonter les forces capillaires qui retiennent le pétrole dans les pores. Cette dynamique est significative dans le

contexte de la récupération tertiaire du pétrole, car elle influence la capacité du fluide de récupération à mobiliser le pétrole résiduel, améliorant ainsi l'efficacité du processus d'extraction.

- c) **Écoulement stable** : Dans certaines conditions, un écoulement peut demeurer stable même lorsqu'un fluide viscoélastique est déplacé par un autre fluide. Bien que ce type d'écoulement soit moins documenté, il est crucial pour comprendre comment les fluides viscoélastiques peuvent se comporter de manière prévisible et stable dans des milieux poreux. La stabilité de cet écoulement peut être influencée par des facteurs tels que les propriétés rhéologiques des fluides, les interactions interfaciales, et les caractéristiques géométriques du milieu poreux. Un écoulement stable favorise une meilleure récupération tertiaire du pétrole, car il permet un transfert efficace et contrôlé des fluides, facilitant ainsi la mobilisation du pétrole résiduel et améliorant l'efficacité du processus d'extraction.

## **2.6 Mécanismes de rétention des polymères dans la récupération assistée du pétrole**

Les mécanismes de rétention des polymères jouent un rôle crucial dans l'efficacité des opérations de récupération assistée du pétrole. Lorsque des polymères sont injectés dans un réservoir, leur interaction avec les milieux poreux peut entraîner plusieurs phénomènes de rétention qui influencent non seulement leur transport, mais aussi leur performance dans la mobilité des fluides (Figure 2.6). Les trois principaux mécanismes de rétention à considérer sont l'adsorption du polymère sur les surfaces rocheuses, le piégeage mécanique au sein des pores, et la rétention hydrodynamique due aux forces de résistance à l'écoulement. Chacun de ces mécanismes contribue à la complexité du comportement des polymères dans un environnement de réservoir et doit être compris pour optimiser les formulations et les stratégies d'injection en EOR [62].



**Figure 2.6.** Schéma représentant les mécanismes de rétention des polymères dans les milieux poreux [63].

### 2.6.1 Le piégeage mécanique

Le piégeage mécanique des polymères se produit lorsque des molécules, en raison de leur taille, se retrouvent coincées dans des pores étroits au sein d'un milieu poreux. Ce phénomène se manifeste de plusieurs manières [64] :

1. **Formation de blocs** : Les molécules de grande taille peuvent se bloquer dans des espaces réduits, entraînant un blocage localisé des flux dans ces zones.
2. **Effet sur le flux** : La rétention de polymères réduit l'efficacité de l'écoulement, diminuant la perméabilité locale et, par conséquent, restreignant le flux du fluide polymère, ce qui peut provoquer un piégeage supplémentaire en amont.
3. **Distribution le long du noyau** : La concentration de molécules piégées est généralement plus élevée près de l'entrée du noyau en raison de la concentration initiale de polymère et de la tendance des grandes molécules à se coincer dès qu'elles rencontrent des restrictions.
4. **Blocage complet du noyau** : Dans les cas extrêmes, si le réseau poreux offre suffisamment de sites de piégeage ou si la concentration de polymère est trop élevée, le noyau peut se bloquer complètement, rendant le passage des fluides presque impossible[65] .

La compréhension du piégeage mécanique est essentielle pour optimiser les opérations d'injection de polymères, nécessitant des ajustements dans la formulation ou les conditions d'injection pour minimiser les effets de blocage et améliorer l'efficacité de la récupération.

### **2.6.2 Adsorption du polymère**

L'adsorption désigne l'interaction attractive entre les molécules de polymère et la surface d'un solide. Ce processus implique principalement des interactions physiques, telles que les forces de van der Waals et les liaisons hydrogène, qui permettent aux molécules de se lier à la surface.

Dans ce mécanisme, les molécules de polymère se fixent sur des sites d'adsorption présents sur la surface solide. L'efficacité de l'adsorption dépend de la disponibilité des surfaces : plus il y a de surfaces accessibles, plus le niveau d'adsorption est élevé.

L'adsorption est particulièrement pertinente dans des conditions statiques, où une solution de polymère est introduite en vrac dans un solide, comme du sable de silice ou des billes de latex, et agitée jusqu'à atteindre l'équilibre d'adsorption. Ce mécanisme joue un rôle crucial dans les applications de récupération assistée du pétrole, influençant la dynamique des fluides dans les milieux poreux et affectant l'efficacité globale des processus d'injection de polymères [66].

### **2.6.3 Rétention hydrodynamique**

La rétention hydrodynamique des polymères dans un milieu poreux est évaluée en mesurant la concentration de polymère dans l'effluent, et deux méthodes principales sont utilisées pour quantifier cette rétention :

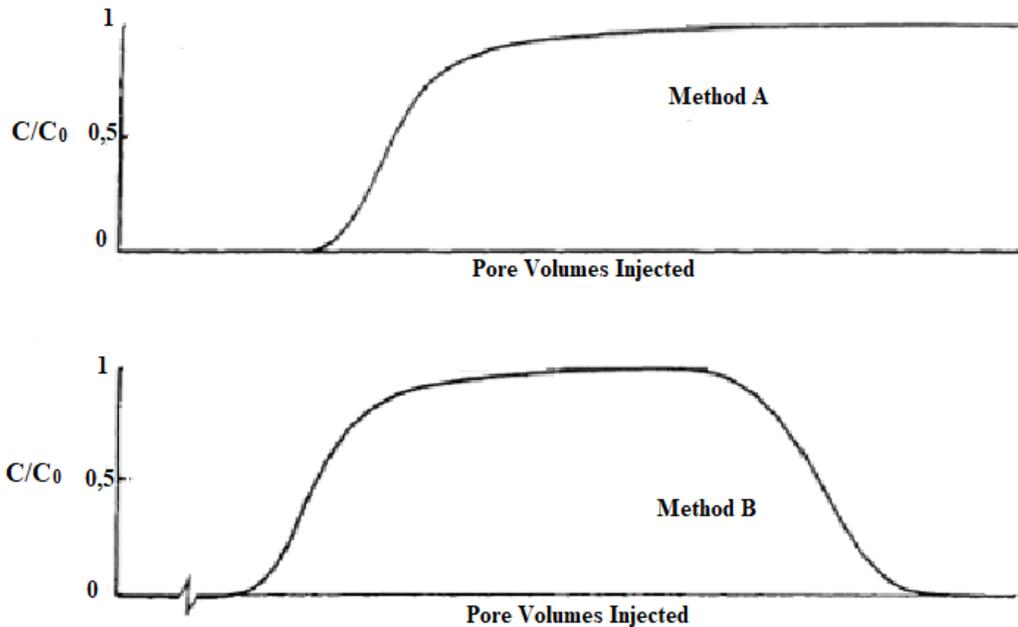
- **Méthode A : Percée frontale du polymère**

Cette approche consiste à estimer la quantité de polymère retenue en observant le moment où la concentration normalisée de l'effluent atteint l'unité, comme illustré à la Figure 2.7. Cependant, cette méthode peut être influencée par des volumes de pores inaccessibles, affectant ainsi la précision des mesures. Pour améliorer la fiabilité, un rinçage postérieur est effectué, suivi de plusieurs inondations de polymère pour mesurer la concentration résiduelle et évaluer le volume de polymère retenu [67].

- **Méthode B : Rinçage complet**

Cette méthode offre une estimation directe de la quantité totale de polymère irréversiblement retenu dans le noyau. Elle consiste à soustraire la masse de polymère récupérée de la quantité

initialement injectée. Contrairement à la méthode A, cette approche mesure la différence entre la quantité injectée et celle récupérée, ce qui permet d'obtenir une estimation plus précise de la rétention hydrodynamique totale [68].



**Figure 2.7.** Deux méthodes (A) et (B) pour évaluer l'adsorption des polymères dans les milieux poreux à partir des profils des effluents du noyau [69] .

- **Facteurs influant sur l'adsorption du polymère**

L'adsorption du polymère sur des surfaces solides est un phénomène complexe influencé par plusieurs facteurs clés :

- **Le polymère :** Les caractéristiques intrinsèques du polymère, telles que le type, le poids moléculaire, la taille moléculaire et le degré d'hydrolyse, jouent un rôle crucial. Ces propriétés déterminent la capacité du polymère à interagir avec les surfaces solides, affectant ainsi son efficacité d'adsorption.
- **Le solvant :** Les conditions du solvant, y compris le pH, la salinité (présence d'ions tels que Na<sup>+</sup> et Cl<sup>-</sup>) et la dureté (présence d'ions comme Ca<sup>2+</sup> et Mg<sup>2+</sup>), impactent également l'adsorption du polymère. Ces paramètres peuvent moduler les interactions entre le polymère et la surface solide, influençant ainsi la quantité de polymère adsorbée.
- **La surface :** La nature de la surface solide est tout aussi déterminante. Des facteurs tels que la surface spécifique, le type de surface (par exemple, silice, carbonate de calcium, argile) et la mouillabilité influencent l'adsorption. Une surface rugueuse ou avec une

haute énergie de surface peut favoriser une adsorption plus importante, tandis qu'une surface lisse peut réduire cette interaction.

Ces facteurs interagissent de manière complexe, et leur compréhension est essentielle pour optimiser les processus d'adsorption de polymères dans les applications industrielles, notamment dans la récupération assistée du pétrole [70].

- **Impact des paramètres sur l'adsorption du polymère**

L'adsorption du polymère, un facteur déterminant dans l'efficacité des opérations de récupération assistée par polymères, peut être optimisée en ajustant plusieurs paramètres [71] :

1. **pH** : La modification du pH peut influencer la charge des molécules de polymère et des surfaces solides, affectant ainsi leur interaction et l'adsorption.
2. **Température** : La température joue un rôle crucial dans la viscosité du polymère et sa solubilité, ce qui peut moduler son efficacité dans le milieu poreux.
3. **Composition de la saumure** : La présence d'ions spécifiques dans la saumure peut altérer les interactions entre le polymère et les surfaces, affectant l'adsorption et la performance globale.
4. **Degré d'hydrolyse** : Ce facteur détermine la stabilité chimique du polymère dans les conditions du réservoir. Un degré d'hydrolyse approprié est essentiel pour maintenir la durabilité et l'efficacité du polymère.
5. **Nature de la surface du substrat adsorbant** : Les caractéristiques de la surface, comme la rugosité et l'énergie de surface, influencent également l'adsorption. Des surfaces spécifiques peuvent favoriser ou inhiber l'adsorption du polymère.

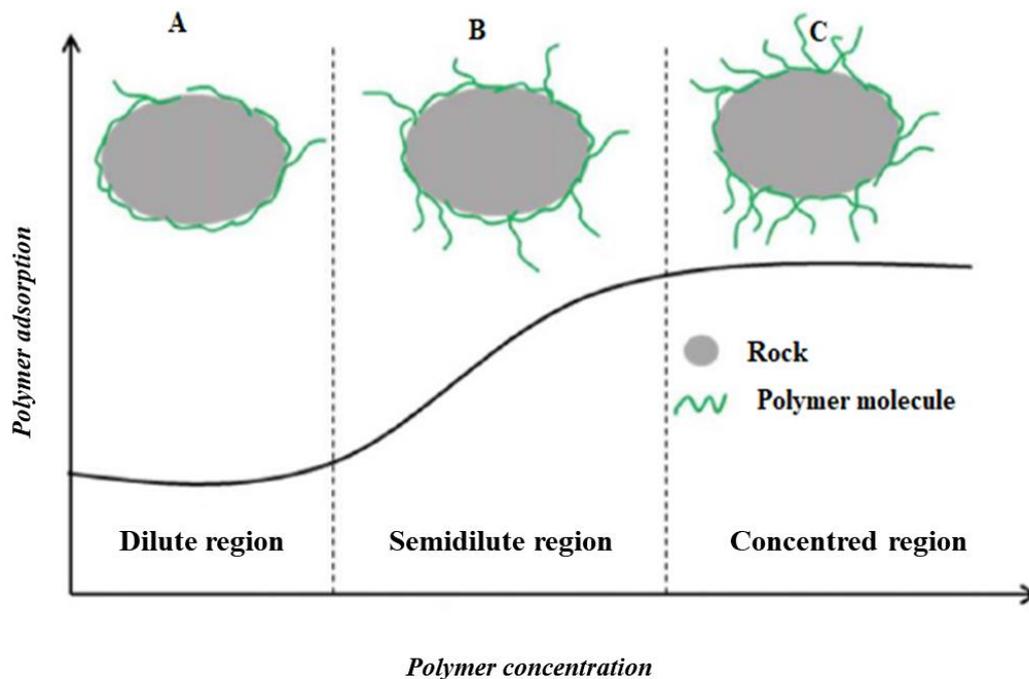
L'efficacité des polymères dans l'EOR dépend également de la sélection du type de polymère et de son poids moléculaire. Un poids moléculaire plus élevé peut améliorer la viscosité de la solution, optimisant ainsi le déplacement du pétrole. De plus, la salinité du milieu de réservoir est un facteur important, car une salinité élevée peut moduler les interactions polymère-surface, impactant le processus de récupération [72].

Enfin, la concentration du polymère dans la solution injectée est cruciale pour assurer une interaction suffisante avec le réservoir. Chaque paramètre doit être minutieusement analysé et ajusté pour concevoir des solutions EOR efficaces, maximisant ainsi les performances et améliorant l'extraction du pétrole [73].

#### 2.6.4 Comportement de l'adsorption du polymère selon le régime de concentration

L'adsorption des polymères est un phénomène crucial dans le domaine de la récupération assistée du pétrole, car elle influence directement l'efficacité des processus d'injection. Cette section se concentre sur le comportement de l'adsorption en fonction des différents régimes de concentration. En analysant les régimes dilué, semi-dilué et concentré, nous mettrons en lumière comment les variations de concentration affectent les interactions entre les molécules de polymère et les surfaces solides, ainsi que les implications de ces interactions sur la performance globale des systèmes d'EOR. Cette compréhension est essentielle pour optimiser les formulations de polymères et améliorer les résultats des opérations de récupération.

1. **Régime dilué** : Dans ce régime, l'adsorption est indépendante de la concentration du polymère. Cela indique que la quantité minimale de polymère nécessaire pour occuper les sites vacants sur la surface est atteinte, sans interaction significative entre les molécules de polymère.
2. **Régime semi-dilué** : Ici, les interactions intermoléculaires commencent à jouer un rôle crucial. Les molécules de polymère peuvent être adsorbées avec tous leurs segments en contact avec la surface, tandis que d'autres molécules n'ont que des segments partiels en contact. L'augmentation de la concentration en polymère favorise l'adsorption, comme l'illustre la région B de la Figure 2.8. Cela reflète une transition vers un comportement où l'adsorption dépend davantage de la concentration en polymère.
3. **Régime concentré** : Dans ce régime, la majorité des molécules de polymère sont adsorbées avec des segments partiellement attachés à la surface, tandis que le reste de la molécule reste libre dans la solution. À ce stade, presque aucune molécule de polymère supplémentaire ne peut être adsorbée, car tous les sites d'adsorption sont déjà occupés. Cela entraîne une saturation de l'adsorption, comme l'indique la région C de la Figure 2.8. À ce niveau, l'adsorption devient indépendante de la concentration, soulignant que la capacité d'adsorption a atteint sa limite.



**Figure 2.8.** Modèle de rétention par adsorption de polymères à la surface de la roche [74].

Cette dynamique complexe d'adsorption selon les régimes de concentration est essentielle à considérer pour optimiser l'utilisation des polymères dans des applications telles que la récupération assistée par polymères, où la gestion efficace des interactions polymère-surface peut influencer significativement les résultats de récupération.

Conclusion :

Ce chapitre a présenté une analyse approfondie des mécanismes et des facteurs influençant l'adsorption des polymères dans le cadre de la récupération assistée du pétrole. Nous avons discuté des principaux mécanismes de rétention, notamment l'adsorption, le piégeage mécanique et la rétention hydrodynamique, en soulignant leur rôle crucial dans l'efficacité des polymères au sein des milieux poreux.

En conclusion, une compréhension approfondie des mécanismes d'adsorption et des facteurs affectant la rétention des polymères est essentielle pour concevoir des stratégies d'injection plus efficaces. Cette connaissance permettra de maximiser les rendements de récupération de pétrole, contribuant ainsi à l'optimisation des ressources énergétiques et à la durabilité des opérations dans l'industrie pétrolière. Ce chapitre pave la voie à des recherches futures visant à explorer des formulations de polymères encore plus innovantes et adaptées aux conditions spécifiques des réservoirs.

## *Chapitre 3 :*

### *Matériels et méthodes*

---

Dans cette section, nous présenterons le matériel utilisé pour réaliser les différentes préparations et caractérisations, puis nous détaillerons les méthodes employées. Le matériel inclut les instruments nécessaires pour les analyses thermiques, structurales et rhéologiques, ainsi que les équipements pour la simulation des conditions des réservoirs de Hassi Messaoud.

Les méthodes consisteront à l'extraction du mucilage de cladode d'*Opuntia ficus-indica* suivi de son intégration dans des formulations de polyacrylamide partiellement hydrolysé, dans le but d'optimiser les performances des techniques de récupération assistée du pétrole. Nous commencerons par caractériser les matériaux à travers des analyses thermiques, structurales et colloïdales afin de confirmer leur compatibilité. Ensuite, des tests rhéologiques seront effectués pour évaluer le comportement des mélanges.

L'efficacité de ce mélange sera validée dans des conditions simulant les réservoirs de Hassi Messaoud, caractérisés par une salinité élevée et des températures atteignant 120 °C. Enfin, des analyses complémentaires seront réalisées pour évaluer la stabilité et les performances en termes de récupération d'huile.

### 3.1 Matériel

#### 3.1.1 Extraction du mucilage

Le mucilage a été extrait des cladodes de Ficus Cladode *Opuntia ficus*, récoltés dans la région de **Tizi Ouzou** (Algérie, Alger) en janvier 2023 Figure 3.1.



**Figure 3.1.** Situation géographique de la zone de récolte /Plante Cladode *Opuntia ficus indica*.

Les cladodes d'*Opuntia ficus-indica* ont d'abord été nettoyées avec de l'eau distillée pour éliminer les particules de poussière. Les épines ont été retirées manuellement à l'aide d'un couteau. Ensuite, les cladodes ont été épluchés pour retirer leur épiderme externe, et leur partie interne a été découpée en morceaux homogènes d'environ 1 à 2 cm, qui ont été immédiatement congelés à  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$  pendant 24 heures. Ces morceaux congelés ont été mélangés à un rapport volumétrique de 3:2 (cladodes:eau distillée) avec de l'eau chauffée à  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Ce mélange a été soumis à une agitation mécanique à 500 tr/min à température ambiante ( $20 \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) pendant 30 minutes, suivie d'une filtration à travers un tissu stérile (taille des pores :  $50\text{ }\mu\text{m}$ ). Le mucilage présent dans le filtrat a été précipité par addition de trois volumes d'éthanol à 96 %, en maintenant une agitation constante à 350 tr/min pendant 1 heure, à température ambiante ( $20 \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Le mucilage précipité a été récupéré puis séché dans une étuve avec une rampe de température progressive :  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  à  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  sur 2 heures, suivie d'un maintien à  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  pendant 22 heures. Une fois séché, le mucilage a été broyé à l'aide d'un mortier en céramique, puis tamisé avec un tamis de granulométrie standard ( $150\text{ }\mu\text{m}$ ). La poudre obtenue présentait une granulométrie homogène inférieure à  $150\text{ }\mu\text{m}$ , garantissant une bonne dispersion et solubilité lors de son utilisation ultérieure.

### **3.1.2 Le Polymère**

Dans le cadre de notre étude, nous avons sélectionné le polymère synthétique HPAM (Flopaam 3130 S), gracieusement fourni par SNF Floerger (France), comme agent viscosifiant pour la phase aqueuse. Ce polymère présente un degré d'hydrolyse de 30 % et une masse moléculaire de  $3,5 \times 10^6$  g/mol, ce qui permet de créer une charge anionique au sein de sa structure. Il se présente sous forme de poudre granulaire, hautement soluble dans l'eau, et peut être utilisé directement sans traitement préalable. Ce choix s'explique par sa capacité à former des solutions très visqueuses à des concentrations relativement faibles et par sa solubilité rapide dans l'eau.

### **3.1.3 Mélange des solutions HPAM/mucilage**

Dans cette étude, une première série d'expériences a été réalisée en utilisant des solutions de polymères HPAM et de mucilage préparées à différentes concentrations totales : 800, 2000, 6000 et 10 000 ppm. Les solutions ont d'abord été élaborées à partir d'eau distillée (DW) et d'une saumure à faible salinité (SW). Des mélanges de HPAM et de mucilage ont été préparés dans différentes proportions (100 %, 0 %), (80 %, 20 %), (50 %, 50 %), (20 %, 80 %) et (0 %, 100 %), exprimées en m/m, afin d'examiner l'impact de ces mélanges sur les propriétés rhéologiques.

Suite à cette première étude, une nouvelle série de tests a été réalisée avec une concentration de polymère de 1 % et une saumure à 2 % de NaCl, afin de simuler plus fidèlement les conditions des réservoirs pétroliers algériens. Cette salinité de 2 % a été retenue comme référence pour les essais suivants, représentant la salinité typique des réservoirs de pétrole dans cette région. L'objectif était de mieux comprendre l'influence de la salinité et des concentrations de polymères sur les performances rhéologiques et l'efficacité des solutions dans le cadre de la récupération assistée du pétrole.

### **3.1.4 Saumure synthétique**

Deux types de saumure ont été utilisés pour cette étude. Dans un premier temps, des analyses ont été réalisées avec une saumure à faible salinité pour examiner le comportement des polymères dans des conditions moins contraignantes. Cette approche a permis d'analyser leurs propriétés fondamentales avant de les soumettre à des environnements plus complexes et salins.

Pour cette phase initiale, une saumure synthétique, dont les propriétés physico-chimiques sont présentées dans le Tableau 3.1, a été utilisée comme milieu de travail. Par la suite, une saumure

contenant 2 % de NaCl a été introduite, représentant la salinité des réservoirs algériens, notamment celui de Hassi Messaoud. Cette étape a permis d'évaluer l'impact de la salinité sur les performances des polymères dans un contexte plus réaliste.

**Tableau 3.1.** Les propriétés physico-chimiques de la saumure synthétique.

<b>Composition</b>	<b>Unités</b>	<b>Concentration (mg/L)</b>
Temperature	°C	25
pH	-	7-8
Turbidity	NTU	<1
Chlorides	mg/L	1250
Sulfate	mg/L	1300
Calcium	mg/L	260
Magnesium	mg/L	94
Sodium	mg/L	905
Potassium	mg/L	55
Strontium	mg/L	10
Nitrates	mg/L	30
Bicarbonate	mg/L	150
Carbon	mg/L	0.2
Dureté totale en Ca et Mg	mg/L	996
Solides dissous totaux	mg/L	3900

### **3.1.5 L'huile (pétrole brut)**

Dans cette étude, nous avons utilisé une huile brute provenant des réservoirs de Hassi Messaoud. Cette huile est représentative des caractéristiques pétrolières de la région, présentant des viscosités et des compositions spécifiques qui reflètent les conditions géologiques de la formation. Elle est essentielle pour évaluer les performances des solutions formulées dans le cadre des tests de récupération assistée du pétrole.

### **3.1.6 Carottes de roche**

Trois plugs identiques ont été prélevés de carottes de roche de type argileux trias provenant du réservoir de Hassi Messaoud. Ces échantillons ont été sélectionnés en raison de leur pertinence pour simuler les conditions pétrophysiques rencontrées dans ce réservoir. Divers tests ont été

réalisés pour confirmer la similitude pétrophysique de ces plugs, garantissant ainsi que les résultats des expériences soient représentatifs du comportement des fluides dans le réservoir ciblé.



**Figure 3.2.** Carotte cylindrique.

## 3.2 Méthodes

### 3.2.1 Détermination du poids moléculaire

Pour caractériser nos systèmes, notamment les solutions contenant de la poudre de cladode d'*Opuntia ficus indica*, nous avons appliqué la méthode de diffusion de la lumière statique (SLS). Cette technique, non destructive, est particulièrement efficace pour analyser les solutions et étudier leurs processus d'agrégation. Lorsqu'un faisceau lumineux traverse une solution contenant des macromolécules, celles-ci diffusent la lumière d'une manière proportionnelle à leur taille et leur concentration [75].

Dans le cadre de notre recherche, un ZetaSizer de HORIBA Scientific (série nanoPartica SZ-100 V2) a été utilisé pour effectuer les mesures. Les données recueillies permettent de déterminer le rapport  $K_c/R_\theta$ , essentiel pour établir une relation entre le poids moléculaire ( $M_w$ ) et le coefficient de virial ( $A_2$ ), selon l'équation 3.1 suivante :

$$\frac{K_c}{R_\theta} = \frac{1}{M_w} + 2A_2C \quad (3.1)$$

Où  $K_c$  représente la constante optique ;  $R_\theta$  est le rapport de Rayleigh ;  $M_w$  est le poids moléculaire ;  $C$  est la concentration du mucilage dans la solution et  $A_2$  est le coefficient de virial.

Le toluène a été utilisé comme étalon en raison de sa stabilité chimique et de ses propriétés bien caractérisées, ce qui en fait un choix idéal pour la calibration des mesures. L'indice d'incrément de réfraction des polysaccharides, noté  $\frac{dn}{dc}$ , a été considéré comme étant égal à 0,15. Cet indice, quantifie la sensibilité de l'indice de réfraction d'une solution à sa concentration. Avant chaque mesure, les solutions de mucilage sont filtrées pour éliminer les grains de poussière parasites à l'aide de filtres Millipore de 0,45  $\mu\text{m}$ . Des solutions filles de mucilage diluées à différentes concentrations sont préparées en diluant la solution mère avec de l'eau distillée.

### **3.2.2 Analyses MEB/EDX**

Dans le cadre de cette étude, des analyses par microscopie électronique à balayage (MEB) et dispersive d'énergie des rayons X (EDX) ont été réalisées. Ces techniques permettent d'obtenir des informations sur la morphologie, la composition et les structures superficielles des échantillons. Elles sont particulièrement adaptées à l'analyse des particules issues de la poudre de cladode d'*Opuntia ficus indica* et de HPAM, fournissant des données sur leurs caractéristiques physiques et chimiques.

Le dispositif de microscopie électronique à balayage (MEB/EDX), illustré par le modèle CARL ZEISS EVO LS 10, comprend une colonne équipée d'un canon à électrons, d'un condenseur, de bobines de déflexion et d'un détecteur à électrons secondaires, le tout maintenu sous vide par un système de pompage. Le processus débute par le chauffage d'un filament de tungstène à 2800 K, générant des électrons qui sont ensuite accélérés par un champ électrique entre le Wehnelt et l'anode, cette dernière étant réglée entre 0,5 et 30 kV [76].

Les électrons sont focalisés sur l'échantillon par le condenseur, tandis que les bobines de déflexion assurent un balayage systématique de la surface. Chaque point analysé émet des électrons secondaires, dont l'intensité varie en fonction de la topographie de la surface, permettant ainsi de créer une image sur un tube cathodique qui révèle des informations sur la morphologie de l'échantillon. Parallèlement, la composition chimique des cristaux de zéolithe commerciale NaX, avec un rapport Si/Al de 1,1, a été déterminée à l'aide de la spectroscopie par dispersion d'énergie des rayons X (EDX), une méthode standard pour ces analyses. Ces résultats contribuent à une meilleure compréhension des propriétés des matériaux étudiés, ce qui pourrait avoir des implications importantes dans divers domaines d'application [77].

### 3.2.3 Analyse DRX

L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) est une technique analytique puissante utilisée pour déterminer la structure cristalline des matériaux. En exploitant le principe de la diffraction, cette méthode permet d'obtenir des informations sur la disposition atomique, les dimensions des unités de cellule, ainsi que la pureté et la phase des échantillons étudiés. La DRX est particulièrement utile dans les domaines des sciences des matériaux, de la chimie et de la pétrophysique, car elle offre une compréhension approfondie des caractéristiques des minéraux et des composés présents dans les échantillons. Grâce à sa capacité à identifier des phases cristallines spécifiques et à fournir des données sur la taille des cristaux, la DRX constitue un outil essentiel pour l'analyse des matériaux dans le cadre de la recherche et du développement [78].

L'analyse par diffraction des rayons X à grand angle a été effectuée à l'aide d'un diffractomètre Rigaku Ultima 4, utilisant une source de radiation Cu-K $\alpha$  avec une longueur d'onde ( $\lambda$ ) de 1,5406 Å, fonctionnant sous une tension de 40 kV et un courant de 30 mA. Chaque échantillon a été monté dans un support d'échantillon en aluminium pour l'analyse. Les données ont été collectées sur une plage angulaire de 10 à 80 degrés, avec une échelle  $2\theta$ . Les résultats obtenus ont été traités à l'aide du logiciel d'analyse spectrale [79].

### 3.2.4 Analyse ATG

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une technique analytique qui mesure les variations de masse d'un échantillon en fonction de la température ou du temps. Cette méthode est particulièrement utile pour évaluer la stabilité thermique et les propriétés de décomposition des matériaux. En suivant les changements de poids lors du chauffage ou du refroidissement d'un échantillon, l'ATG permet de fournir des informations essentielles sur les processus d'évaporation, de déshydratation et de décomposition thermique. Utilisée dans divers domaines tels que la chimie, les sciences des matériaux et la pétrochimie, l'ATG contribue à la caractérisation des polymères, des composites et des biomatériaux, en offrant des aperçus cruciaux sur leur comportement thermique et leur composition [80].

Les essais sont effectués à l'aide d'un équipement TA (SDT Q600 V20.9 Build 20, New Castle, DE, USA). L'argon est employé comme gaz de purge à un débit de 100 mL/min. Le mucilage séché est disposé dans un récipient en aluminium et chauffé de 25 à 300 °C à une vitesse de 10 °C/min.

### **3.2.5 Analyse IFTR**

L'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IFTR) est une méthode puissante utilisée pour identifier et caractériser les groupes fonctionnels présents dans un échantillon. En mesurant l'absorption de la lumière infrarouge par les liaisons chimiques dans une molécule, la IFTR permet de déterminer les structures moléculaires, d'évaluer les interactions entre les composants et de surveiller les modifications chimiques au cours de divers processus. Cette technique est largement employée dans les domaines de la chimie, de la biologie, et des matériaux, offrant des informations précieuses sur les propriétés et la composition des substances, qu'elles soient solides, liquides ou gazeuses. Grâce à sa sensibilité et à sa rapidité, l'analyse IFTR est un outil essentiel pour les chercheurs souhaitant approfondir leur compréhension des systèmes complexes [41].

La spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IFTR) a été réalisée à l'aide d'un spectromètre Bruker Lances, modèle TENSOR 27. Cette méthode a été employée pour mesurer les spectres IFTR de HPAM, du mucilage et des échantillons de HPAM/mucilage [81].

Les fréquences infrarouges utilisées étaient comprises entre 400 à 4000  $\text{cm}^{-1}$ .

### **3.2.6 Détermination du potentiel zêta des solutions**

La détermination du potentiel zêta constitue une méthode essentielle pour évaluer la stabilité des colloïdes et des suspensions. Ce paramètre reflète la charge électrique à la surface des particules dispersées dans un liquide et joue un rôle crucial dans la compréhension des interactions interparticulaires ainsi que du comportement des particules en solution. Un potentiel zêta élevé indique une répulsion électrostatique entre les particules, ce qui favorise la stabilité colloïdale, tandis qu'un potentiel zêta faible peut conduire à des phénomènes d'agrégation et de floculation. En mesurant le potentiel zêta, il est possible d'optimiser les formulations de solutions, de prédire la stabilité des dispersions et d'étudier les mécanismes d'adsorption des molécules. Cette technique est particulièrement pertinente dans les domaines de la chimie, de la biotechnologie et de l'ingénierie des matériaux, où une compréhension approfondie des interactions entre particules est essentielle pour le développement de nouvelles applications [82].

Pour cette étude, les valeurs du potentiel zêta des échantillons de mucilage et de HPAM sont déterminées à l'aide d'un ZetaSizer de HORIBA Scientific, modèle nanoPartica SZ-100 V2. Les échantillons sont choisis à faibles concentrations afin d'assurer la transparence du système

et d'éliminer les interactions hydrodynamiques susceptibles d'influencer la mobilité électrophorétique. L'objectif de cette mesure est double : évaluer le potentiel zêta des deux espèces en solution d'eau distillée et analyser leur caractère ionique, ainsi que l'effet de la salinité. Chaque mesure est réalisée en triplicat, et les résultats sont moyennés pour fournir des valeurs accompagnées de l'écart-type [83].

### **3.3 Rhéologie des solutions de polymère**

La rhéologie est une discipline essentielle qui étudie le comportement des matériaux sous déformation, en particulier la résistance d'un fluide à l'écoulement. Dans le cas des solutions de polymères, les propriétés rhéologiques jouent un rôle crucial dans les processus d'application, notamment dans les techniques de récupération assistée du pétrole. En effet, les caractéristiques rhéologiques des solutions influencent directement leur capacité à s'écouler à travers les pores des réservoirs et leur interaction avec le pétrole et l'eau présents dans le milieu poreux.

Différents types d'essais peuvent être réalisés pour évaluer ces propriétés, tels que les essais de courbes d'écoulement et les essais de courbes de viscoélasticité. Les courbes d'écoulement permettent de déterminer comment la viscosité des solutions varie en fonction de la contrainte appliquée, fournissant des informations précieuses sur le comportement d'écoulement sous conditions de production. D'autre part, les courbes de viscoélasticité mesurent la réponse d'un matériau à la déformation, offrant un aperçu de sa capacité à stocker et à dissiper l'énergie.

Une compréhension approfondie de ces propriétés est essentielle pour optimiser l'efficacité des méthodes d'EOR, car des comportements d'écoulement adaptés peuvent améliorer la mobilité des fluides et faciliter le déplacement du pétrole vers le puits de production [84] .

Les propriétés rhéologiques des solutions de mucilage, de HPAM et de leurs mélanges sont évaluées à l'aide d'un rhéomètre de contrainte-déformation avec contrôle de température Peltier (Physica MCR302, Anton Paar). Ce système de mesure est équipé d'une géométrie cône-plan ( $\Phi 60$  mm,  $\Theta = 1^\circ$ , CP60/1), ce qui permet d'obtenir des mesures précises et fiables des propriétés d'écoulement ainsi que des propriétés viscoélastiques des échantillons.

Les investigations sont réalisées sur une gamme de concentrations d'HPAM et de mucilage, ainsi que sur des mélanges des deux, permettant d'étudier l'influence des proportions de chaque composant sur le comportement rhéologique. Deux températures, 25 et 80 °C, sont choisies, 25 °C pour représenter les conditions ambiantes en laboratoire et 80 °C afin de simuler les conditions réelles rencontrées dans les réservoirs pétroliers. Les tests sont effectués avec de l'eau distillée (DW) pour servir de référence et avec des solutions d'eau de saumure synthétique (SW) afin d'évaluer l'impact de la salinité sur les propriétés rhéologiques des solutions [85].

### **3.4 Caractérisation de l'écoulement des fluides dans un milieu poreux**

La procédure de core flooding est une méthode expérimentale cruciale pour évaluer l'efficacité des techniques de récupération assistée du pétrole dans des conditions proches de celles rencontrées dans les réservoirs. Cette approche consiste à injecter des fluides dans des échantillons de roche, ou plugs, prélevés sur des carottes pétrolières, afin de simuler le déplacement de l'huile résiduelle par un agent de récupération. Dans notre étude, nous avons utilisé des plugs issus de la région de Hassi Messaoud, reconnus pour leur représentativité des réservoirs algériens. Les fluides d'injection ont été soigneusement sélectionnés pour refléter les propriétés physico-chimiques des conditions de réservoir, notamment en termes de viscosité et de salinité. Les tests permettent de mesurer la perméabilité des plugs, la pression d'injection et le volume d'huile récupéré, fournissant ainsi des données précieuses sur les dynamiques d'écoulement des fluides et l'efficacité des méthodes de récupération. Ce processus est essentiel pour approfondir notre compréhension des mécanismes d'interaction entre les fluides et la matrice rocheuse, ce qui est fondamental pour optimiser les stratégies d'EOR [86].

#### **3.4.1 Analyse Pétro-physique des plugs**

Dans le cadre de nos travaux de recherche menés dans la région de Hassi Messaoud, nous avons utilisé trois plugs prélevés à partir d'une carotte pétrolière soumise à un processus méticuleux géré par le Service Gestion et Préparation des Carottes de la division DLCC SONATRACH. Ce service, œuvrant selon des procédures bien établies, commence par une vérification minutieuse de la conformité à l'arrivée de chaque carotte, englobant des critères tels que la région, le nom du puits, les numéros des carottes, et d'autres aspects essentiels [87].

Le processus se poursuit par l'ouverture des tubes, le traitement et le prélèvement d'échantillons, incluant des plugs de dimensions variées destinés à des analyses spécifiques. Les échantillons, prélevés avec une grande précaution, sont soumis à des opérations de lavage (gasoil, eau pure et eau salée saturée) en fonction du type de boue utilisé lors du prélèvement (huile ou eau). Après le prélèvement, la carotte est méticuleusement mise en caisses, référencées et identifiées en fonction du puits.

L'archivage des carottes intervient après divers traitements au niveau des services d'imagerie et de mesures sur carotte. Les carottes sont stockées pour des consultations futures.

Le processus de création de plugs à partir des carottes pétrolières implique plusieurs étapes clés. Tout d'abord, les carottes extraites du réservoir sont soigneusement nettoyées pour éliminer les

contaminants tels que les boues de forage et les résidus de fluides. Ensuite, elles sont découpées en cylindres ou "plugs" de dimensions spécifiques, permettant ainsi de prélever des échantillons cylindriques à des fins d'analyses, de mesures et d'essais en laboratoire. Les plugs sont conditionnés. Enfin, les plugs sont testés pour confirmer leur intégrité et leur adéquation aux expérimentations prévues, garantissant ainsi des résultats fiables pour les études de réservoir.

Dans cette thèse, nous avons utilisé trois plugs identiques, prélevés à partir de la même carotte pétrolière de la région de Hassi Messaoud. Ces plugs ont été sélectionnés pour assurer une homogénéité dans nos analyses et expérimentations relatives à la récupération améliorée du pétrole. Cette approche garantit la cohérence des résultats et permet une évaluation précise des méthodes expérimentales appliquées.

- **Préparation des Plugs**

La préparation des plugs a été réalisée avec une rigueur méticuleuse afin d'assurer la fiabilité des données expérimentales. Voici les étapes détaillées :

- a) **Sélection et vérification des plugs**

Les plugs, extraits d'une carotte pétrolière, ont été soigneusement sélectionnés et inspectés pour garantir leur propreté. Chaque plug a été vérifié pour assurer sa conformité avec les exigences expérimentales.

- b) **Mesures physiques des plugs**

Des mesures précises ont été réalisées sur chaque plug. La longueur a été déterminée à l'aide d'un pied à coulisse numérique, garantissant ainsi une évaluation exacte. Le diamètre a été mesuré à plusieurs points avec un pied à coulisse pour en assurer la fidélité. La masse des plugs a été enregistrée à l'aide d'une balance de précision. Chaque mesure a été répétée trois fois pour chaque plug, permettant ainsi de calculer les moyennes et les écarts-types. Cette approche assure la fiabilité et la robustesse des données obtenues.

- c) **Désiccation et saturation à la saumure**

Les plugs ont été placés dans un désiccateur pour éliminer l'air résiduel et l'humidité. Ils ont ensuite été saturés avec une solution de saumure à 20 g/L de NaCl pendant 24 heures, permettant d'atteindre une saturation optimale. Le poids des plugs a été mesuré avant et après saturation pour établir une référence essentielle pour les tests ultérieurs.

Le pourcentage de saturation a été calculé en déterminant la différence entre le poids initial des plugs et leur poids saturé. Ces étapes rigoureuses de préparation ont permis de créer les bases nécessaires pour des expériences ultérieures fiables et significatives.

#### **d) Désaturation par centrifugation**

Les plugs saturés ont été soumis à une centrifugation dans une centrifugeuse BEKMAN à 6500 tours par minute pendant 24 heures pour éliminer l'excès de liquide contenu dans les pores. Après centrifugation, les plugs ont été pesés afin de quantifier les variations de poids résultant de cette désaturation. Le volume résiduel de saumure prélevé dans le porte-échantillon a également été mesuré pour évaluer la quantité de liquide restante dans les pores. Ces données constituent une base essentielle pour comprendre la dynamique du processus de désaturation et ont significativement guidé les étapes ultérieures de notre étude expérimentale.

#### **e) Équilibrage des plugs**

Après la désaturation, les plugs ont été laissés en place pendant 24 heures supplémentaires pour permettre l'équilibrage du profil de saturation. Pendant cette période, des mesures périodiques ont été effectuées pour surveiller les variations dans le profil de saturation, assurant ainsi des conditions optimales pour les expériences suivantes.

#### **f) Calcul de la saturation après centrifugation**

À l'issue de la période d'équilibrage, la saturation des plugs a été déterminée en comparant la masse immergée (qui représente 100 % de saturation) à la masse mesurée après centrifugation. Ces calculs ont permis d'évaluer le degré de saturation spécifique à chaque plug. Les résultats ont indiqué une saturation uniforme de 94 % pour les trois plugs, ce qui témoigne de la cohérence des caractéristiques pétrophysiques. Ces données servent de fondement utile pour les étapes suivantes de l'étude.

### **3.4.2 Analyse MicroCT avec le ZEISS Xradia 610 Versa**

Pour nos expérimentations, nous avons sélectionné trois plugs identiques de 1 pouce, prélevés à partir de la même carotte pétrolière de la région de Hassi Messaoud. Afin d'assurer leur homogénéité, nous avons d'abord réalisé une analyse préliminaire par tomographie micro-computérisée (MicroCT), ce qui nous a permis de visualiser la microstructure interne et de confirmer la similitude des plugs. Par la suite, des mesures par Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) ont été effectuées pour obtenir des paramètres pétrophysiques précis. Les résultats combinés des analyses MicroCT et RMN ont confirmé que les trois plugs possédaient

des caractéristiques physiques identiques, fournissant ainsi une base utile pour les expérimentations et les analyses ultérieures [88].

Le ZEISS Xradia 610 Versa est un équipement de tomographie micro-computérisée (MicroCT) de haute résolution, spécialement conçu pour l'analyse tridimensionnelle approfondie des matériaux. Ce dispositif utilise des rayons X pour acquérir des images volumétriques précises, permettant ainsi l'examen des structures internes à l'échelle micrométrique. Dans le cadre de nos travaux, le ZEISS Xradia 610 Versa a été employé pour analyser les plugs pétroliers, fournissant des données cruciales sur leur microstructure.

Le processus d'analyse débute par une préparation minutieuse des échantillons, qui sont ensuite placés dans l'appareil. Équipé d'une source de rayons X haute résolution et d'un détecteur performant, le Xradia 610 Versa permet de capturer des images avec une précision exceptionnelle. Les échantillons sont soumis à une série de scans, générant des coupes transversales qui permettent de réaliser des reconstructions tridimensionnelles.

Ces reconstructions offrent des informations détaillées sur la distribution des pores, leur connectivité et les caractéristiques internes des échantillons. Grâce à sa capacité à produire des images en haute résolution, cet appareil permet d'évaluer en profondeur l'homogénéité des plugs et de détecter d'éventuelles variations structurelles. Cette analyse est essentielle pour garantir que les échantillons reflètent fidèlement les conditions expérimentales, contribuant ainsi à la fiabilité des résultats obtenus lors des tests de core flooding.

### **3.4.3 Analyse par Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) avec l'équipement GeoSpec**

La technique de Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) repose sur l'analyse des noyaux atomiques, principalement ceux des protons d'hydrogène ( $H^+$ ), permettant de recueillir des informations détaillées sur leur environnement physique dans les phases liquide, amorphe ou solide. L'hydrogène est privilégié dans cette méthode en raison de sa forte prévalence dans les structures organiques et de sa sensibilité à la dynamique moléculaire. La mesure des temps de relaxation transversale ( $T_2$ ) et longitudinale ( $T_1$ ) constitue un aspect fondamental de cette technique. Ces temps de relaxation sont directement influencés par des paramètres tels que la viscosité des fluides et les interactions avec les surfaces poreuses, fournissant des informations précieuses sur les propriétés des matériaux analysés.

L'utilisation du GeoSpec avec la RMN offre une méthodologie robuste pour une caractérisation approfondie des paramètres des échantillons rocheux, essentielle pour l'évaluation précise des

propriétés pétrophysiques. Un des principaux objectifs de la géophysique appliquée est de fournir des estimations précises de la perméabilité dans les puits. Bien que la RMN soit devenue un outil largement utilisé pour l'analyse des roches poreuses dans les années 1990, elle ne peut pas mesurer directement la perméabilité.

La RMN a été introduite dans les applications pétrolières à la fin des années 1950, d'abord avec le champ magnétique terrestre. Aujourd'hui, elle est couramment utilisée avec des champs magnétiques artificiels pour caractériser les formations rocheuses, en particulier les roches siliciclastiques comme le grès. Cette méthode, en mesurant la décroissance de l'aimantation des protons dans les fluides saturant le milieu poreux, fournit des données essentielles pour optimiser les stratégies de récupération du pétrole [89].

Pour l'analyse RMN des trois plugs et afin de confirmer leur identité, une série de procédures systématiques a été mise en œuvre pour obtenir des données pétrophysiques précises et fiables. Les plugs, soigneusement préparés et nettoyés, ont été saturés avec une solution saline ou un fluide représentatif des conditions du réservoir. Cette saturation vise à simuler l'état naturel du milieu poreux et à garantir que les conditions d'analyse reflètent fidèlement les caractéristiques réelles du réservoir.

Avant de procéder à l'analyse des plugs, une calibration minutieuse de l'équipement GeoSpec Rock Analyzer a été effectuée. Cette étape cruciale utilise CAL25F, un calibrateur standardisé avec un diamètre de 1,97 cm et une longueur de 3,03 cm, pour garantir une précision optimale des mesures. La calibration assure la fiabilité des données générées tout au long de l'analyse RMN et permet de valider les performances de l'appareil avant l'analyse des échantillons.

Une fois la calibration achevée, les plugs sont placés dans l'appareil de Résonance Magnétique Nucléaire (RMN), qui génère un champ magnétique uniforme et utilise des impulsions radiofréquences pour exciter les noyaux d'hydrogène présents dans les fluides. Cette technique mesure la réponse des noyaux d'hydrogène après excitation, en enregistrant les temps de relaxation transversale (T2) et longitudinale (T1). Ces mesures fournissent des informations essentielles sur les propriétés des fluides et des pores, telles que la distribution des tailles de pores, la présence de fluides libres ou irréductibles, ainsi que la viscosité des fluides et leur interaction avec les surfaces poreuses. Les données collectées sont ensuite analysées pour estimer divers paramètres pétrophysiques tels que la porosité, la perméabilité et la mouillabilité des plugs.

Pour garantir que les trois plugs sont identiques, les résultats des mesures RMN sont comparés entre les échantillons. La confirmation de la similarité des paramètres pétrophysiques assure l'homogénéité des plugs, garantissant ainsi la validité des données pour les analyses et les conclusions ultérieures.

#### - **Détermination du T2 Cut-Off**

À la suite de l'analyse RMN des trois plugs, le T2 cut-off est déterminé, représentant un paramètre clé dans l'analyse des données RMN. Ce seuil est utilisé pour distinguer les types de fluides présents dans les pores des échantillons, en fonction de leur temps de relaxation transversale (T2). Cette mesure permet la séparation des fluides mobiles, qui affichent des temps de relaxation plus courts, des fluides plus visqueux ou confinés, qui présentent des temps de relaxation plus longs.

Pour établir le T2 cut-off, des graphes de relaxation T2 sont générés à partir des données RMN, illustrant la distribution des temps de relaxation des noyaux d'hydrogène dans les échantillons. L'examen de ces graphes permet de déterminer un seuil spécifique au-delà duquel les fluides sont considérés comme irrécupérables, facilitant ainsi l'évaluation des fluides restant piégés dans les pores ou dans des zones non exploitables.

En définissant correctement le T2 cut-off, l'évaluation de la capacité de récupération des fluides dans les échantillons est améliorée, favorisant ainsi une meilleure planification et gestion des ressources pétrolières.

#### - **Analyse de RMN des solutions**

Quatre types de solutions ont été examinés à l'aide de la RMN : le pétrole brut, le polymère de cladodes d'*Opuntia ficus-indica*, le polymère HPAM, ainsi que leurs mélanges. Ces solutions ont été préparées dans des tubes séparés et analysées à l'aide de l'équipement GeoSpec de chez Oxford Instruments.

Le principe de la RMN repose sur l'interaction des noyaux d'hydrogène présents dans ces fluides avec le champ magnétique appliqué et les impulsions radiofréquences, ce qui permet de déterminer les caractéristiques spécifiques de chaque solution. Les courbes de relaxation obtenues pour chaque solution ont été comparées afin d'évaluer les différences dans les temps de relaxation transversale (T2) entre les fluides.

### **3.4.4 Conception et simulation d'expérimentation du core flooding**

Le core flooding consiste en l'injection contrôlée de divers fluides, tels que l'eau, les hydrocarbures et des polymères, à travers des échantillons de roche poreuse, appelés cores, prélevés dans des puits. Cette méthode permet d'évaluer le comportement des fluides dans les réservoirs pétroliers en reproduisant les caractéristiques des formations géologiques réelles et en simulant les conditions de production ou d'injection rencontrées dans ces réservoirs [90].

Les principaux paramètres étudiés lors du core flooding incluent la perméabilité, qui mesure la capacité des roches à permettre le déplacement des fluides, et la porosité, qui quantifie le volume des pores disponibles. L'analyse des courbes de débit générées pendant les tests fournit des informations essentielles sur la performance des réservoirs, telles que la saturation des fluides, la résistance aux fluides et d'autres propriétés importantes [91].

- **Dispositif : Core Flooding System 350 (CFS350)**

Le Core Flooding System 350 (CFS350) de Vinci Technologies est une plateforme utile pour la réalisation d'expériences d'inondation de carottes dans des conditions simulées de réservoir. Ce système permet d'évaluer des aspects tels que la perméabilité des fluides et l'application de méthodes de récupération assistée du pétrole, que ce soit à des stades secondaires ou tertiaires.

Contrôlé par un logiciel adapté, le CFS350 offre une certaine flexibilité avec des modes de fonctionnement manuel et automatisé, permettant un contrôle sur les composants du système, y compris les pompes, les vannes, et les dispositifs d'enregistrement des données.

L'analyseur de carottes RMN intégré au CFS350 contribue à l'étude des propriétés des échantillons. Il permet de mesurer divers paramètres, tels que la géométrie des pores, l'indice de fluide libre, et la pression capillaire, ainsi que d'autres caractéristiques pertinentes des plugs, facilitant ainsi une compréhension des fluides et de leur comportement dans les réservoirs.



**Figure 3.3.** Core Flooding System CFS 350.

- **Les éléments du Core Flooding**

- a) **Les pompes à injection**

Le système d'injection du Core Flooding System 350 est équipé de deux pompes de la série BT, également connues sous le nom de pousse-seringues. Ces pompes sont responsables de la propulsion de l'eau distillée à travers un accumulateur, permettant ainsi l'injection du fluide d'essai dans la carotte. Conçu pour atteindre des pressions allant jusqu'à 5 000 psi, ce système assure une injection précise et contrôlée. Il offre la flexibilité nécessaire pour maintenir un débit ou une pression constante tout au long du processus. La capacité de mesurer avec précision le volume de fluide déplacé pendant l'injection garantit la collecte de données fiables, qui est cruciale pour les analyses détaillées et la validation des résultats expérimentaux.

- b) **La pompe de confinement**

La pompe de confinement, similaire aux pompes d'injection, utilise également des pousse-seringues de la série BT.

Cette pompe est conçue pour gérer du fluorinert comme fluides de confinement, permettant ainsi de maintenir la pression nécessaire dans le porte-noyau. Grâce à ses commandes intuitives, la pompe peut être opérée individuellement via ses panneaux avant ou intégrée au système de contrôle informatisé de Vinci Technologies. Cette configuration offre une flexibilité opérationnelle accrue et simplifie le processus expérimental.

### **c) Le régulateur de contre-pression (BPR)**

Le Régulateur de Pression de Fond (BPR) est crucial pour la saturation du noyau avec le fluide d'essai. Il fonctionne en appliquant une contre-pression qui augmente la pression interstitielle, permettant ainsi de remplir les pores du noyau avec le fluide.

Ce régulateur génère une pression initiale à l'aide d'un gaz pouvant atteindre 300 psi, suivie par l'utilisation d'une huile spéciale pour atteindre une pression maximale de 4 500 psi. Lorsque la pression d'injection dépasse celle du BPR, le flux commence et l'essai est considéré comme terminé.

### **d) Four et Accumulateurs**

Les accumulateurs, intégrés dans le four, jouent un rôle crucial en maintenant la température du liquide injecté à un niveau représentatif des conditions du réservoir tout au long de l'expérience. Chaque accumulateur, d'une capacité d'un litre, est conçu sous forme de cylindre avec un piston interne et deux bouchons aux extrémités.

Cette configuration assure une température constante et stable pour le liquide, garantissant la précision des conditions expérimentales.

### **e) Le détenteur du noyau RMN**

Un porte-noyau RMN, fourni par Oxford Instruments, est placé à l'intérieur d'un scanner RMN, ce scanner génère un champ magnétique puissant et excite l'échantillon à l'aide d'une impulsion de Radio Fréquence (RF).

En réponse à cette excitation, les fluides présents dans le noyau (tels que l'huile, la saumure, etc.) émettent un signal qui est ensuite enregistré. L'impulsion RF est suivie d'un pic de signal RMN qui décroît selon un temps de relaxation spécifique, appelé T2, représentant le taux de décroissance du signal. Cette méthode permet d'obtenir des informations détaillées sur les caractéristiques des fluides in situ.

### **f) Système de capteur de pression**

Un élément crucial de l'installation est le système de capteurs de pression, essentiel pour mesurer la différence de pression pendant l'écoulement.

Ce système est composé de deux capteurs distincts : un pour mesurer la pression amont et l'autre pour la pression aval. Il comprend également deux capteurs de pression différentielle, l'un de

petite taille pour les faibles pressions ( $\pm 8$  psi) et l'autre de taille plus grande pour les pressions élevées ( $\pm 500$  psi). De plus, quatre vannes sont intégrées pour réguler le circuit de débit, jouant un rôle crucial dans la sécurité des capteurs et la gestion du flux.

L'objectif principal de cette expérimentation est d'évaluer l'efficacité des polymères pour la récupération améliorée du pétrole en simulant les conditions réelles de réservoir. Nous visons à mesurer la performance des fluides dans des plugs de roche poreuse en termes de perméabilité, de saturation et de capacité de récupération.

#### - **Étude du processus de Core Flooding**

L'étude du processus de core flooding repose sur une série d'étapes, allant de la préparation minutieuse des équipements à l'analyse approfondie des données recueillies. La configuration et l'utilisation des équipements dédiés à cette technique sont essentielles pour garantir la précision et la fiabilité des résultats expérimentaux [92].

La première étape consiste à préparer le système de core flooding en vérifiant les connexions et en calibrant les instruments de mesure. Cette préparation est suivie du chargement des fluides de test, qui doivent être soigneusement préparés pour éviter toute contamination. Ensuite, les paramètres expérimentaux sont configurés pour refléter les conditions de test spécifiques, et le régulateur de contre-pression est ajusté pour appliquer la pression nécessaire.

Une fois ces préparations terminées, les tests de core flooding peuvent être exécutés, avec une attention particulière portée à la surveillance en temps réel des paramètres et à l'analyse de la réponse du plug. Les données recueillies sont ensuite analysées pour évaluer l'efficacité des fluides et des méthodes de récupération. Enfin, un nettoyage rigoureux et une inspection des équipements sont réalisés pour maintenir leur bon état de fonctionnement. Ce processus détaillé assure une approche systématique pour l'évaluation des interactions entre les fluides et le milieu poreux, fournissant des informations essentielles pour les applications de récupération assistée du pétrole.

#### • **Préparation et Installation**

Les plugs sont préparés avec soin et mesurés pour assurer leur précision. Ils sont ensuite placés dans la veste isolante (jacket) avant leur installation dans le système de Core Flooding. Cette veste assure une isolation adéquate pour maintenir une température constante pendant les tests.

a) Saturation Initiale

- Saturation avec Saumure :

Après l'installation du plug dans le système, il est saturé avec une solution de saumure de NaCl à 20 g/L. Cette étape vise à simuler les conditions de réservoir et à garantir que le plug est entièrement saturé avec un liquide représentatif avant le début des tests. La saturation se fait en injectant la saumure à travers le plug pour remplir tous les pores, assurant ainsi une condition initiale stable pour les phases suivantes du core flooding [93].

b) Processus de core flooding

Le core flooding est divisé en trois phases principales, chacune correspondant à un type de récupération utilisé dans l'industrie pétrolière :

- Récupération primaire :
  - Drainage : Une phase huileuse est injectée à un débit contrôlé (Q1) pour simuler l'extraction initiale de l'huile, qui est principalement due à la pression naturelle du réservoir dans un réservoir naturel. Cette étape permet d'établir la saturation en huile du plug avant les phases de récupération secondaire et tertiaire. En laboratoire, cela simule le flux naturel du pétrole à travers le plug, représentant la récupération primaire où les forces naturelles du réservoir, telles que la pression et la gravité, sont utilisées pour extraire le pétrole.
- Récupération secondaire :
  - Imbibition : Après le drainage de l'huile, une solution de saumure (NaCl) est injectée pour déplacer l'huile restante dans les pores du plug. Cette phase simule les techniques de récupération secondaire, telles que l'injection d'eau ou de saumure, utilisées pour améliorer l'extraction d'huile en maintenant la pression du réservoir. La saumure injectée balaye le pétrole résiduel vers les puits de production.
- Récupération tertiaire :
  - Injection de Solution de Polymère : une solution de polymère est injectée à un débit (Q2) et à une température de 120 °C. Cette phase représente les méthodes de récupération tertiaire, telles que l'injection de polymères ou d'autres agents chimiques, qui visent à améliorer la mobilité du pétrole et à augmenter la quantité de pétrole récupérable après les étapes primaires et secondaires. L'injection de la solution polymère est conçue pour mobiliser le pétrole résiduel dans le plug après

les phases de récupération primaire et secondaire, en surmontant les forces capillaires et les hétérogénéités du réservoir.

c) Étude comparative des polymères

- Comparaison des polymères : Les tests sont réalisés en utilisant trois types de polymères l'HPAM, le polymère extrait des cladodes d'*Opuntia ficus-indica*, et un mélange des deux. Cette comparaison permet de comparer l'effet de chaque type de polymère, individuellement et en combinaison, sur le comportement de l'injection de fluides, les propriétés de récupération du pétrole, et le phénomène synergique qui pourrait en résulter.

L'ajout du mucilage d'*Opuntia ficus-indica* au HPAM vise à exploiter l'effet synergique potentiel entre ces deux polymères, permettant ainsi d'améliorer la performance globale du système polymérique. Les essais ont permis de mesurer l'impact de cette synergie à l'amélioration du balayage du réservoir, et la capacité à mobiliser le pétrole résiduel. Cette approche comparative est essentielle pour déterminer les conditions optimales d'utilisation des polymères dans les opérations de récupération assistée du pétrole.

d) Analyse et collecte des données :

- Mesures et échantillonnage : Pour assurer une évaluation précise des performances des polymères et des processus de récupération, des mesures systématiques et des échantillonnages sont réalisés tout au long des phases expérimentales. Pendant chaque étape du processus de core flooding, des variables clés telles que la pression, le débit sont enregistrées avec une précision rigoureuse. Les capteurs de pression mesurent les différences de pression amont et aval pour évaluer les variations dans le système. Les débits sont suivis en continu pour analyser le flux des fluides à travers le milieu poreux.

Les données collectées fournissent des informations essentielles sur le comportement des fluides, l'interaction des polymères avec le milieu poreux, et l'efficacité globale des procédés de récupération. Ces informations sont ensuite utilisées pour comparer les résultats obtenus avec les objectifs expérimentaux et affiner les stratégies de récupération assistée du pétrole.

### **3.4.5 Microscopie Électronique à Balayage (MEB) et Spectroscopie Dispersive d'Énergie des Rayons X (EDX) des plugs avant et après injection**

Pour l'analyse MEB/EDX des plugs pétroliers avant et après les tests de core flooding, un protocole rigoureux est suivi. Les plugs sont d'abord soigneusement nettoyés afin d'éliminer toute contamination superficielle. Après les tests de core flooding, les plugs sont rapidement prélevés et préparés pour l'analyse afin de préserver les effets des fluides injectés. Ils sont ensuite découpés en lamelles fines à l'aide d'une scie spécialisée pour obtenir des sections transversales représentatives. Ces lamelles permettent une observation plus détaillée des structures internes et des modifications à différents niveaux [94].

Les échantillons sont ensuite séchés à l'air sec pour éliminer toute humidité résiduelle, qui pourrait interférer avec les résultats de l'analyse. Les lamelles préparées sont montées sur des supports appropriés pour l'analyse MEB. Une fine couche conductrice, telle que de l'or, est déposée sur les surfaces des lamelles pour améliorer la qualité des images et éviter les effets de charge. Le microscope électronique à balayage (MEB) est utilisé pour examiner les surfaces des lamelles à haute résolution, capturant des images détaillées des modifications topographiques et des caractéristiques de surface.

Pour compléter l'analyse, le système EDX, couplé au MEB, est employé pour identifier et quantifier les éléments chimiques présents dans les lamelles. Les spectres EDX fournissent des informations sur la composition chimique des dépôts et les changements résultant des fluides injectés.

### **3.4.6 Analyse DRX des plugs avant et après injection**

Les plugs sont d'abord soigneusement préparés en broyant les échantillons en une poudre fine. Cette étape permet de réduire les plugs à une granulométrie adaptée à l'analyse par diffraction des rayons X (DRX). Les échantillons broyés sont ensuite placés dans des porte-échantillons spécifiques pour l'analyse DRX [95].

L'analyse DRX est réalisée en deux phases distinctes. Dans un premier temps, les échantillons de plugs non traités, avant l'injection des fluides, sont analysés pour établir une référence de la structure cristalline originale. Cette analyse initiale permet de déterminer les caractéristiques minéralogiques des plugs dans leur état naturel.

Les diffractogrammes ainsi obtenus, à l'aide d'un diffractomètre à rayons X, sont interprétés. Les positions et les intensités des pics observés sont comparées aux fichiers de référence PDF-ICDD (Powder Diffraction File - International Center for Diffraction Data) pour l'identification des phases minéralogiques présentes.

Après les tests de core flooding et l'injection des fluides, les échantillons de plugs sont à nouveau broyés et analysés par DRX. Cette analyse post-injection permet d'observer les changements dans la structure cristalline des plugs induits par les fluides injectés. La comparaison entre les données de diffraction avant et après injection fournit des informations sur les modifications structurelles et minéralogiques des plugs.

***Chapitre 4 :***

***Résultats et discussion***

---

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats expérimentaux obtenus au cours de cette étude, accompagnés d'une analyse critique. L'objectif est d'examiner le comportement du HPAM, du mucilage extrait des cladodes d'*Opuntia ficus-indica*, ainsi que de leur combinaison, dans des conditions proches de celles des réservoirs pétroliers algériens. Les résultats sont structurés en plusieurs sections, incluant l'extraction et la caractérisation physico-chimique des polymères, l'évaluation de leurs propriétés rhéologiques et viscoélastiques, ainsi que l'étude des écoulements en milieu poreux. Ces analyses visent à apporter des éléments de compréhension sur l'efficacité des polymères dans les applications de récupération assistée du pétrole, en tenant compte de différentes conditions de température et de salinité, et sur leur potentiel pour améliorer la récupération dans les réservoirs pétroliers.

#### **4.1 Extraction de la poudre de mucilage**

Les polysaccharides hydrosolubles des cladodes d'*Opuntia ficus-indica* ont été extraits et purifiés par précipitation à l'éthanol. Le processus d'extraction a commencé par le nettoyage, l'épluchage, la découpe des cladodes. Après congélation, les morceaux ont été mélangés avec de l'eau distillée chauffée, puis homogénéisés. Le filtrat obtenu a été précipité avec de l'éthanol à 96 %, permettant la récupération du mucilage par filtration. Le mucilage a ensuite été séché à 60 °C et broyé en une poudre fine [96].

Le polyacrylamide partiellement hydrolysé, utilisé sous sa forme commerciale, a servi de polymère de référence dans cette étude. Ce polymère est largement reconnu dans le domaine de la récupération assistée du pétrole pour ses propriétés et son efficacité.

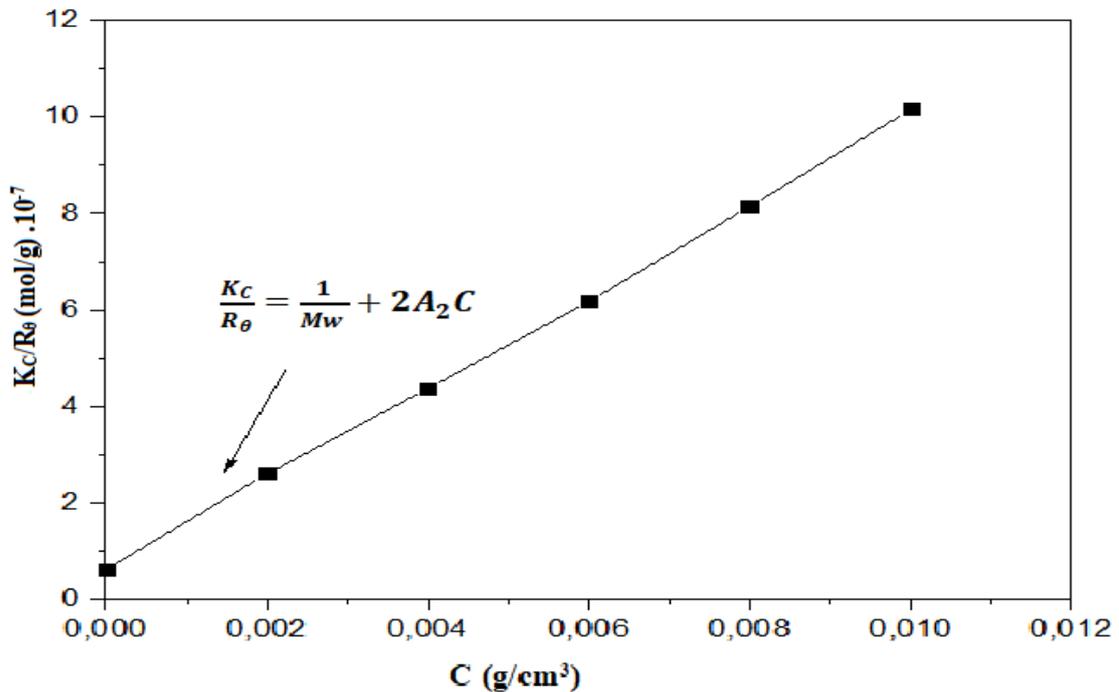
Pour évaluer l'effet combiné des deux polymères, nous avons préparé des mélanges d'HPAM et de mucilage d'*Opuntia ficus-indica*. Le but était d'exploiter les avantages complémentaires des deux polymères et d'améliorer les solutions utilisées dans les processus d'EOR, dans le but de comparer les propriétés physico-chimiques des solutions individuelles et combinées dans le contexte des applications de récupération du pétrole.

#### **4.2 Caractérisation Physico-Chimique**

##### **4.2.1 Analyse de la masse moléculaire du mucilage de Cladode *Opuntia ficus-indica***

La masse moléculaire en poids ( $M_w$ ) a été déterminée en mesurant les valeurs de  $K_C/R_0$  en fonction de la variation de la concentration du mucilage en solution, de 0,002 à 0,01 g/cm<sup>3</sup>. Comme illustré dans la Figure 4.1, la forme linéaire de la courbe expérimentale,  $K_C/R_0 = f(C)$ ,

a permis un ajustement par l'équation (3.1) décrite dans le chapitre matériel et méthodes en utilisant la méthode des moindres carrés.



**Figure 4.1.** Courbe expérimentale de  $K_c/R_\theta$  en fonction de la concentration de la solution du mucilage.

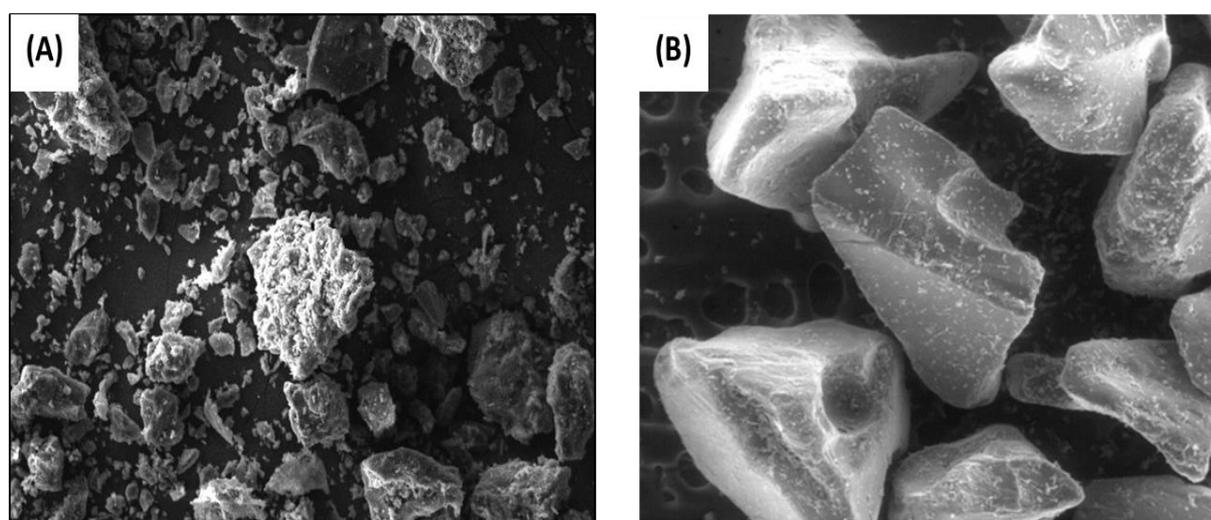
La masse moléculaire du mucilage de *Cladode Opuntia ficus-indica* algérien est égale à  $(1,6 \pm 0,5) \times 10^7$ , est conforme aux valeurs rapportées dans la littérature pour la même espèce en provenance d'Inde, de Colombie et de Chine. Certains auteurs [97-99], ont réalisé des analyses d'identification de cet extrait de cactus à l'aide d'HPLC et l'ont identifié avec succès comme des polysaccharides.

La valeur du coefficient virial  $A_2$  a été trouvée positive et est égale à  $(4,72 \pm 2,17) \times 10^5$ . Cela suggère que les chaînes macromoléculaires de l'extrait de *Cladode Opuntia ficus-indica* algérien sont hydrophiles car elles ont une bonne affinité pour l'eau en termes d'hydratation et développent donc des interactions répulsives en solution [100].

#### 4.2.2 Analyse SEM/EDX

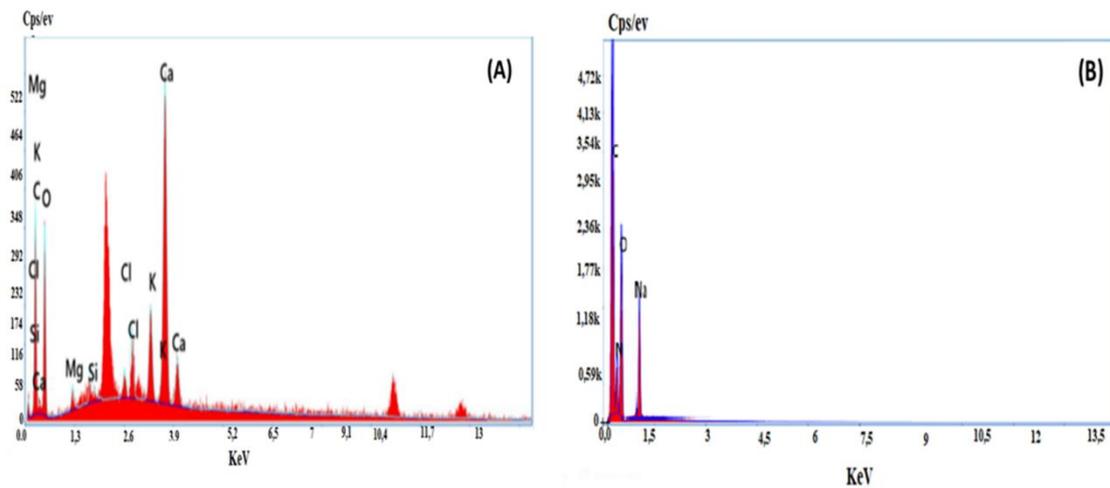
Les analyses couplées SEM/EDX ont été réalisées pour identifier la morphologie, la géométrie, la dispersité et la pureté de l'échantillon de poudre de mucilage de *Cladode Opuntia ficus-indica* et du HPAM synthétique.

Les résultats présentés dans la Figure 4.2.A révèlent que les particules de mucilage ont une forme irrégulière, sans aspect allongé. L'interface des particules présente un aspect marbré, agrémenté de fibres ondulées, et leur granulométrie est polydispersée, ce qui peut être attribué au processus de broyage utilisé pour obtenir la poudre après séchage. En revanche, le HPAM, figure 4.2.B, exhibe une morphologie régulière et lisse, caractéristique des polymères synthétiques. Cette uniformité morphologique favorise une distribution plus homogène des particules en solution, entraînant des interactions plus prévisibles avec les autres composants du système de récupération assistée du pétrole [101-105].



**Figure 4.2.** Morphologie SEM de (A) Mucilage et (B) HPAM, avec échelle de 100  $\mu\text{m}$ .

Les Figures 4.3 illustrent l'analyse EDX des éléments chimiques présents à la surface des particules. Les résultats associés à l'espèce Cladode *Opuntia ficus-indica*, représentés dans la Figure 4.3.A, révèlent la présence de silicium, carbone, potassium, chlore, magnésium, calcium et oxygène. Ces minéraux identifiés correspondent à ceux rapportés par certains auteurs [106-108], suggérant que la croissance de ces structures cristallines et leur composition en éléments chimiques pourraient être corrélées à l'âge de la plante. En revanche, pour le HPAM, la Figure 4.3.B indique la présence de carbone, oxygène, azote et sodium. Ces éléments sont caractéristiques de ce polymère synthétique. Leur présence prédominante reflète la structure chimique du HPAM, ce qui pourrait influencer ses propriétés viscoélastiques et sa performance dans les applications EOR [109-111].



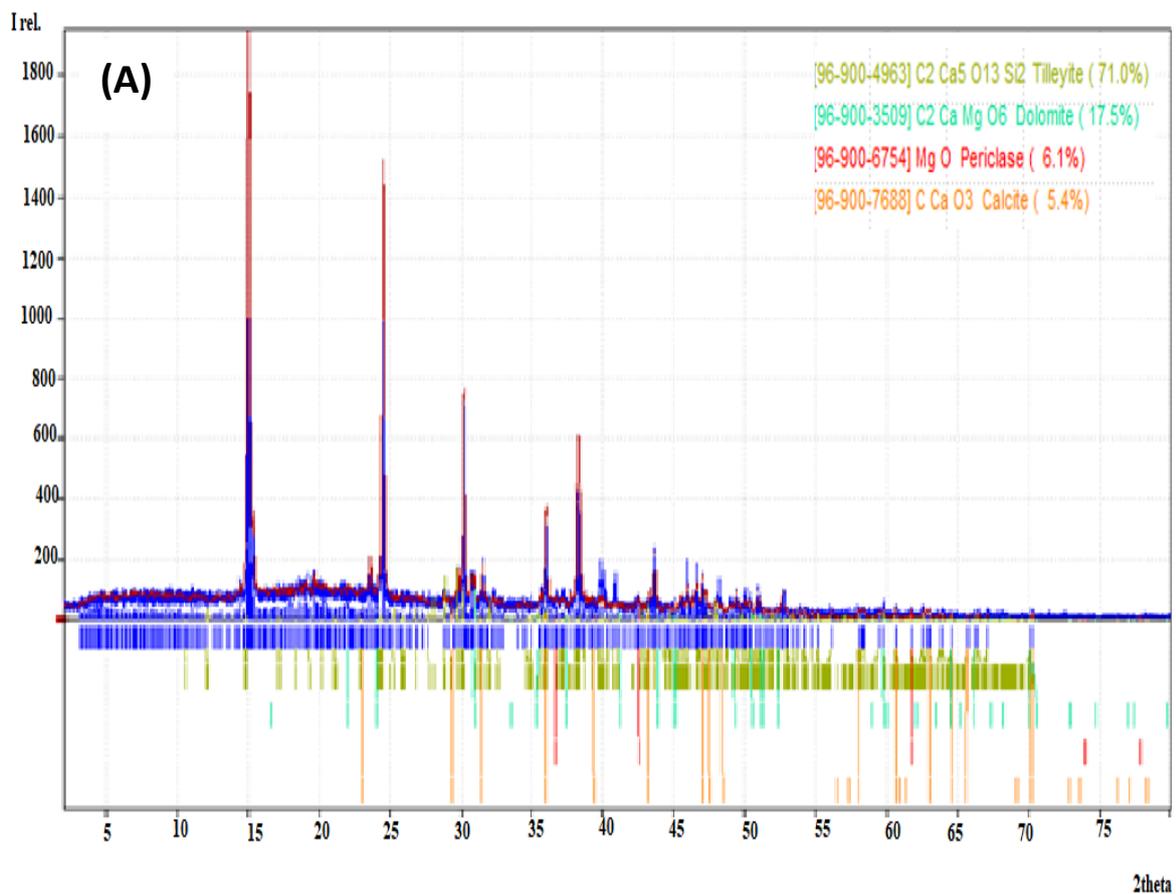
**Figure 4.3.** Image EDX de (A) Mucilage et (B) HPAM.

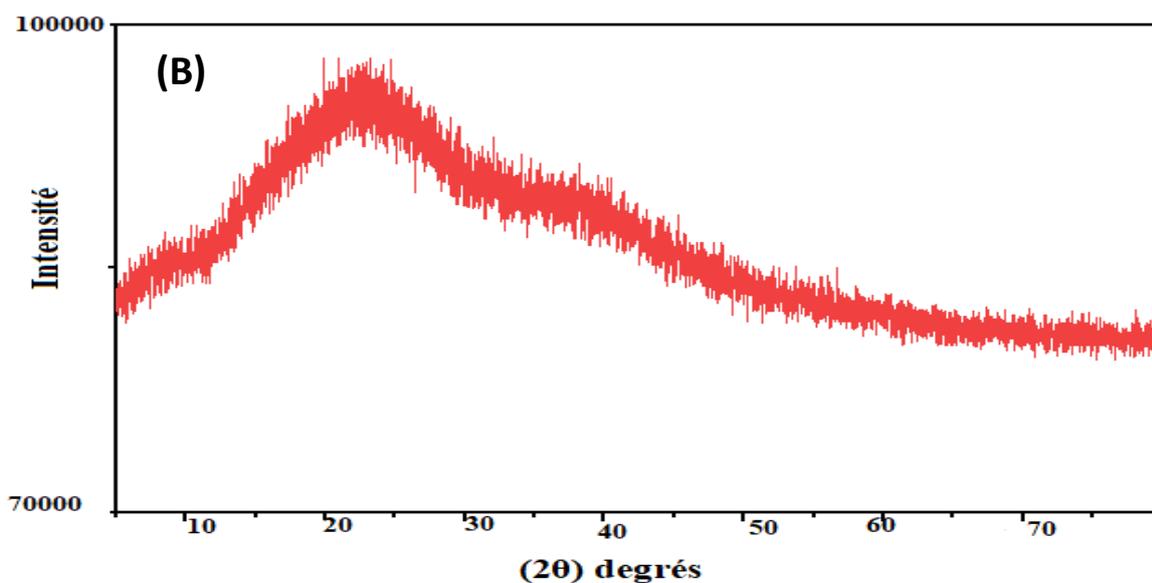
Les analyses SEM/EDX révèlent des différences significatives entre le mucilage d'*Opuntia ficus-indica* et le HPAM, aussi bien sur le plan morphologique que chimique. Ces différences pourraient permettre des interactions synergétiques intéressantes dans les applications EOR. Le mucilage, avec sa structure complexe, semble offrir un potentiel prometteur pour améliorer l'interaction avec les surfaces poreuses, tandis que le HPAM apporte la stabilité nécessaire à ses propriétés viscoélastiques. Cependant, bien que les propriétés viscoélastiques du mucilage aient été étudiées, leurs résultats n'ont pas encore été présentés à ce stade. Une fois ces résultats discutés, il sera possible d'évaluer pleinement l'intérêt de la combinaison des deux polymères pour améliorer l'efficacité des procédés de récupération assistée du pétrole.

#### 4.2.3 Analyse DRX

La diffraction des rayons X (DRX) a permis d'identifier à la fois des phases cristallines et amorphes dans les échantillons de mucilage extrait des cladodes d'*Opuntia ficus-indica* et du HPAM. Pour le mucilage, l'analyse effectuée avec le logiciel Match2 !, illustrée dans la Figure 4.4.A, a révélé une structure cristalline. Les composants identifiés incluent le carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ), le bicarbonate de calcium magnésium ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ), l'oxyde de magnésium ( $\text{MgO}$ ), chlorure de potassium ( $\text{KCl}$ ) et le dioxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ) sous forme de quartz. Ces résultats sont en accord avec la littérature et montrent que la présence de ces minéraux est influencée par divers facteurs tels que la composition du sol, l'emplacement géographique, les caractéristiques physico-chimiques de la matrice organique et l'âge de la plante. Ces observations sont également corroborées par les analyses SEM et EDS qui ont montré une distribution similaire des cristaux.

En revanche, le diffractogramme du HPAM (Figure 4.4.B) n'a révélé aucun pic de diffraction distinct, caractéristique des matériaux amorphes. La structure non cristalline du HPAM, typique des polymères amorphes, se manifeste par une absence de diffraction régulière due à l'organisation désordonnée des chaînes polymériques. Cette différence structurale entre le mucilage cristallin et le HPAM amorphe peut avoir des répercussions importantes sur leurs performances dans les applications de récupération assistée du pétrole. Tandis que le mucilage, avec ses composants minéralogiques, pourrait conférer des propriétés de stabilité ou de réactivité dans les environnements pétroliers, le HPAM, en tant que polymère amorphe, pourrait avoir des interactions et des performances différentes en fonction des conditions de récupération [98, 112-118].





**Figure 4.4.** Diffractogrammes de (A) Mucilage et (B) HPAM.

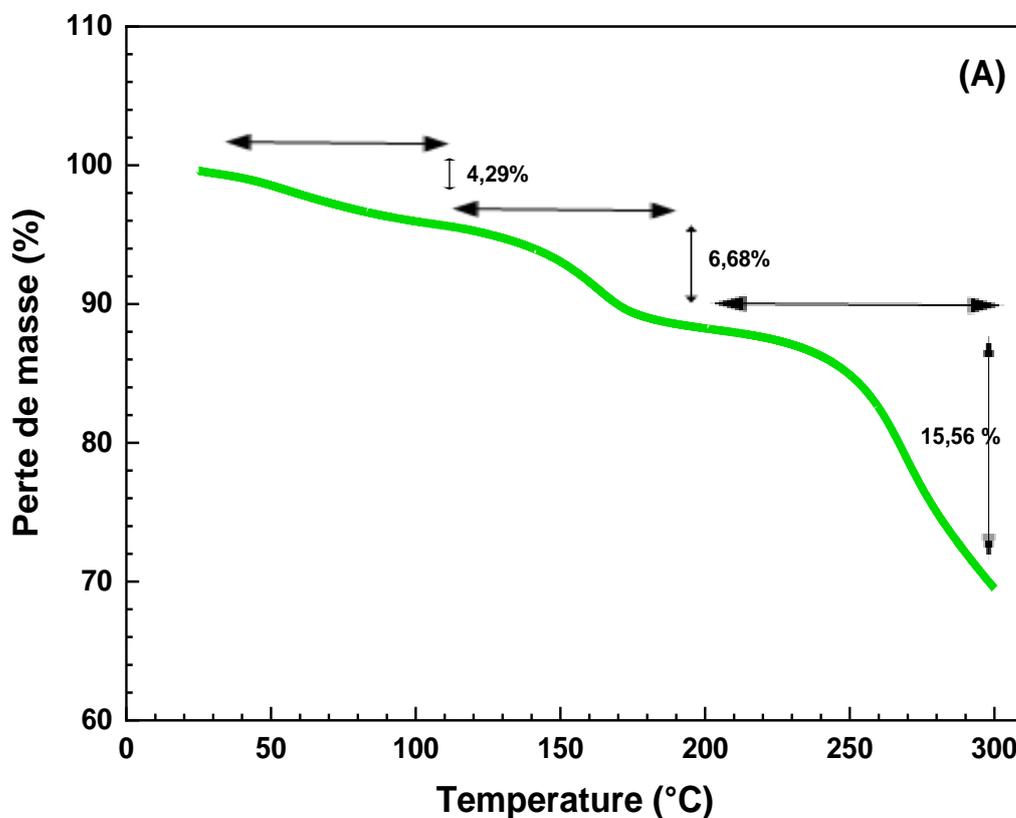
#### 4.2.4 Analyse ATG

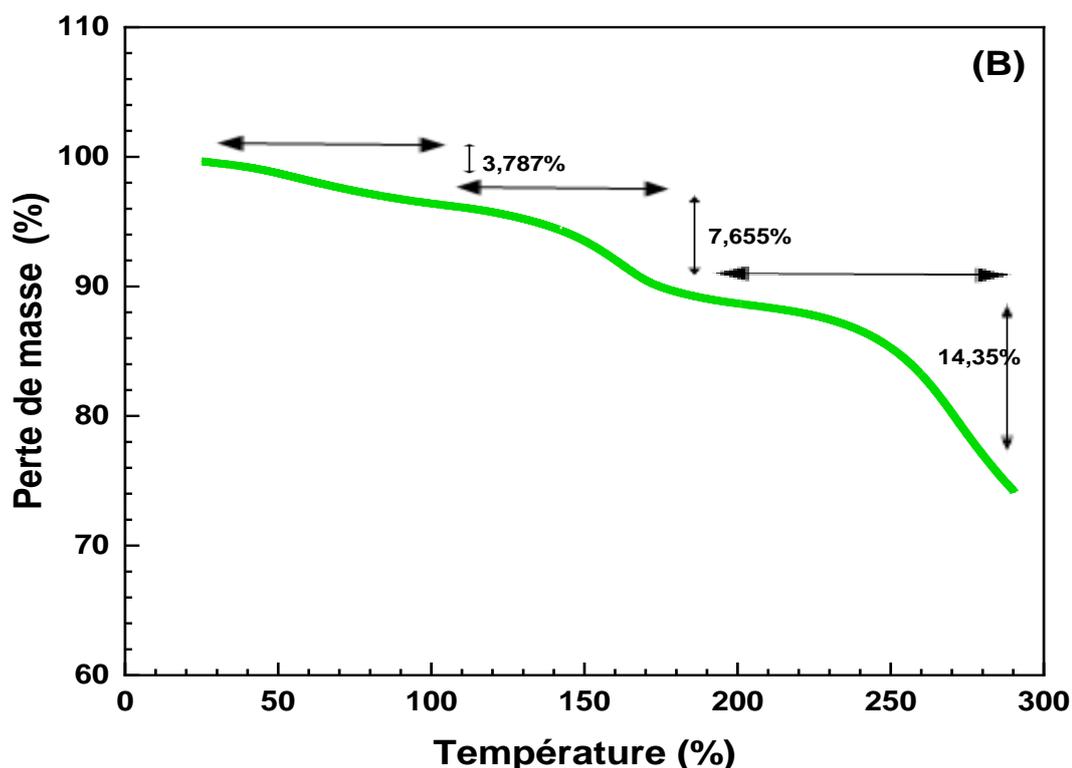
Le comportement dépendant de la température sont illustrés dans la Figure 4.5.A pour le mucilage des cladodes d'*Opuntia ficus-indica* et la Figure 4.5.B pour le HPAM. L'analyse thermogramme (ATG) révèle des zones distinctes de perte de poids à différentes températures, offrant ainsi un aperçu de la décomposition thermique des composants présents dans ces deux polymères [43, 119-122].

L'analyse thermogravimétrique (ATG) révèle que le mucilage d'*Opuntia ficus-indica* et le polyacrylamide partiellement hydrolysé présentent des comportements thermiques remarquablement similaires. Pour le mucilage, comme le montre la Figure 4.5-A, trois événements thermiques distincts se manifestent. Une première perte de poids de 3,787 % est notée à 100 °C, attribuée à l'évaporation endothermique de l'eau absorbée ou de l'humidité présente dans le polymère. Bien que mesurable, cette perte est considérée comme minimale et négligeable, notamment dans le contexte des températures des puits en Algérie, qui avoisinent 80 °C, soulignant ainsi les potentialités intéressantes du mucilage dans le cadre de la récupération assistée du pétrole. Ensuite, une deuxième perte de poids de 7,655 % est observée à 200 °C, indiquant une décomposition ou une perte d'éléments organiques. Ce comportement thermique est en accord avec des études antérieures, notamment celles de [69, 123, 124]. Le dernier phénomène, apparaissant à 290 °C, se traduit par une décomposition significative de 14,35 %, liée à la dégradation thermique de composants tels que des ruptures de chaîne dans les polysaccharides et la décomposition des pectines, ce qui indique une stabilité thermique de

l'extrait de mucilage. Ces résultats témoignent de la stabilité thermique de l'extrait de mucilage, renforçant son potentiel d'utilisation dans l'amélioration de la récupération du pétrole [48, 125-128].

Concernant le HPAM, analysé dans la Figure 4.5-B, on observe également trois événements thermiques clés : une perte de poids de 4,29 % à 100 °C, attribuée à l'évaporation de l'eau et de l'humidité absorbées ; une perte de poids de 6,68 % à 235 °C, correspondant à la décomposition d'éléments organiques ; et une dégradation thermique marquée de 15,56 % à 300 °C. Toutefois, cette dégradation significative ne peut pas être pleinement considérée dans le contexte des applications de récupération assistée du pétrole, car les températures dans les puits en Algérie ne dépassent pas 80 °C. Malgré les différences dans leur structure chimique, les deux polymères montrent un comportement thermique équivalent dans les plages de température examinées, ce qui pourrait avoir des implications importantes pour leur utilisation combinée dans des applications de récupération assistée du pétrole.





**Figure 4.5.** ATG de (A) Mucilage et (B) HPAM.

#### 4.2.5 Analyse IFTR

L'analyse IFTR des échantillons de mucilage d'*Opuntia ficus-indica*, du HPAM, et de leur mélange a été effectuée pour identifier les groupes fonctionnels présents et comparer leurs structures chimiques respectives. Les spectres IFTR obtenus fournissent des informations sur les caractéristiques chimiques des polymères individuels ainsi que du mélange.

Les Figures 4.6 et 4.7 présentent les spectres IFTR du HPAM et du mucilage dans une plage de transmittance entre 0,8 et 1 (spectre zoomé). Les spectres identiques sont également présentés en présence de leur mélange dans une plage de transmittance entre 0,4 et 1.

La figure 4.6 montre que le spectre IFTR du HPAM (H) révèle des vibrations d'allongement N-H entre 3329 et 3176  $\text{cm}^{-1}$  et des déformations et vibrations C-H à 2937  $\text{cm}^{-1}$  et 1656  $\text{cm}^{-1}$ , respectivement, liées aux groupes fonctionnels C=O. Les pics à 1319–1114  $\text{cm}^{-1}$  sont associés aux vibrations d'allongement C-O.

Pour le spectre de mucilage (M), une bande entre 3000 et 3500  $\text{cm}^{-1}$  correspond au groupe fonctionnel (-OH). Des pics de vibrations d'allongement de liaisons C-H sont observés entre

2800 et 3000  $\text{cm}^{-1}$ . Des pics intenses à 1613  $\text{cm}^{-1}$  et autour de 1314  $\text{cm}^{-1}$  correspondent aux vibrations d'allongement et de déformation C=O et C-O. Les bandes identifiées entre 1038 et 773  $\text{cm}^{-1}$  correspondent aux vibrations de stretching du groupe (Si-O-Si).

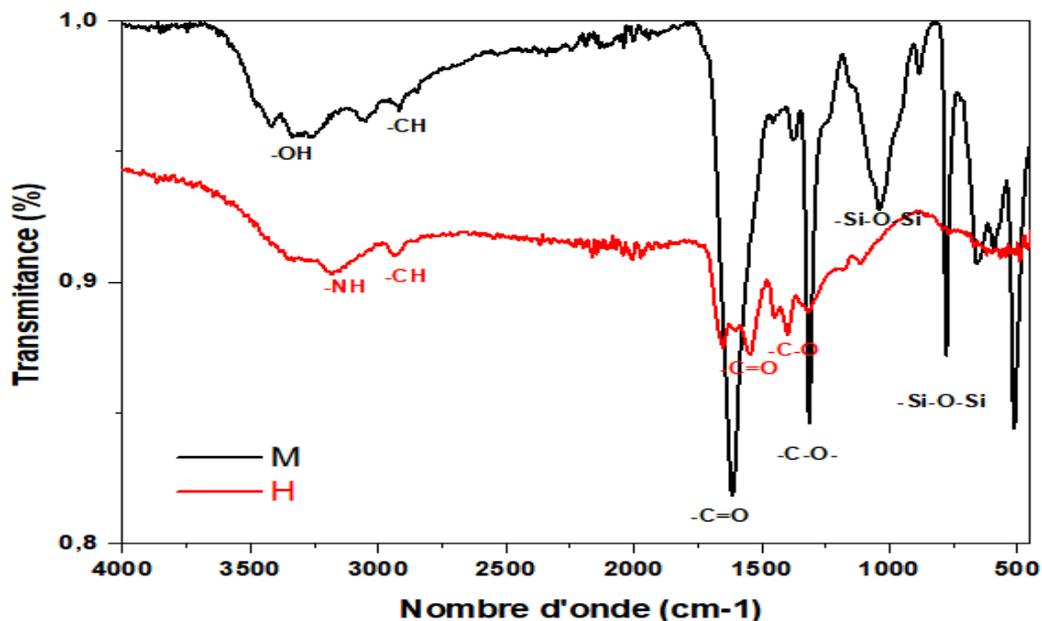


Figure 4.6. Spectroscopie IFTR des solutions de HPAM (H) et de mucilage (M).

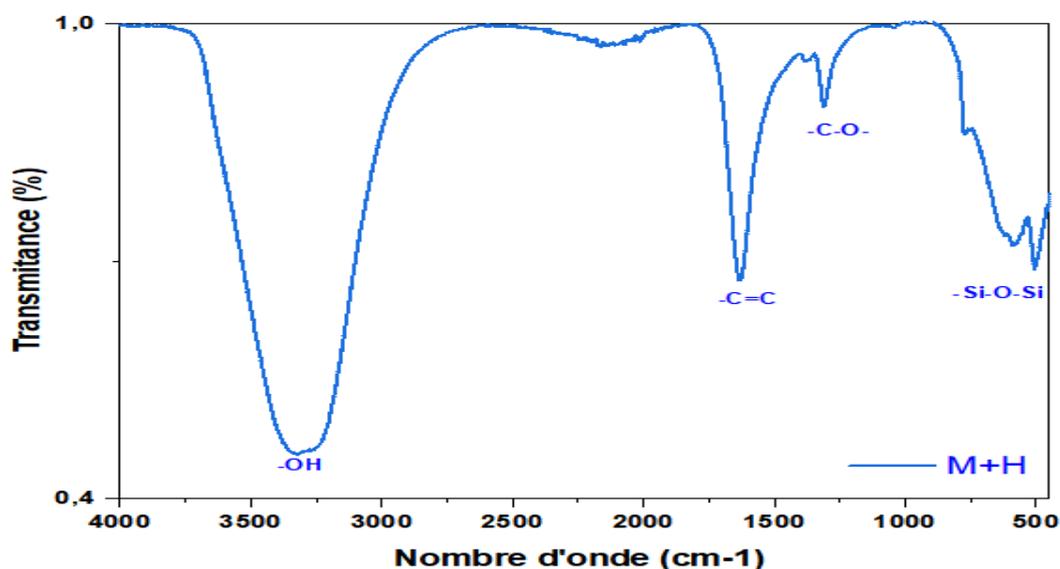


Figure 4.7. Spectroscopie IFTR de HPAM/mucilage (H+M).

Le spectre IFTR du mélange HPAM/mucilage, présenté dans la Figure 4.7, met en évidence des interactions intermoléculaires significatives qui influencent les propriétés rhéologiques du système. La bande large et intense entre 3000 et 3500  $\text{cm}^{-1}$ , correspondant aux vibrations

d'allongement des liaisons O-H, indique la formation de ponts hydrogène intermoléculaires entre le HPAM et le mucilage. Ces interactions modifient la structure chimique globale du mélange, comme le montrent les décalages et l'apparition de pics spécifiques, notamment à  $1631\text{ cm}^{-1}$  (stretching du groupe -OH),  $1379\text{ cm}^{-1}$  (flexion du groupe C=C), et  $778\text{ cm}^{-1}$  (stretching du groupe Si-O-Si) [129-133].

En conclusion, l'analyse IFTR des polymères individuels (HPAM et mucilage) et de leur mélange révèle comment leurs caractéristiques chimiques distinctes interagissent au sein du mélange. Cette interaction, notamment la formation de ponts hydrogène entre les groupes fonctionnels, influence les propriétés rhéologiques du système. Cette combinaison chimique ouvre des perspectives intéressantes pour des applications spécifiques, notamment dans le domaine de la récupération assistée du pétrole

#### 4.2.6 Potentiel zêta

L'analyse du potentiel zêta a été réalisée pour évaluer la stabilité des solutions de mucilage d'*Opuntia ficus-indica* et du HPAM [134]. Les mesures ont révélé des informations essentielles sur la charge de surface des particules et leur tendance à se disperser ou à s'agréger.

La concentration choisie pour les deux polymères est de 800 ppm, et les valeurs mesurées de leur potentiel zêta ( $\xi$ ) sont présentées dans le Tableau 4.1.

**Tableau 4.1.** Valeurs du potentiel zêta pour le HPAM et le mucilage dans l'eau distillée (DW) et l'eau saumâtre (SW).

Moyenne du potentiel zêta (mV)	DW	SW
HPAM	$-53 \pm 3.1$	$-30 \pm 5.2$
Mucilage	$-60 \pm 4.5$	$-45 \pm 7.1$

Il est évident que le HPAM et le mucilage, lorsqu'ils sont en solution dans l'eau distillée, présentent des caractéristiques anioniques, comme en témoignent leurs valeurs de potentiel zêta relativement élevées, qui sont négatives et dépassent les seuils de  $-30\text{ mV}$ . Ces valeurs indiquent des interactions de répulsion électrostatique. En revanche, lorsque l'eau distillée est remplacée par de l'eau saumâtre, les valeurs du potentiel zêta deviennent moins significatives. Cela suggère que les contre-ions cationiques dans l'eau saumâtre ont un effet de criblage sur les charges anioniques des deux espèces en solution, entraînant une compression de la double

couche électrique et une réduction du potentiel zêta  $\xi$ . Cependant, cette diminution des valeurs du potentiel zêta n'est pas suffisante pour générer un repliement total des macromolécules par effet d'attraction de Van der Waals [60, 135-137].

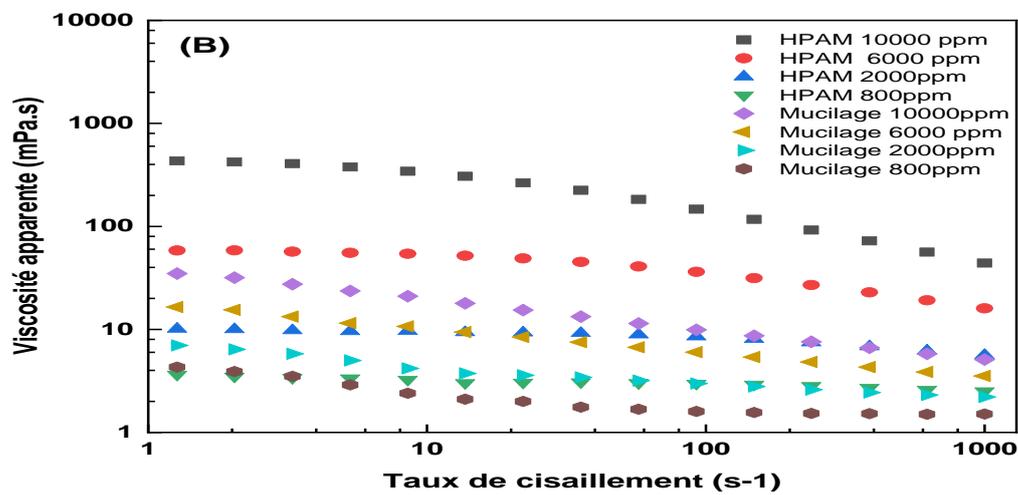
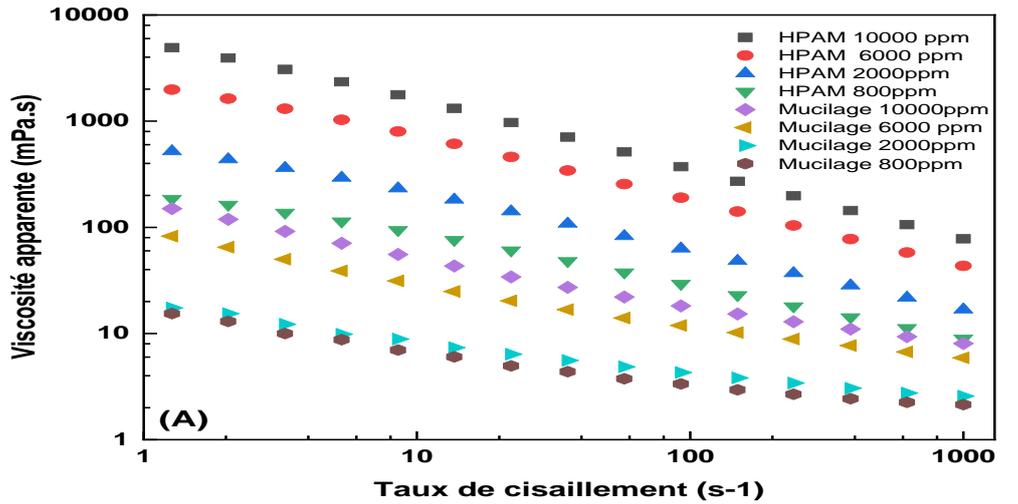
### **4.3 Rhéologie des solutions de polymère**

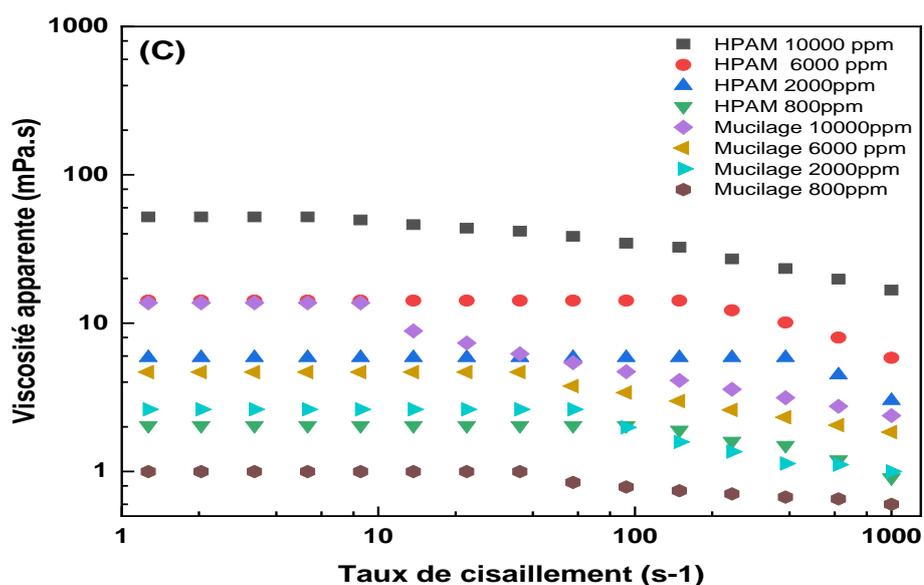
Les études rhéologiques et viscoélastiques sont essentielles pour comprendre le comportement des solutions de polymères dans des conditions proches de celles rencontrées dans les applications industrielles, telles que la récupération assistée du pétrole. Ces analyses fournissent des informations cruciales sur la manière dont les polymères, notamment le mucilage d'*Opuntia ficus-indica*, le HPAM et leurs mélange, interagissent et se comportent sous différentes conditions de température et de salinité. En outre, l'étude du mélange des deux polymères permet d'évaluer l'effet synergique potentiel de leur combinaison sur les propriétés viscoélastiques et rhéologiques. Cela est particulièrement important pour déterminer si le mélange améliore les performances des solutions dans les applications EOR en tirant parti des avantages individuels de chaque polymère et en optimisant leurs interactions pour des conditions spécifiques.

Pour évaluer les propriétés rhéologiques et viscoélastiques des solutions, nous avons réalisé des tests à différentes concentrations de HPAM et de mucilage d'*Opuntia ficus-indica* dans une saumure à 0,3 % de NaCl, afin d'étudier l'effet de la salinité et de la température sur leur comportement. Cette concentration de faible salinité a été choisie car, lors de la récupération assistée du pétrole, une faible salinité est souvent utilisée dans les formulations ASP (Alcalins, Surfactants, Polymères) pour éviter les problèmes de gonflement des argiles dans les réservoirs [138]. Les tests ont permis d'observer comment chaque polymère se comportait individuellement sous ces conditions. Par la suite, nous avons préparé des mélanges des deux polymères pour déterminer si le mélange pouvait reproduire les caractéristiques rhéologiques du HPAM seul, dans le but d'évaluer l'effet synergique de la combinaison des polymères. Cette approche vise à optimiser l'utilisation du HPAM en minimisant sa consommation tout en tirant parti des propriétés du mucilage. De plus, une étude viscoélastique a été effectuée pour analyser la réponse des solutions aux contraintes appliquées, fournissant des informations supplémentaires sur leur comportement. Enfin, nous avons ciblé la concentration optimale des polymères à utiliser dans une saumure à 2 % de NaCl, représentant la salinité typique des réservoirs algériens, afin d'identifier les conditions les plus efficaces pour les applications de récupération assistée du pétrole.

### 4.3.1 Test d'écoulement des solutions HPAM, Cladode opuntia ficus-indica et leurs mélanges

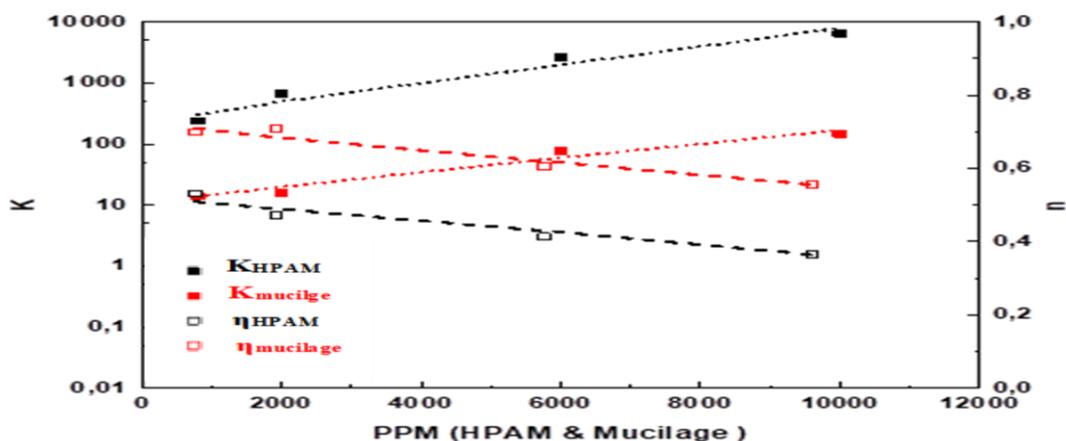
Le comportement rhéologique sous un taux de cisaillement variable des solutions de HPAM et de mucilage dans l'eau distillée (DW) à 25 °C et dans de l'eau saumâtre synthétique (SW) analysées à 25 et 80 °C est illustré dans la Figure 4.8 -A, B et C.





**Figure 4.8.** Courbes d'écoulement des solutions d'HPAM et de Mucilage en fonction de leur concentration et du milieu de dissolution (A : DW 25°C, B : SW 25°C et C : SW 80°C).

Les courbes d'écoulement des solutions de HPAM et de mucilage en milieu DW (Figure 4.8.A) sont toutes linéaires sur une échelle double logarithmique. Cela suggère un comportement obéissant à la loi de puissance d'Ostwald, expliquant la sensibilité de la viscosité apparente des solutions au cisaillement. Les valeurs du coefficient de détermination  $R^2$  sont toutes proches de 1, et les variations des paramètres d'Ostwald, l'indice de consistance ( $K$ ) et l'indice de structure ( $n$ ), en fonction de la concentration des deux polymères sont montrées dans la Figure 4.9.



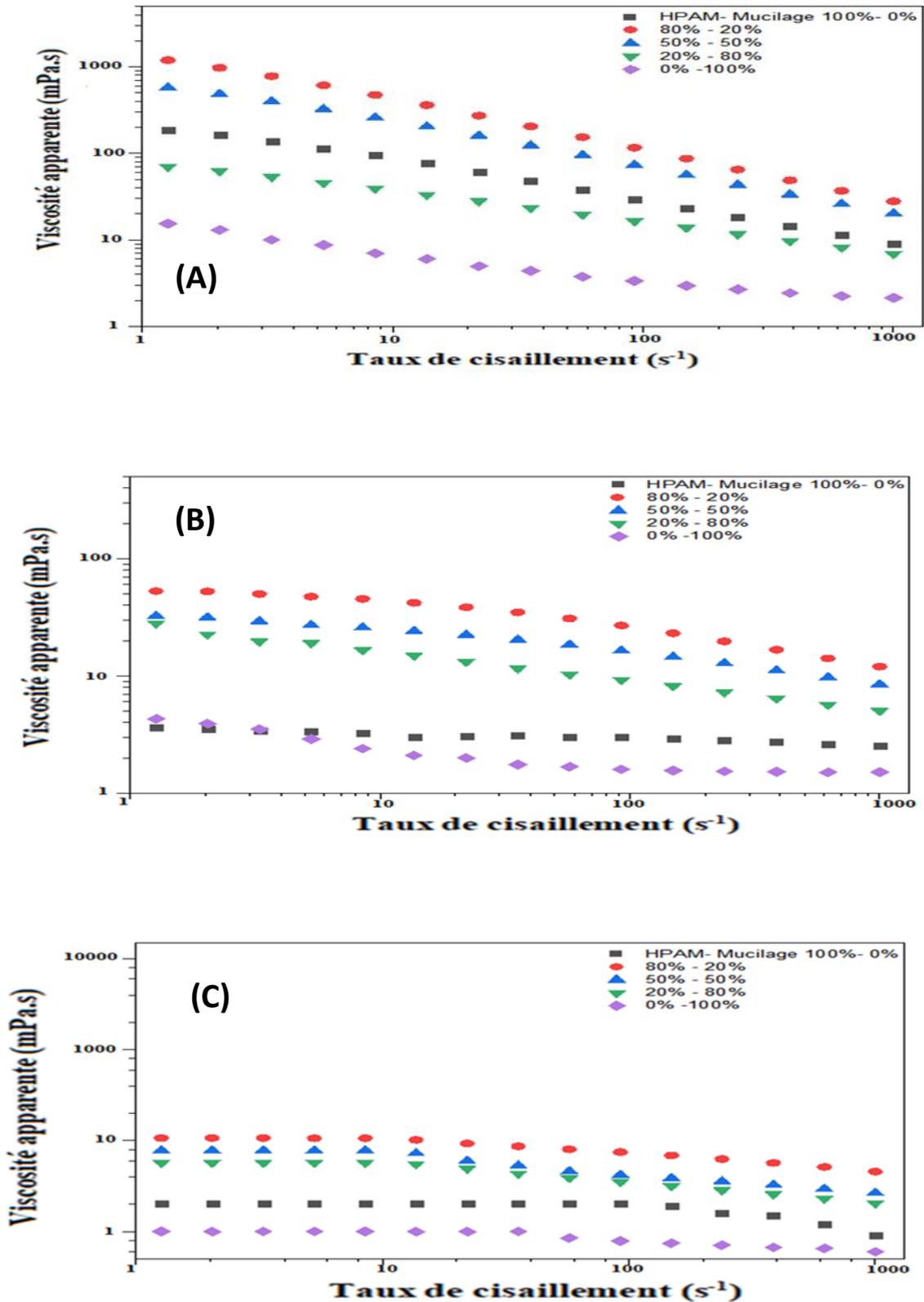
**Figure 4.9.** Variation des paramètres caractéristiques d'Ostwald en fonction de la concentration des deux polymères.

Les solutions de HPAM présentent une consistance plus élevée que celles de mucilage. Les valeurs de l'indice de structure diminuent avec l'augmentation de la concentration pour les deux polymères, suivant une tendance similaire. Il est à noter que les valeurs de  $n$  sont toutes inférieures à 0,7, ce qui indique une déviation significative par rapport au comportement newtonien (pour  $n = 1$ , le comportement est newtonien). Ainsi, les viscosités apparentes de toutes les solutions sont sensibles au cisaillement, ce qui leur confère un comportement rhéofluidifiant, facilitant leur injection.

Dans le milieu SW à 25 °C (Figure 4.8.B), les courbes d'écoulement des solutions de HPAM montrent une première région newtonienne à faible cisaillement, suivie d'un comportement rhéofluidifiant à cisaillement intermédiaire, puis d'une deuxième région newtonienne à fort cisaillement. La chute de viscosité entre le faible et le fort cisaillement reste insignifiante, indiquant ainsi un comportement quasi-newtonien. Les courbes d'écoulement du mucilage dans SW à 25 °C présentent un comportement linéaire pour certaines concentrations, tandis qu'un comportement structurel avec deux régions newtoniennes est observé pour d'autres. La baisse de viscosité étant négligeable, cela se traduit également par un comportement quasi-newtonien. Avec une augmentation de la température jusqu'à 80 °C, toutes les courbes d'écoulement des solutions de HPAM et de mucilage adoptent un comportement structurel newtonien à deux régions, avec une diminution négligeable de la viscosité sous l'effet du cisaillement [60, 135-137, 139-145].

Les Figures 4.10-A, B et C illustrent les courbes d'écoulement des mélanges de HPAM et de mucilage, dont la concentration totale est de 800 ppm, représentant 100 % de la somme des concentrations des deux polymères. Ainsi, les courbes d'écoulement reflètent la variation des proportions de chaque espèce polymérique, tout en maintenant leur somme constante à 100 %, équivalente à 800ppm.

Dans le milieu DW à 25 °C, l'ajout de 20 % de mucilage au HPAM a permis d'augmenter la viscosité de dix fois par rapport à l'utilisation du HPAM seul à 800 ppm, où le HPAM représentait 80 % de la solution. Dans le milieu SW à 25 °C, les courbes d'écoulement des mélanges présentent généralement un comportement quasi-newtonien, avec un effet synergique du mucilage sur le HPAM, entraînant une augmentation de la viscosité sur une décade lorsque le mucilage est incorporé à 20 %. À 80 °C, bien que l'ajout de mucilage améliore les viscosités, celles-ci diminuent d'une décade, même avec une substitution partielle à 20 %. La courbe d'écoulement demeure quasi-newtonienne, affichant une viscosité de 10 mPa.s.



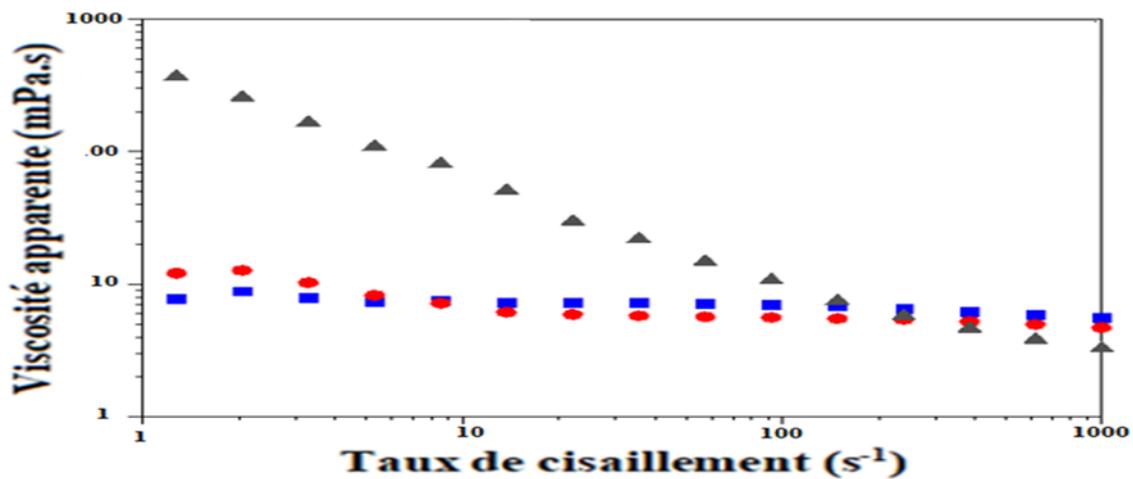
**Figure 4.10.** Courbes d'écoulements des solutions de mélange d'HPAM et de Mucilage en fonction du milieu de dissolution, A : DW 25°C, B : SW 25°C et C : SW 80°C.

$$(C_{HPAM} + C_{Mucilage} = 800 \text{ ppm}).$$

Cette étude vise à évaluer l'utilisation des polymères dans des conditions réelles de récupération assistée du pétrole. Pour ce faire, nous avons choisi d'adopter une concentration totale de 10 000 ppm pour les polymères, soit 8 000 ppm de HPAM et 2 000 ppm de mucilage. Cette formulation permet de mettre en lumière les effets synergétiques entre le HPAM et le mucilage, tout en comparant les propriétés viscoélastiques du mélange à celles des solutions de polymères seuls à des concentrations plus faibles.

Bien que des études antérieures aient exploré les effets de concentrations plus faibles à 0,3 % de salinité, l'adoption d'une concentration de 10 000 ppm dans une saumure à 2 % de NaCl permet une évaluation plus exhaustive de la synergie entre les polymères dans des environnements de haute salinité, caractéristiques des réservoirs algériens. Ce choix stratégique est crucial pour déterminer la formulation optimale, susceptible d'apporter des avantages substantiels en termes de viscosité et d'efficacité dans des conditions réelles de terrain.

La Figure 4.11 montre la courbe d'écoulement pour le HPAM, mucilage et leur mélange avec une concentration totale de 10 000ppm dans une saumure de 2% en NaCl à SW 80°C



**Figure 4.11.** Courbes d'écoulement des solutions d'HPAM en bleu, Mucilage en rouge et de leurs mélanges en noir ( SW:2% NaCl et T :80°C).

$$(C_{HPAM} + C_{Mucilage} = 10\,000\text{ ppm}).$$

À une salinité de 2 % en NaCl, nous avons observé une diminution significative de la viscosité des solutions individuelles de HPAM et de mucilage. Plus précisément, la viscosité du HPAM a chuté de 90 mPa·s à 10 mPa·s, tandis que celle du mucilage est passée de 20 mPa.s à 10 mPa.s. Cependant, lorsque nous avons mélangé ces deux polymères dans une proportion de

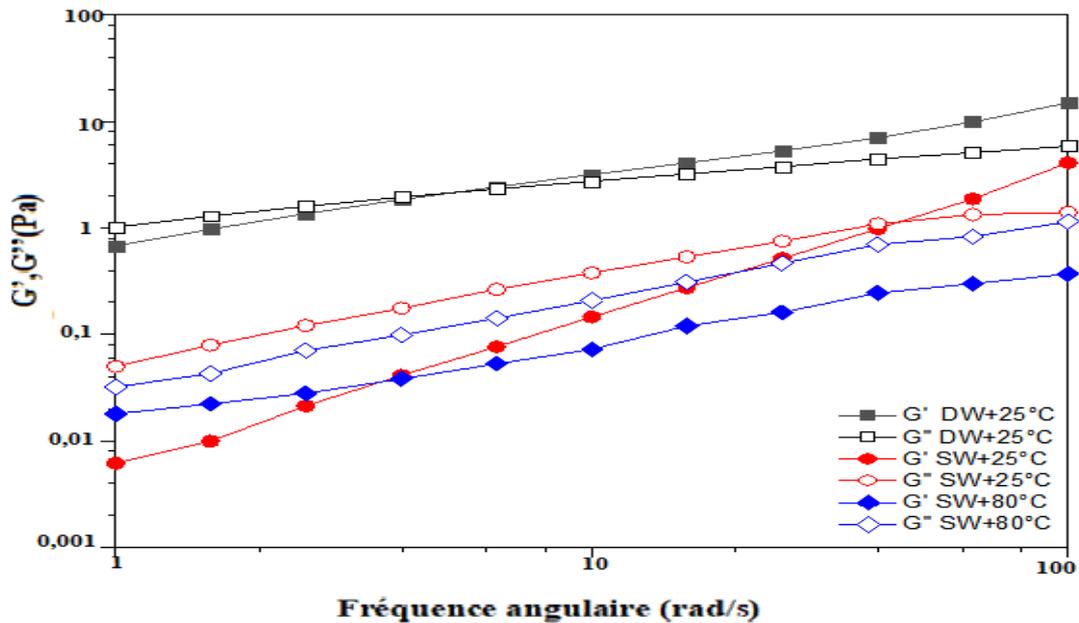
80 % de HPAM et 20 % de mucilage, la viscosité du mélange a considérablement augmenté pour atteindre 400 mPa.s. Cette augmentation notable de la viscosité suggère un effet synergique entre les deux polymères .

Bien que la viscosité des solutions individuelles diminue fortement en présence de haute salinité, le mélange présente des caractéristiques rhéologiques améliorées. Ce comportement peut être attribué à des interactions spécifiques entre le HPAM et le mucilage, qui, ensemble, créent une structure plus stable et visqueuse. Ce résultat est particulièrement pertinent pour les applications de récupération assistée du pétrole, car il indique que le mélange de HPAM et de mucilage pourrait offrir des avantages significatifs en termes de viscosité dans des conditions de haute salinité, réduisant potentiellement la quantité de HPAM nécessaire tout en maintenant des propriétés rhéologiques adaptées aux environnements des réservoirs.

#### **4.3.2 Test viscoélastique des solutions HPAM, Cladode opuntia ficus-indica et leurs mélanges**

L'augmentation de la récupération de pétrole grâce à l'utilisation de fluides viscoélastiques est attribuée à l'expansion et à la contraction du fluide lors de son passage à travers le milieu poreux. Ce fluide présente des propriétés visqueuses lorsqu'il s'écoule à travers un capillaire et des propriétés élastiques lorsqu'il est étiré et contracté à travers une rainure poreuse. Ce phénomène modifie les forces (capillaires et visqueuses) qui retiennent le pétrole et induit le déplacement d'une partie du pétrole résiduel par un effet de ventouse.

Le test de balayage de fréquence est réalisé sur un mélange de polymère, avec des proportions de 80 % pour l'HPAM et de 20 % pour le mucilage. Le test de fréquence dans le régime oscillatoire aborde deux questions. Premièrement, il évalue l'élasticité de la solution de mélange de polymères, cruciale pour surmonter les forces capillaires et visqueuses qui emprisonnent les huiles dans les pores.



**Figure 4.12.** Modules de stockage et de perte en fonction de la fréquence du mélange de HPAM/Mucilage dans DW à 25 °C, SW à 25 °C et SW à 80 °C.

Lorsqu'une solution de polymère s'écoule dans des canaux rocheux contenant des pores d'huile, son comportement liquide viscoélastique lui permet un écoulement aisé et favorise le développement de contraintes normales près des pores, facilitant ainsi l'extraction du pétrole par effet de ventouse. À l'inverse, si la solution adopte un comportement solide viscoélastique, bien que des contraintes normales soient également générées, l'écoulement devient difficile. Cela limite l'efficacité de l'extraction, car le comportement solide entrave le mouvement fluide nécessaire pour mobiliser le pétrole piégé.

La Figure 4.12 illustre l'évolution des modules de stockage  $G'$  et de perte  $G''$  en fonction de la diminution de la fréquence. Les analyses sont effectuées à partir d'échantillons du mélange mucilage/HPAM en solution dans un environnement d'eau distillée (DW) à 25 °C, ainsi que dans des conditions d'eau de saumure (SW) à 25 °C et 80 °C. Lorsque la fréquence diminue en dessous d'une certaine valeur, le comportement de la solution de mélange mucilage/HPAM passe d'un état solide viscoélastique à un état liquide viscoélastique. Ce comportement viscoélastique, particulièrement pertinent à faible fréquence, est essentiel pour l'écoulement du mélange dans les canaux rocheux, où la fréquence associée à ces conditions d'écoulement est quasiment nulle. En plus, pour l'eau de saumure à 80°C, ce comportement liquide viscoélastique est maintenu sur toute la plage de fréquences analysée, ce qui constitue un avantage significatif dans le cadre de la récupération assistée du pétrole. Un tel comportement favorise un

écoulement aisé, permettant le développement de contraintes normales qui facilitent l'extraction du pétrole des pores contenant des huiles [100, 146-153].

#### 4.4 Caractérisation de l'écoulement des fluides dans un milieu poreux

L'étude des fluides dans les réservoirs pétroliers est essentielle pour optimiser les méthodes de récupération assistée du pétrole. Dans ce contexte, la caractérisation des plugs extraits des carottes pétrolières représente une étape cruciale. Cette caractérisation s'appuie sur une variété de méthodes analytiques, telles que la résonance magnétique nucléaire (RMN), la microscopie électronique à balayage couplée à la spectrométrie de dispersion d'énergie des rayons X (MEB/EDX) et la diffraction des rayons X (DRX). Après avoir évalué les propriétés des plugs, nous avons étudié l'interaction des fluides, en particulier les solutions de HPAM et le mucilage d'*Opuntia ficus-indica*, avec les structures poreuses des réservoirs. Pour simuler les conditions réelles des réservoirs, des tests de core flooding ont été réalisés, reproduisant les températures, pressions et salinités typiques. Les résultats de ces investigations fourniront des informations cruciales sur les interactions entre les fluides et les matrices poreuses, éclairant ainsi leur impact sur l'optimisation des solutions visant à améliorer la récupération du pétrole [154].

##### 4.4.1 Analyse Pétro-physique des plugs

###### a) Sélection et vérification des plugs

Les plugs extraits des carottes pétrolières ont été soigneusement mesurés pour assurer leur conformité avec les exigences expérimentales (Tableau 4.2). Les dimensions, telles que la longueur, le diamètre et la masse, ont été enregistrées avec précision à l'aide d'un pied à coulisse numérique, d'un micromètre, et d'une balance de précision. Les mesures ont été répétées trois fois pour chaque plug afin de garantir la fiabilité des données. Le tableau suivant présente les valeurs moyennes et les écarts-types des mesures effectuées sur chaque plug.

**Tableau 4.2.** Mesures physiques des plugs extraits des carottes pétrolières.

Plug N°	11	12	13
Diamètre (cm)	2,55	2,545	2,548
Longueur (cm)	4,245	4,247	4,264
Mass (g)	47,27	47,16	47,05

### b) Dessiccation et saturation à la saumure

Les plugs ont été déséchés puis saturés avec une solution de saumure à 20 g/L de NaCl. Le poids des plugs a été mesuré avant et après saturation pour déterminer le pourcentage de saturation. Les résultats détaillés sont présentés dans le Tableau 4.3.

**Tableau 4.3.** Mesures de poids et pourcentage de saturation des plugs.

Plug N°	11	12	13
Masse avant saturation (g)	47,27	47,16	47,05
Masse après saturation (g)	50,66	50,54	50,52
PV	3,32	3,32	3,44

### c) Désaturation par centrifugation

Après saturation, les plugs ont été centrifugés à 6500 tours par minute pendant 24 heures pour éliminer l'excès de liquide. Les variations de poids dues à la désaturation ainsi que le volume résiduel de saumure ont été mesurés. Les résultats sont résumés dans le Tableau 4.4.

**Tableau 4.4 .**Poids des plugs après centrifugation et volume résiduel de saumure.

Plug N°	11	12	13
Masse après saturation (g)	47,96	47,69	47,58
Volume de la saumure prélevé après centrifugation (mL)	2,4	2,6	2,4

### d) Calcul de la saturation après centrifugation

La saturation des plugs a été déterminée en comparant la masse immergée des plugs (100% saturation) à leur masse après centrifugation. Les calculs ont révélé une saturation uniforme de 94% pour les trois plugs, indiquant une cohérence dans les caractéristiques pétrophysiques. Ces résultats, présentés dans le Tableau 4.5, assurent une base solide pour les expérimentations ultérieures, garantissant la fiabilité des données et la compréhension des interactions entre les plugs et les fluides saturants.

**Tableau 4.5.** Saturation des plugs après centrifugation.

<b>Plug N°</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>
Saturation %	94	94	94

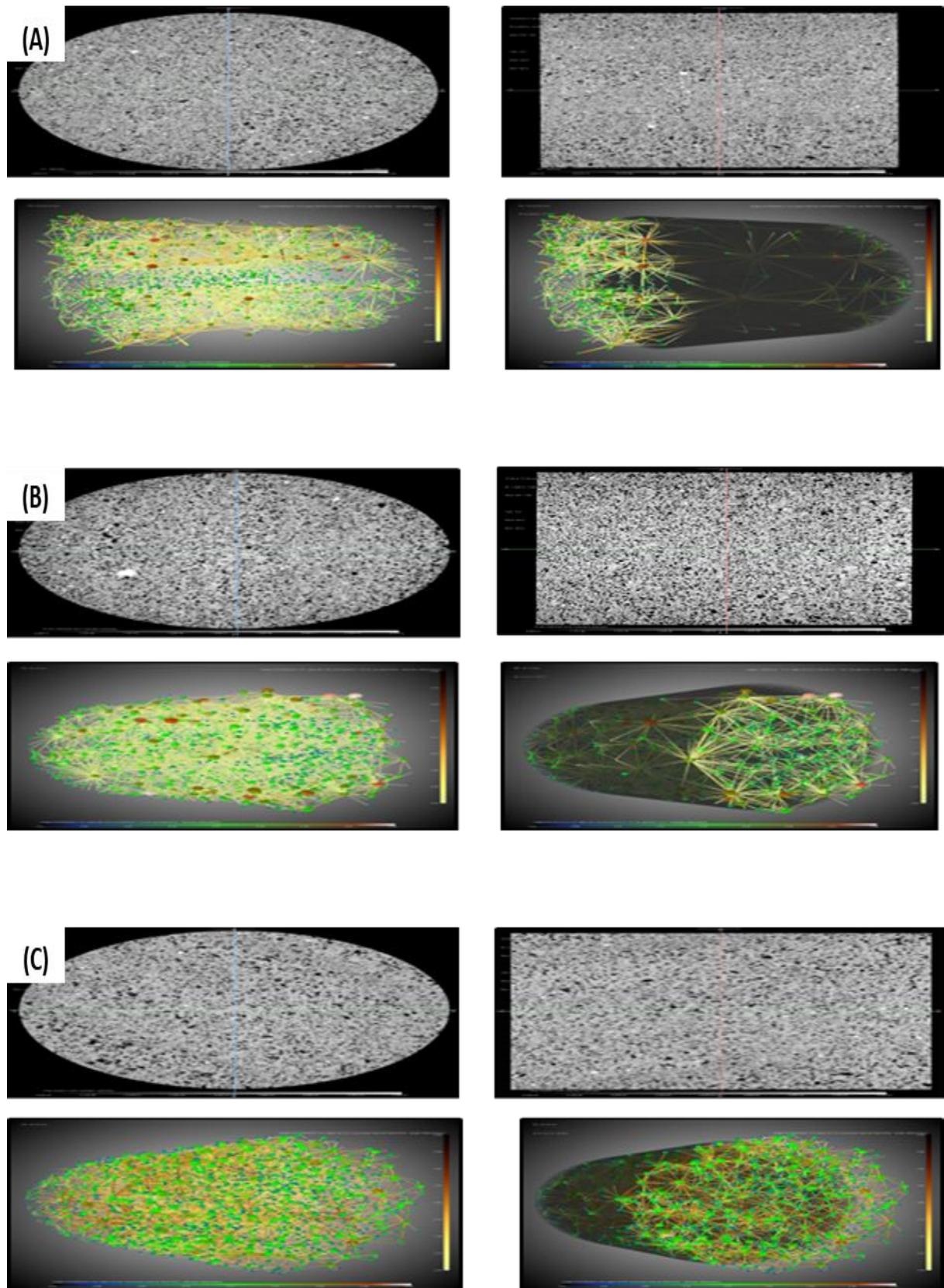
Les résultats de saturation après centrifugation ont montré une valeur uniforme de 94% pour tous les plugs, ce qui témoigne de la précision et de la cohérence du processus de saturation. Cette uniformité suggère que les plugs ont été correctement préparés et que la méthode de saturation à la saumure a été efficace, assurant que tous les plugs ont un niveau de saturation similaire avant les tests expérimentaux.

#### **4.4.2 Analyse MicroCT avec le ZEISS Xradia 610 Versa**

L'analyse des plugs a été effectuée à l'aide du système MicroCT ZEISS Xradia 610 Versa (Figure 4.13-A, B et C), permettant une visualisation en haute résolution des structures internes des échantillons 11, 12 et 13 respectivement. Cette technique a fourni des images détaillées des pores et de la matrice des plugs, offrant une vue approfondie de leur porosité et de la connectivité entre les pores.

Les résultats ont montré une porosité totale relativement homogène entre les plugs, avec des valeurs de 16,39 % pour le plug 11, 16,82 % pour le plug 12, et 16,03 % pour le plug 13. Ces valeurs indiquent une densité poreuse similaire parmi les échantillons, ce qui est crucial pour assurer une base expérimentale cohérente.

La visualisation 3D a mis en évidence des réseaux de pores interconnectés au sein des plugs. Cette interconnexion est essentielle pour les applications pétrolières, où la circulation des fluides à travers les pores doit être efficace pour une récupération optimale. La segmentation des images a permis de quantifier la porosité ainsi que la répartition et la taille des pores, fournissant une compréhension approfondie de la structure interne des plugs.



**Figure 4.13.** Visualisation 3D des Plugs et des Pores Interconnectés avec l'Équipement MicCity (A : Plug 11-B : Plug 12-C : Plug13).

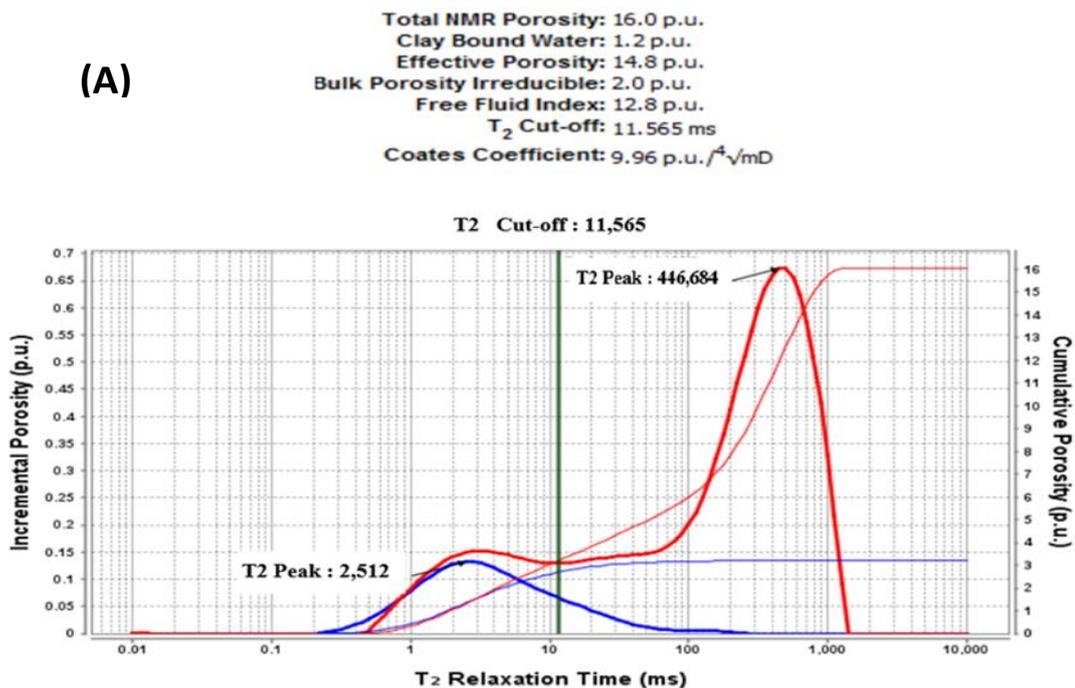
Ces informations issues de l'analyse MicroCT sont fondamentales pour interpréter les résultats expérimentaux. La caractérisation précise de la porosité et de la structure poreuse aide à évaluer comment ces plugs se comporteront lors des tests de fluides et de saturation dans des conditions réalistes [69].

#### 4.4.3 Analyse par Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) avec l'équipement GeoSpec

Cette section présente l'analyse des paramètres pétrophysiques des plugs à l'aide de la Résonance Magnétique Nucléaire (RMN). Les principaux paramètres mesurés incluent la porosité, la perméabilité et le temps de relaxation T2. Ce dernier donne des indications sur la dynamique des fluides dans les pores, permettant ainsi d'obtenir des informations sur la taille et la distribution des pores ainsi que sur la mobilité des fluides. Les résultats fournissent des informations sur les caractéristiques du milieu poreux, notamment comment la porosité varie avec le temps de relaxation T2, ce qui aide à évaluer l'impact des solutions de polymères sur les propriétés des plugs.

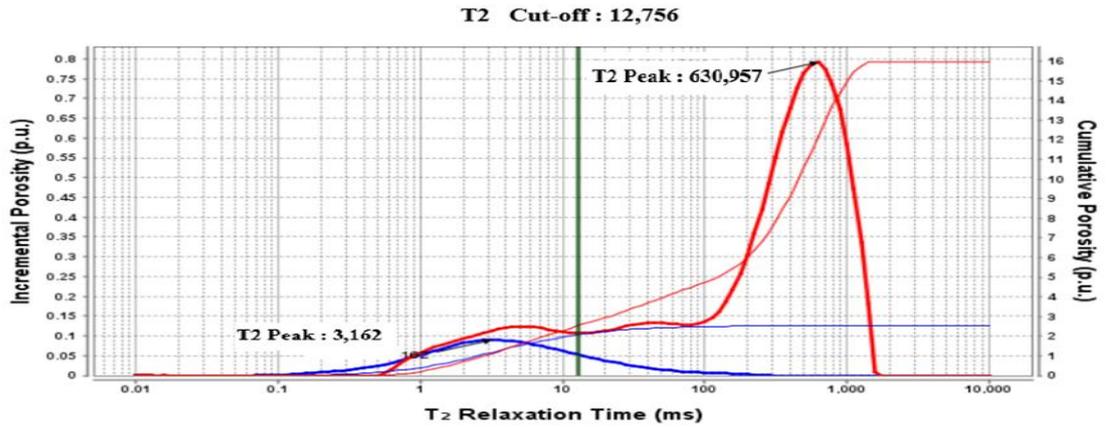
##### 1) Analyse des paramètres Pétrophysiques : porosité et temps de relaxation T2 cut-off des plugs

L'analyse par résonance magnétique nucléaire (RMN) a permis d'obtenir des courbes de relaxation T2, illustrées dans les Figures 4.14 A, B et C, associées aux plugs N°11, 12 et 13.



(B)

Total NMR Porosity: 16.0 p.u.  
Clay Bound Water: 9.0E-1 p.u.  
Effective Porosity: 15.1 p.u.  
Bulk Porosity Irreducible: 1.6 p.u.  
Free Fluid Index: 13.4 p.u.  
T<sub>2</sub> Cut-off: 12.756 ms  
Coates Coefficient: 10.10 p.u./<sup>4</sup>√mD



(C)

Total NMR Porosity: 16.3 p.u.  
Clay Bound Water: 9.1E-1 p.u.  
Effective Porosity: 15.4 p.u.  
Bulk Porosity Irreducible: 1.6 p.u.  
Free Fluid Index: 13.8 p.u.  
T<sub>2</sub> Cut-off: 12.858 ms  
Coates Coefficient: 9.82 p.u./<sup>4</sup>√mD

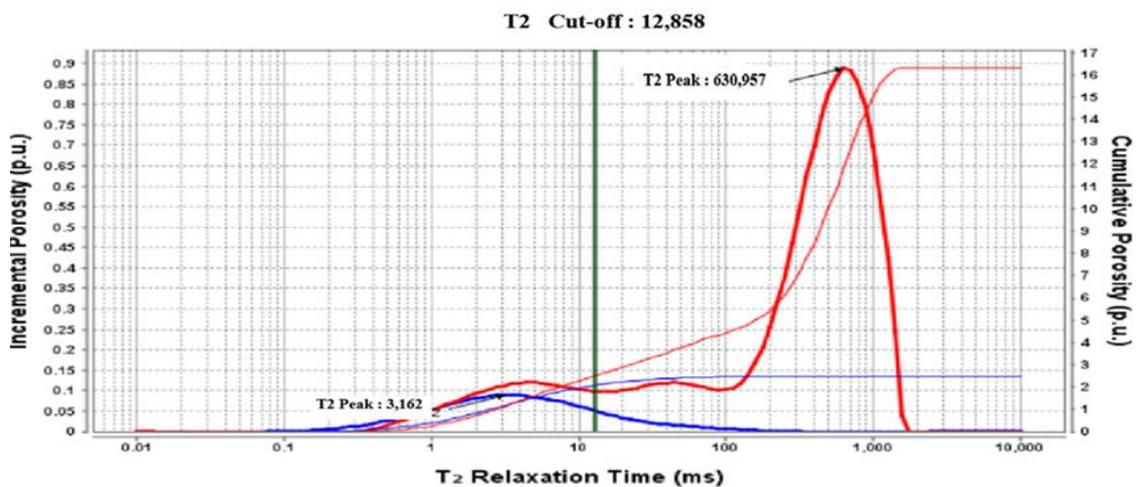


Figure 4.14. Mesures pétrophysiques par RMN pour les trois plugs à l'aide du GeoSpec Rock Analyzer (A : Plug 11 - B : Plug 12 - C : Plug13).

À partir des courbes de distribution des temps de relaxation T2 obtenues par résonance magnétique nucléaire (RMN), plusieurs paramètres pétrophysiques ont été identifiés.

- La porosité, qui mesure la fraction du volume d'un échantillon constitué de vides ou de pores, a été quantifiée en fonction du signal mesuré par rapport au volume total de l'échantillon. Une porosité élevée indique une capacité de stockage plus importante pour les fluides, ce qui est pertinent pour l'évaluation des performances des réservoirs de pétrole.
- L'Index des Fluides Libres (IFL) a été évalué pour déterminer la proportion de porosité occupée par des fluides libres, tels que l'huile ou l'eau mobile, en opposition aux fluides adsorbés ou confinés. Grâce aux temps de relaxation T2, il a été observé que les fluides libres présentent des temps de relaxation plus longs, signalant une plus grande mobilité. L'IFL aide à évaluer la porosité réellement disponible pour le flux de fluides, un élément important pour la gestion des opérations de récupération.
- La porosité effective, qui représente la portion de la porosité totale contribuant au flux de fluides, a également été examinée. Contrairement à la porosité totale, elle exclut les pores trop petits ou non connectés, identifiés par l'analyse des temps de relaxation T2.

Enfin, le T2 Cutoff a été établi comme un seuil permettant de distinguer les types de fluides ou les tailles de pores selon leurs temps de relaxation T2. Les fluides ou pores avec des temps de T2 plus longs sont considérés comme plus mobiles, tandis que ceux avec des temps plus courts sont associés à des structures plus petites.

Les résultats obtenus pour la porosité, l'indice de fluide libre, la porosité effective et le temps de relaxation T2cut-off sont présentés dans le Tableau 4.6 suivant :

**Tableau4.6.** Paramètres Pétrophysiques des Plugs.

<b>Plug N°</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>
<b>Porosité(%)</b>	16	16	16,3
<b>Free Fluide indexe</b>	12,8	13.4	13,8
<b>Effectif Porosity(%)</b>	14,8	15,1	15,4
<b>T2 Cutoff (ms)</b>	11,565	12,756	12,858

L'analyse des paramètres pétrophysiques des plugs a révélé que, malgré de légères variations, les caractéristiques globales demeurent cohérentes. Les mesures de porosité, d'indice de fluide libre, de porosité effective et de T2 Cutoff indiquent des différences minimales entre les plugs. Les porosités varient légèrement entre 16,0 % et 16,3 %, tandis que les indices de fluide libre, les porosités effectives et les valeurs de T2 Cutoff restent similaires.

Ces résultats confirment que les plugs utilisés dans les expériences présentent des caractéristiques pétrophysiques homogènes. Les légères variations observées n'affectent pas la validité des comparaisons entre les différentes solutions et conditions expérimentales. Ainsi, les conclusions de cette étude restent solides, et les similitudes entre les plugs fournissent une base fiable pour l'évaluation et la comparaison des performances des fluides injectés dans ces milieux poreux. Cela démontre une uniformité dans les propriétés pétrophysiques des plugs étudiés, renforçant la crédibilité de l'analyse comparative des solutions de polymères.

## **2) Analyse RMN des solutions de polymères et du pétrole**

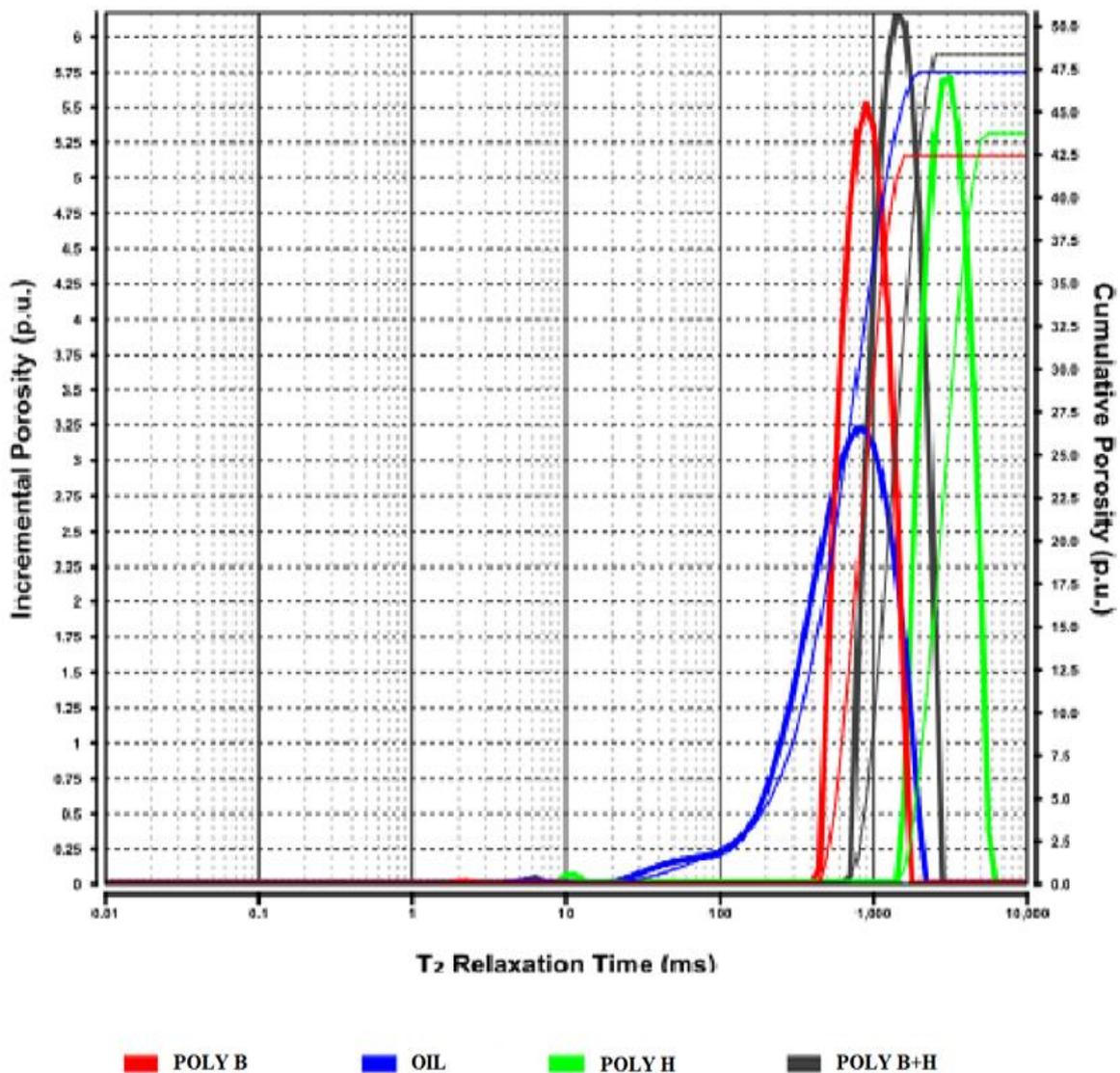
La Figure 4.15 illustre la fonction de distribution des temps de relaxation T2, essentielle pour analyser les caractéristiques des solutions polymériques étudiées. Cette figure a été réalisée pour le mucilage, l'huile, le HPAM et le mélange de mucilage et de HPAM. Le graphique se compose de trois axes:

- Axe des Abscisses (x) : Représente le temps de relaxation T2, mesuré en millisecondes. Cet axe permet d'évaluer la mobilité des molécules et la taille des pores, distinguant ainsi entre des structures plus confinées et des structures plus libres.
- Axe des Ordonnées Gauche (y gauche) : Indique la porosité incrémentale, qui montre la contribution de chaque plage de temps T2 à la porosité totale. Ce paramètre offre une vue détaillée sur comment différentes tailles de pores ou environnements fluides contribuent à la porosité globale.
- Axe des Ordonnées Droit (y droit) : Mesure la porosité cumulative, indiquant la somme de la porosité jusqu'à un certain temps de relaxation T2. Cela permet d'évaluer la distribution totale de la porosité en fonction des temps de T2, en fournissant une perspective globale sur les caractéristiques du milieu poreux.

Les temps de T2 plus courts observés pour le mucilage d'*Opuntia ficus-indica* (POLY-B) indiquent une structure plus complexe ou confinée en solution. Cette structure suggère que le mucilage forme probablement des réseaux ou des complexes, influençant ainsi sa mobilité dans

des milieux poreux. Bien que ces structures puissent restreindre la mobilité du mucilage, elles ne devraient pas provoquer de bouchage, ce qui est favorable pour les applications de récupération assistée du pétrole. En effet, la présence de structures confinées pourrait faciliter le passage du fluide dans des environnements poreux complexes [155-157].

Les temps de T2 plus longs pour l'huile (OIL) reflètent une grande mobilité en solution, caractéristique des fluides moins confinés. Cette haute mobilité est particulièrement bénéfique pour les fluides de récupération, car elle favorise un déplacement efficace à travers les pores, facilitant ainsi l'extraction du pétrole [158].



**Figure 4.15.** Mesures Pétrophysiques par RMN pour les fluides à l'aide du GeoSpec Rock Analyzer (POLY-B : Mucilage, OIL : Pétrole, POLY-H : HPAM et POLYB+H : Mucilage + HPAM).

Le polyacrylamide partiellement hydrolysé présente des temps de T2 intermédiaires, suggérant une mobilité modérée (POLY-H). Cela indique que le HPAM pourrait former des structures de réseau qui influencent son comportement dans le milieu poreux de manière spécifique. Sa mobilité modérée pourrait engendrer des interactions plus complexes avec le solvant, impactant ainsi son efficacité dans les opérations de récupération assistée du pétrole [159].

La distribution des temps de T2 pour le mélange de mucilage et de HPAM (POLY B+H) montre une interaction synergique entre les deux polymères. Ce mélange combine les propriétés fluidifiantes du mucilage avec celles du HPAM, suggérant que cette intégration peut générer une dynamique complexe en solution. Cette synergie pourrait optimiser les performances en récupération assistée, permettant une gestion plus précise des propriétés fluidiques en fonction des conditions spécifiques des environnements poreux [160].

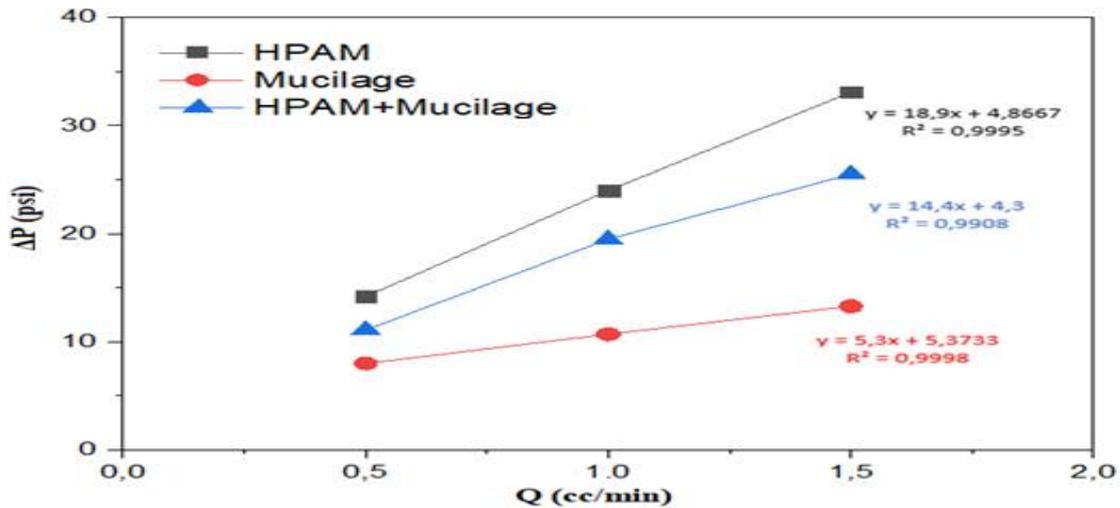
#### **4.4.4 Conception et simulation d'expérimentation du Core Flooding**

Dans le cadre de notre étude, des essais de déversement (Core Flooding) ont été réalisés à l'aide du système CFS 350, permettant la simulation précise des conditions de réservoir en laboratoire. Les essais ont été menés en utilisant des plugs de noyau représentatifs des réservoirs pétroliers étudiés. Les fluides testés incluent la solution de polymère HPAM, la solution de mucilage de cladode d'*Opuntia ficus-indica*, ainsi que le mélange des deux polymères. Le système CFS 350 a permis de recréer les conditions spécifiques de température, de pression et de salinité des réservoirs. Cette configuration expérimentale permet d'analyser l'efficacité des fluides en termes de déplacement de l'huile dans les réservoirs, en mesurant notamment la perte de charge ( $\Delta P$ ) et la pression différentielle en fonction du volume injecté. Ces paramètres sont essentiels pour évaluer la performance des solutions polymériques dans le cadre de la récupération assistée du pétrole.

##### **1) Analyse de la relation entre la perte de charge et le débit volumétrique pour**

##### **Différentes solutions polymériques en Core Flooding**

La Figure 4.16 montre la relation entre la perte de charge ( $\Delta P$ ) et le débit volumétrique ( $Q$ ) pour les trois types de solutions : HPAM, mucilage de cladode d'*Opuntia ficus-indica*, et leur mélange. Ces résultats permettent d'analyser la manière dont ces solutions influencent la résistance à l'écoulement dans les tests de core flooding, et offrent une base pour comparer leur efficacité dans le contexte de la récupération assistée du pétrole .



**Figure 4.16.** Variation de la perte de charge ( $\Delta P$ ) en fonction du débit volumétrique ( $Q$ ) pour les solutions polymériques.

Les tests de core flooding (Figure 4.16) ont révélé des différences significatives dans les performances de trois solutions polymériques : le HPAM, le mucilage d’Opuntia ficus-indica, et leur mélange.

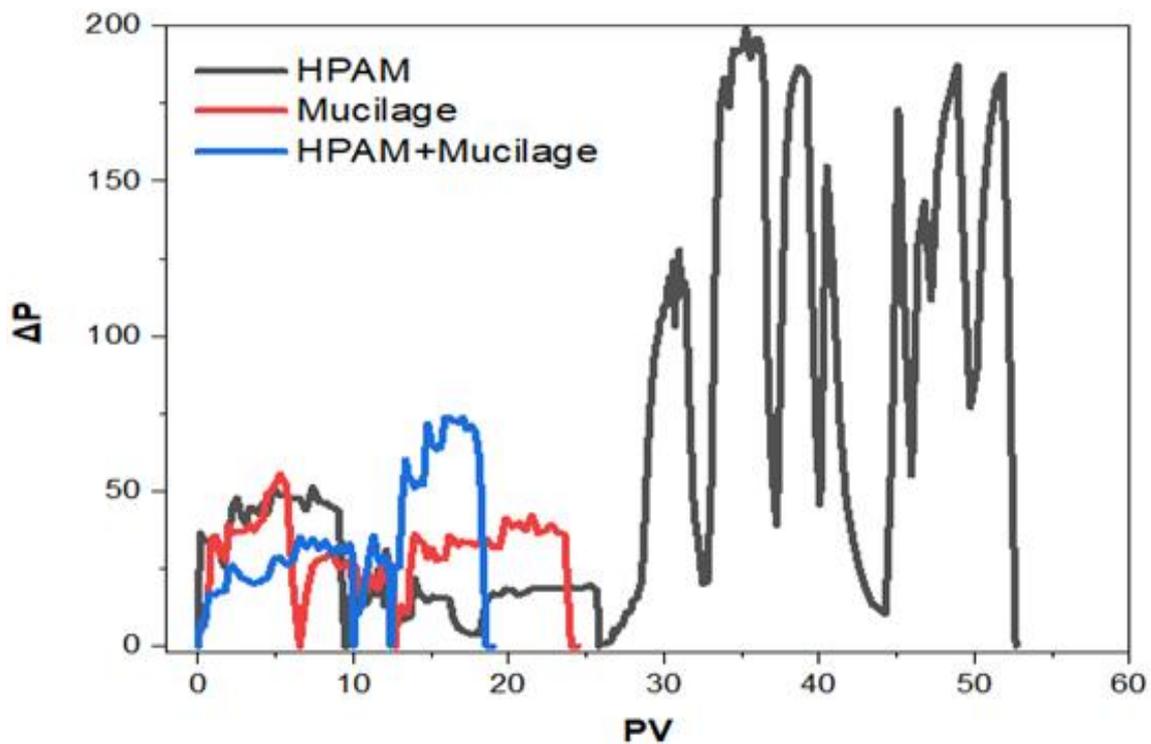
- HPAM : Cette solution a montré la plus forte résistance à l’écoulement, avec une pente de 18,9 dans l’équation  $y=18,9x+4,89$ . Cela indique une augmentation rapide de la perte de charge ( $\Delta P$ ) en fonction du débit volumétrique ( $Q$ ). Ce comportement suggère un effet de colmatage prononcé, où le HPAM visqueux obstrue les pores du milieu, ce qui peut ralentir la récupération du pétrole.
- Mucilage d’Opuntia ficus-indica : À l’opposé, le mucilage a présenté une pente de 5,35 dans l’équation  $y=5,3x+5,33$ , indiquant une résistance à l’écoulement bien moindre. Cela se traduit par une perte de charge réduite et un écoulement plus fluide à travers les pores, ce qui peut faciliter la récupération du pétrole.
- Mélange HPAM/mucilage : Ce mélange a une pente intermédiaire de 14,4 dans l’équation  $y=14,4x+4,3$ . Il combine les avantages des deux solutions : une meilleure mobilité du fluide tout en réduisant le risque de colmatage observé avec le HPAM pur.

Les résultats montrent l’importance de gérer la viscosité et le colmatage dans les processus de récupération assistée du pétrole. L’intégration du mucilage dans les formulations de HPAM pourrait améliorer l’efficacité de l’extraction en offrant une viscosité ajustable tout en réduisant la perte de charge, ce qui suggère un potentiel significatif pour des applications EOR optimisées dans divers environnements de réservoirs.

## 2) Analyse des courbes de déplacement des fluides en Core Flooding

La Figure 4.17 présente la variation de la pression différentielle ( $\Delta P$ ) en fonction du volume poreux injecté (PV) pour les trois échantillons habituels : HPAM, mucilage d'*Opuntia ficus-indica*, et leur mélange. Cette analyse permet de mieux comprendre le comportement de ces fluides de récupération dans les carottes de réservoir. En examinant la relation entre la pression différentielle et le volume injecté pour chaque échantillon, nous pouvons évaluer l'efficacité de ces solutions et observer leurs interactions avec la matrice du réservoir. Les variations observées sur la courbe fournissent des informations sur le déplacement des fluides à travers les pores, ce qui contribue à optimiser les stratégies de récupération assistée du pétrole [51].  $\Delta P$  correspond à la différence de pression entre l'entrée et la sortie de la carotte, tandis que PV représente le volume de fluide injecté exprimé en termes de volumes de pores du milieu.

Il faut souligner que la capacité d'injection des polymères en solution (PV) est un critère fondamental pour évaluer leur performance dans le cadre de la récupération tertiaire du pétrole. Un polymère doit permettre l'injection de volumes significatifs (PV) de sa solution tout en maintenant des pertes de charge ( $\Delta P$ ) relativement basses. Des pertes de charge élevées peuvent entraver le flux du fluide, nuisant ainsi à l'efficacité globale du processus d'extraction.



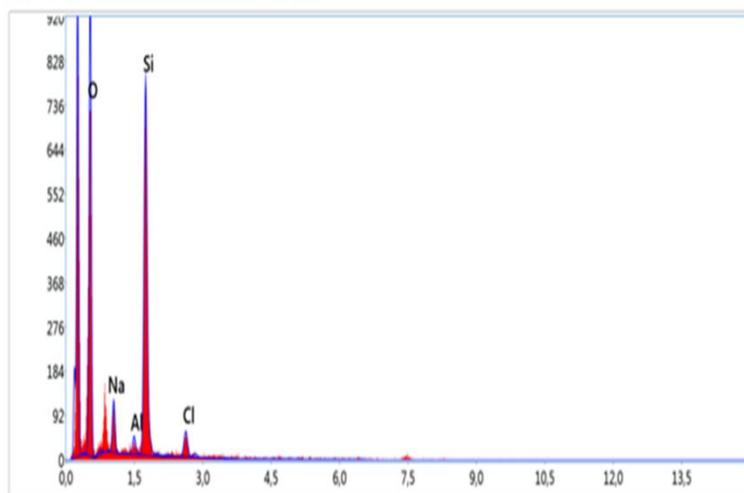
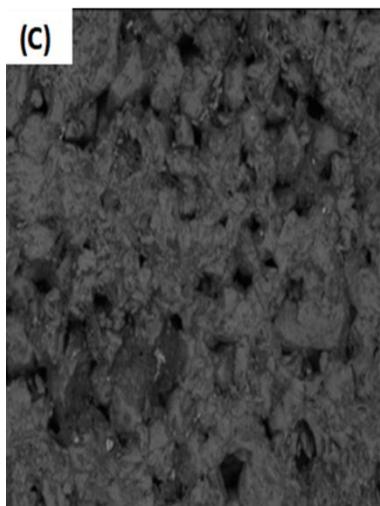
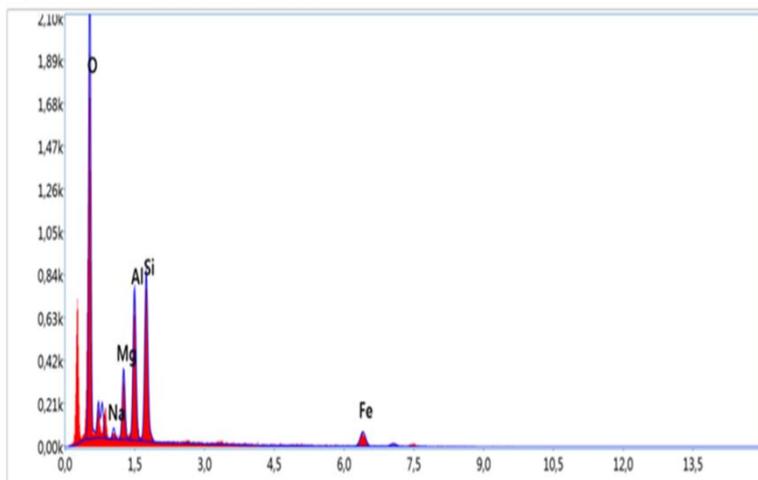
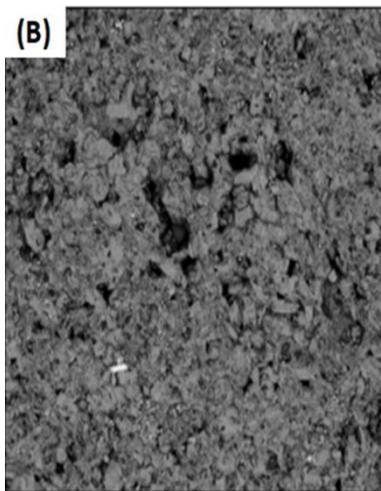
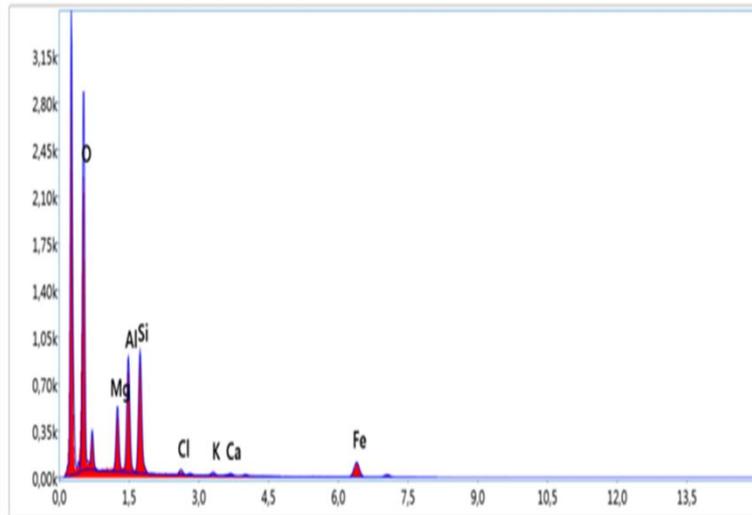
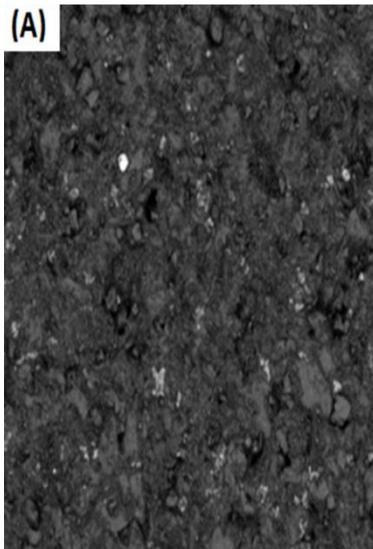
**Figure 4.17.** Variation de la pression différentielle ( $\Delta P$ ) en fonction du volume injecté (PV) pour les Solutions polymériques.

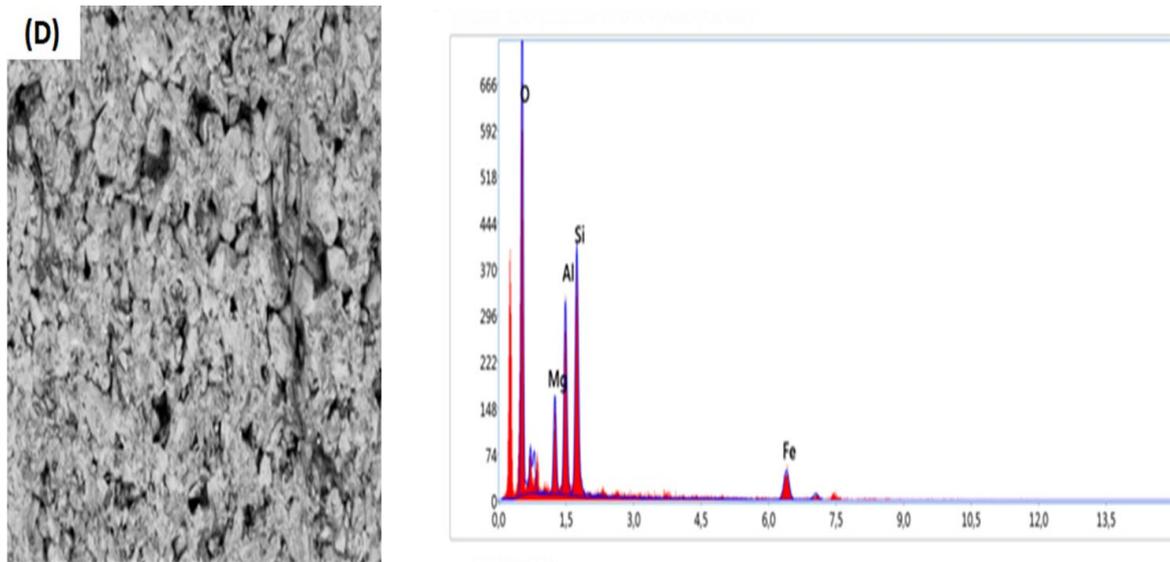
Les résultats du test de core flooding révèlent des différences notables entre le HPAM, le mucilage et le mélange de HPAM/mucilage en termes de performances.

- Le HPAM affiche une pression différentielle ( $\Delta P$ ) élevée, variant de 0 à 200, et se stabilise à un volume poreux (PV) relativement élevé de 50. Cette pression élevée suggère une résistance accrue au passage du fluide, ce qui pourrait indiquer une récupération plus lente, possiblement en raison d'un colmatage progressif des pores. En effet, une saturation élevée des pores par un fluide de récupération peut être considérée comme une qualité si elle permet de maximiser la récupération de pétrole en entrant en contact avec une plus grande quantité de pétrole résiduel, tout en maintenant une bonne mobilité dans le réservoir (perte de charge faible). Cela permet une efficacité accrue dans le processus de récupération. En revanche, cette saturation peut devenir un défaut si elle s'accompagne d'une augmentation excessive de la pression différentielle ( $\Delta P$ ), ce qui peut indiquer des problèmes de colmatage des pores ou une augmentation de la viscosité. Cela réduit l'injectivité du fluide et peut rendre le processus de récupération plus difficile et coûteux.
- Le mucilage montre une  $\Delta P$  plus faible, variant de 0 à 50, et se stabilise à un volume poreux de 25 PV. Cette faible  $\Delta P$  indique une facilité d'écoulement à travers les pores, permettant une récupération plus rapide grâce à une viscosité optimisée pour une meilleure mobilité.
- Le mélange de HPAM et mucilage présente une  $\Delta P$  intermédiaire, variant de 0 à 75, et est quasiment similaire au comportement du mucilage seul.

#### **4.4.5 Microscopie Électronique à Balayage (MEB) et de la Spectroscopie de Dispersive d'Énergie des Rayons X (EDX) des Plugs avant et après injection**

La microscopie électronique à balayage (MEB) et la spectrométrie de dispersion d'énergie des rayons X (EDX) sur la Figure 4.18-A, B, C et D ont été employées pour évaluer les modifications dans la structure des pores et la composition minérale des plugs de carottes avant et après l'injection des fluides.





**Figure 4.18.** MEB/EDX (A : avant injection ; B-C-D : Après injection pour les Plugs N°11-12-13).

Avant injection, l'analyse EDX des plugs de carottes pétrolières, provenant d'une formation trias argileuse gerséenne, a révélé la présence des éléments suivants : oxygène (O), magnésium (Mg), aluminium (Al), silicium (Si), chlore (Cl), potassium (K), calcium (Ca), et fer (Fe). La prédominance de l'oxygène et du silicium confirme la présence significative de minéraux silicatés, tels que le quartz, qui est typique des formations sédimentaires. Le magnésium et le fer suggèrent la présence de minéraux argileux, comme les chlorites, qui sont fréquents dans les roches argileuses. Le calcium pourrait indiquer des traces de carbonates, compatibles avec la présence de calcite, tandis que le chlore reflète la salinité résiduelle des pores. L'aluminium et le potassium sont probablement associés à des minéraux argileux ou feldspathiques, communs dans ce type de formation. Cette composition élémentaire caractérise bien la nature argileuse et siliceuse des roches du trias, avant l'injection des fluides de récupération.

Après injection :

- **Plug 11 :** L'analyse EDX effectuée après l'injection de HPAM a révélé la présence de sodium (Na), fer (Fe), magnésium (Mg) et silicium (Si) dans les plugs de carottes pétrolières. La détection de sodium suggère une interaction entre le fluide injecté et les minéraux de la roche, indiquant des échanges ioniques possibles. Le fer et le magnésium, qui étaient déjà présents dans la roche avant l'injection, continuent de montrer des concentrations significatives, confirmant la stabilité des minéraux tels que le clinocllore. Le silicium, associé au quartz, reste également détectable, soulignant la persistance des minéraux silicatés principaux.

En parallèle, des ouvertures minimales des pores ont été observées après l'injection. Ces ouvertures limitées indiquent que le fluide de HPAM a provoqué des modifications dans la structure poreuse de la roche, bien que ces changements soient relativement modestes. Les interactions entre le fluide et la roche ont entraîné des altérations localisées, telles que des échanges ioniques et une légère expansion des pores, ce qui pourrait influencer la mobilité et l'efficacité du fluide malgré ses propriétés viscoélastiques, peut entraîner des limitations en termes de performance de récupération en raison d'une interaction limitée avec le milieu poreux, ce qui se traduit par une récupération plus lente.

- **Plug 12 :** L'analyse MEB/EDX du polymère à base de cladode d'*Opuntia ficus-indica* révèle des caractéristiques importantes en relation avec sa performance en récupération. Les images MEB montrent des ouvertures minimales dans la structure poreuse après l'injection, ce qui indique que le polymère a eu un effet modéré sur la géométrie des pores de la roche. L'analyse EDX met en évidence une concentration élevée en silicium (Si), en plus des éléments tels que l'oxygène (O), le sodium (Na), l'aluminium (Al) et le chlore (Cl). La présence significative de silicium, qui est un composant majeur de la silice, suggère que le polymère contribue à une stabilité accrue des pores tout en facilitant une meilleure mobilité du fluide.

Les résultats montrent que, contrairement aux fluides de récupération comme le HPAM, le polymère à base de cladode d'*Opuntia ficus-indica* offre une interaction plus efficace avec la roche, ce qui minimise les effets de colmatage. Les ouvertures limitées observées dans les pores sont cohérentes avec une réduction du colmatage et une amélioration de la récupération. La combinaison de silice et d'autres éléments dans le polymère semble jouer un rôle crucial dans l'optimisation des performances de récupération, en facilitant une meilleure circulation du fluide et en permettant une extraction plus rapide des huiles piégées. En somme, l'analyse MEB/EDX démontre que le polymère à base de cladode d'*Opuntia ficus-indica* améliore l'efficacité de récupération en préservant l'intégrité des pores et en facilitant le passage du fluide à travers le réservoir. Ces éléments suggèrent que le polymère non seulement s'intègre bien avec les minéraux présents dans la roche mais aussi facilite une meilleure gestion des pores, ce qui se traduit par une récupération plus rapide du pétrole comparativement aux autres fluides testés. En résumé, les résultats MEB/EDX indiquent que le polymère à base de cladodes d'*Opuntia ficus-indica* optimise la performance de récupération en améliorant la structure poreuse et en

réduisant le colmatage, ce qui contribue à une efficacité accrue dans les conditions de réservoir.

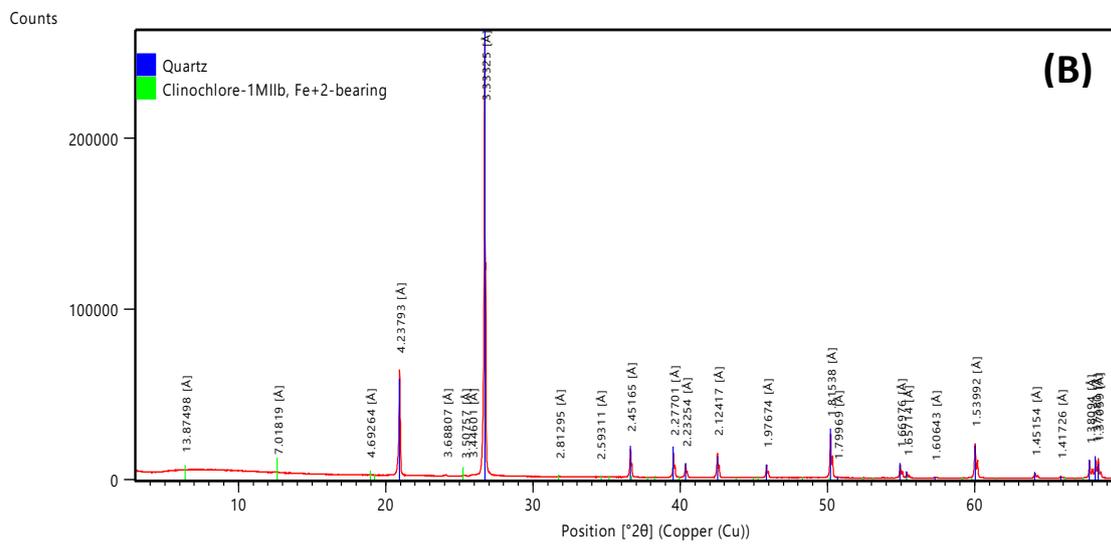
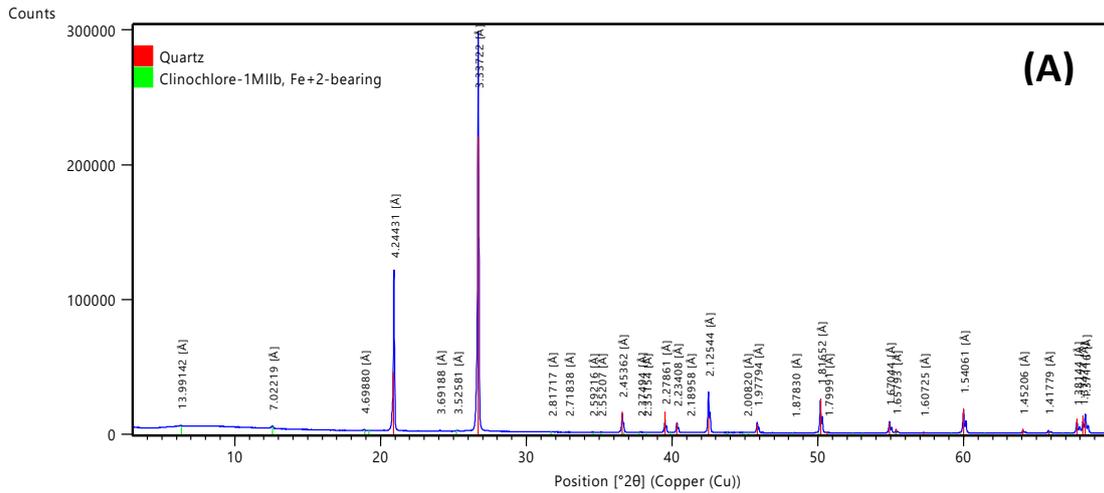
- **Plug 13 :** Les analyses MEB/EDX effectuées après l'injection du mélange de HPAM et de mucilage de cladodes d'*Opuntia ficus-indica* ont révélé des caractéristiques significatives concernant la composition et la structure des carottes de réservoir. Les résultats montrent une présence prédominante de silicium (Si), ainsi que des éléments tels que l'oxygène (O), le magnésium (Mg), l'aluminium (Al) et le fer (Fe). Le pic élevé de silicium indique que le polymère a favorisé l'intégration de ce composant dans la roche, ce qui a contribué à une meilleure gestion de la structure poreuse. Cette interaction accrue avec le silicium pourrait expliquer la réduction du colmatage et l'amélioration de la circulation du fluide. et une ouverture accrue des pores suggère que le mélange a contribué à une meilleure gestion de la structure poreuse, facilitant ainsi le passage du fluide à travers le réservoir La présence de magnésium, d'aluminium et de fer en quantités notables suggère également une réactivité enrichie du mélange avec les minéraux de la roche. Ces observations sont cohérentes avec les résultats de récupération plus rapides observés lors des tests de core flooding, montrant que le mélange optimise à la fois l'ouverture des pores et la gestion des fluides, ce qui conduit à une performance de récupération améliorée par rapport aux autres formulations.

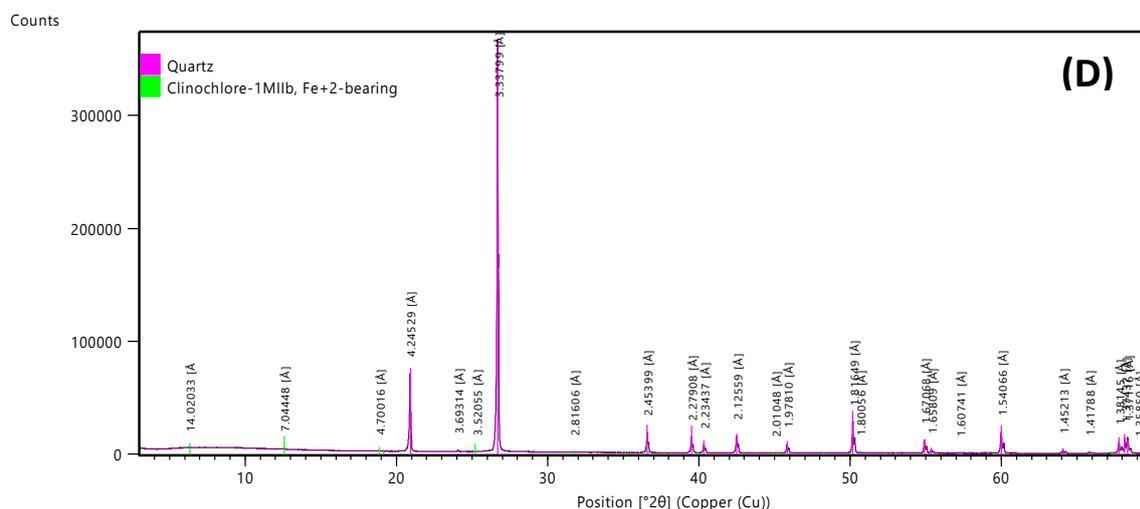
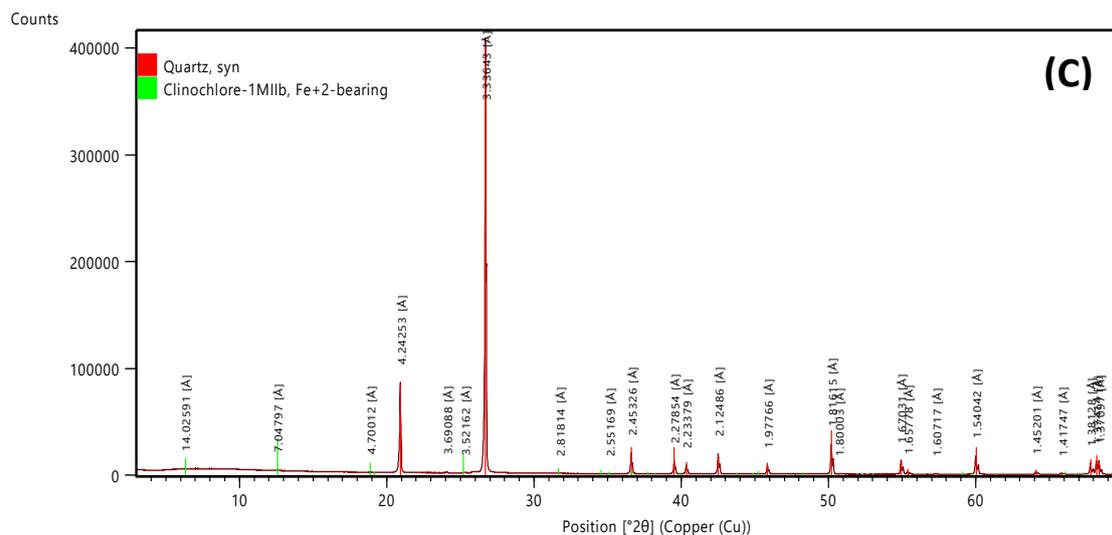
Les résultats obtenus à partir des analyses MEB/EDX montrent que le mélange de HPAM et de mucilage de cladodes d'*Opuntia ficus-indica*, riche en silicium, joue un rôle essentiel dans la réduction du colmatage et l'amélioration de l'efficacité de la récupération du pétrole. Ces analyses démontrent que le mucilage, utilisé seul ou en combinaison avec le HPAM, offre des avantages considérables pour la gestion de la structure poreuse dans les réservoirs pétroliers. Le mucilage favorise l'ouverture des pores et améliore la circulation des fluides, tandis que le mélange HPAM-mucilage maximise les performances de récupération en tirant parti des propriétés complémentaires des deux polymères. Ces résultats mettent en évidence l'importance de développer des formulations polymériques qui réduisent les interactions indésirables et optimisent l'efficacité de la récupération dans le cadre de la récupération assistée du pétrole.

#### **4.4.6 Analyse DRX des Plugs avant et après Injection**

Pour évaluer les modifications minérales survenues dans les plugs après l'injection des solutions, une analyse par diffraction des rayons X (DRX) a été effectuée. Cette technique

permet de comparer la composition minéralogique des plugs avant et après traitement, offrant ainsi des informations cruciales sur les interactions entre les fluides injectés et la matrice rocheuse. Les résultats obtenus mettent en évidence les éventuels changements structuraux et minéralogiques qui peuvent influencer l'efficacité du processus de récupération assistée du pétrole.





**Figure 4.20.** DRX (A : avant injection, B-C-D : Après injection pour les Plugs N°11-12-13).

Avant l'injection des fluides, les analyses de diffraction des rayons X (DRX) ont révélé que les plugs de carottes de réservoir étaient principalement constitués de quartz ( $\text{SiO}_2$ ) et de clinocllore-1M2b ( $(\text{Mg}, \text{Fe})_2(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ ). Ces résultats ont établi une base stable pour évaluer les changements minéralogiques induits par l'injection des différents fluides.

Après l'injection, les variations observées dans les résultats DRX mettent en évidence des interactions distinctes selon le type de fluide. Pour le plug 11, traité avec du HPAM, les pics DRX sont restés relativement stables, indiquant une interaction limitée avec la roche et une absence de modifications minéralogiques significatives. Cette stabilité minéralogique est cohérente avec les résultats MEB/EDX, qui montrent une pression différentielle élevée et une

porosité relativement stable, suggérant un colmatage progressif des pores sans changements minéralogiques importants.

En revanche, les plugs 12 (mucilage) et 13 (mélange mucilage-HPAM) ont présenté des augmentations notables dans l'intensité des pics DRX après injection. Cette augmentation suggère une cristallisation accrue ou un remaniement minéralogique dans les pores de la roche, avec une interaction plus marquée des fluides contenant du mucilage avec les minéraux de la roche. Le plug 12, traité uniquement avec du mucilage, montre des modifications plus prononcées, ce qui est également corroboré par les résultats MEB/EDX indiquant une ouverture plus significative des pores.

Les résultats MEB/EDX ont révélé que, avant l'injection, les pores étaient majoritairement fermés avec une composition chimique dominante en oxygène, magnésium, aluminium, silicium, chlore, potassium, calcium et fer. Après l'injection des fluides, une ouverture notable des pores a été observée, surtout dans les plugs traités avec le mucilage et le mélange mucilage-HPAM. La présence élevée de silice (Si) dans le mucilage et le mélange semble jouer un rôle crucial dans cette ouverture des pores, facilitant une meilleure perméabilité de la roche.

En conclusion, les analyses DRX combinées aux résultats MEB/EDX montrent que l'injection de mucilage et du mélange mucilage-HPAM a eu un impact significatif sur la structure poreuse des plugs, provoquant une ouverture des pores et une interaction plus intense avec les minéraux présents dans la roche. Ce phénomène est moins prononcé pour le HPAM seul, ce qui souligne l'efficacité potentiellement supérieure des fluides à base de mucilage pour améliorer la récupération assistée du pétrole.

En résumé, Les résultats de l'analyse des trois types de polymères HPAM, mucilage d'*Opuntia ficus-indica*, et leur mélange révèlent des différences notables dans leurs effets sur l'écoulement des fluides, la perte de charge, et la structure poreuse des plugs de réservoir. Le HPAM, bien que viscosifiant, entraîne une pression différentielle élevée et une perte de charge importante, suggérant une résistance accrue au passage du fluide et un colmatage progressif des pores, ce qui ralentit la récupération du pétrole. En revanche, le mucilage d'*Opuntia ficus-indica* présente une pression différentielle plus faible et une perte de charge réduite, favorisant ainsi un écoulement plus facile et une meilleure perméabilité grâce à l'ouverture des pores. Le mélange mucilage-HPAM combine les avantages des deux composants, réduisant la perte de charge tout en conservant une certaine viscosité, et améliore la récupération en ouvrant les pores plus efficacement que le HPAM seul. Les analyses MEB/EDX confirment ces observations,

montrant une structure poreuse plus ouverte après l'injection du mucilage et du mélange mucilage-HPAM, tandis que le HPAM seul laisse les pores majoritairement fermés. Les résultats de l'analyse DRX indiquent également une interaction plus marquée des fluides contenant du mucilage avec les minéraux de la roche, entraînant un remaniement minéralogique et une amélioration de la perméabilité. En somme, le mucilage et le mélange mucilage-HPAM favorisent une meilleure récupération du pétrole par une réduction de la perte de charge et une amélioration de la perméabilité des pores, contrairement au HPAM seul, qui est associé à un colmatage progressif.

## CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Cette thèse constitue une avancée dans l'introduction et l'évaluation du mucilage extrait des cladodes d'*Opuntia ficus-indica* dans des applications de récupération assistée du pétrole. Les essais ont été réalisés en association avec le polyacrylamide partiellement hydrolysé (HPAM), un polymère largement utilisé dans l'EOR. L'objectif était d'étudier le potentiel synergique du mucilage et du HPAM dans des conditions représentatives des réservoirs pétroliers algériens, caractérisés par une salinité élevée et des températures variables.

Les analyses physico-chimiques ont montré que le mucilage, bien que nouveau dans le domaine de l'EOR, présente des propriétés compatibles avec celles du HPAM. En particulier, ses caractéristiques en termes de masse moléculaire, de stabilité thermique et d'affinité avec les solutions aqueuses en font un candidat prometteur pour des applications en milieu salin.

Les essais rhéologiques réalisés ont démontré que l'association du mucilage avec le HPAM produit un effet synergique, améliorant à la fois les propriétés viscoélastiques et la stabilité des solutions injectées. Ces tests ont mesuré la viscosité et le comportement viscoélastique des solutions polymériques sous différentes conditions de température et de salinité. Il a été observé que ce mélange augmente significativement la viscosité, même dans des environnements à haute salinité, où le HPAM seul rencontre souvent des difficultés. Ce mélange a donc montré une meilleure performance dans le maintien de la viscosité, un paramètre clé pour améliorer l'efficacité de la récupération assistée du pétrole.

Les essais de core flooding ont été réalisés pour évaluer l'impact du mélange HPAM-mucilage sur la récupération du pétrole, en simulant l'écoulement des solutions polymériques à travers des milieux poreux représentatifs des réservoirs pétroliers. Il a été constaté que, contrairement au HPAM seul, qui peut parfois provoquer un colmatage des pores, le mélange HPAM-mucilage améliore la mobilité des fluides et réduit la perte de charge. Cette meilleure circulation des fluides a favorisé une récupération accrue du pétrole, suggérant que le mucilage joue un rôle stabilisateur et limite les effets indésirables souvent associés à l'utilisation exclusive de polymères synthétiques dans les processus de récupération assistée.

Les analyses par MEB/EDX et DRX ont révélé que le mélange HPAM-mucilage interagit de manière bénéfique avec les roches des réservoirs. Le mucilage a favorisé une plus grande ouverture des pores et a contribué à réduire les phénomènes de colmatage, ce qui a amélioré la récupération des fluides injectés dans ces roches. Cette interaction a permis d'obtenir une efficacité supérieure par rapport à l'utilisation du HPAM seul.

En tant que biopolymère, le mucilage présente également des atouts économiques et écologiques, car il s'agit d'une ressource renouvelable et peu coûteuse. Sa combinaison avec le HPAM améliore les performances des solutions polymériques dans les réservoirs pétroliers tout en réduisant la quantité de HPAM nécessaire, ce qui pourrait générer des économies considérables.

Cependant, les essais réalisés dans cette étude ont été limités à l'échelle de laboratoire. Il est donc essentiel de valider ces résultats à une échelle plus grande avant d'envisager une utilisation industrielle plus étendue. Les conditions contrôlées en laboratoire ne reproduisent pas entièrement les hétérogénéités géologiques et les variations de pression et de température des réservoirs pétroliers réels. De plus, bien que le mélange HPAM-mucilage ait montré une bonne stabilité thermique et rhéologique, sa durabilité à long terme dans des conditions réelles de réservoir doit être examinée.

En tant que biopolymère, le mucilage pourrait également interagir avec les micro-organismes présents dans les réservoirs, influençant ainsi sa dégradation et ses propriétés au fil du temps. Une étude approfondie sur la stabilité biologique du mucilage serait donc nécessaire.

Pour combler ces lacunes et exploiter pleinement le potentiel du mélange HPAM-mucilage, plusieurs pistes de recherche et d'applications sont proposées. Des essais à l'échelle pilote devraient être envisagés pour valider les résultats obtenus en laboratoire. De même, des tests en conditions réelles dans des puits pétroliers permettraient d'évaluer l'efficacité du mélange et de vérifier sa faisabilité pratique.

Il serait également pertinent de mener des études pour optimiser les proportions de HPAM et de mucilage dans les solutions polymériques, afin de maximiser leur efficacité tout en minimisant les coûts. Une compréhension approfondie de la stabilité à long terme du mélange dans des environnements de réservoir réels est cruciale pour évaluer sa durabilité et ajuster les formulations en conséquence.

Enfin, l'exploration d'autres biopolymères pourrait révéler des propriétés complémentaires ou supérieures dans le contexte de l'EOR. Une intégration du mélange HPAM-mucilage avec d'autres techniques de récupération assistée, telles que l'injection de surfactants ou d'alcalis, serait également intéressante pour maximiser la récupération du pétrole et optimiser l'efficacité des opérations.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. A.B., *Experimental Investigation of Polymer-Coated Silica Nanoparticles for EOR under Harsh Reservoir Conditions of High Temperature and Salinity*. *Nanomaterials*, 2021.
2. L.Z., *Experimental study on the evaluation of surfactant/polymer flooding for enhancing oil recovery in Kumkol Oil Field*. *Petroleum Exploration and Production Technology*, 2023.
3. L.J., *Adsorption of polyacrylamides on siliceous minerals*. *Colloids and Surfaces*, 1990.
4. I. Lakatos, J.L.-S.J.T., *Factors Influencing Polyacrylamide Adsorption in Porous Media and Their Effect on Flow Behavior*. Springer, 1981 .
5. Seright, G.Z.R.S.S., *Effect of Concentration on HPAM Retention in Porous Media* SPE, 2014.
6. H.B.-B., *Impact of polyacrylamide adsorption on flow through porous siliceous materials: State of the art, discussion and industrial concern*. *Colloid and Interface Science*, 2018.
7. I.L.J.L.-S., *Application of Nonionic Tenside Homologues in IOR/EOR and Oilfield Chemistry: Fundamental and Engineering Aspects*. SPE, 2003.
8. S.M.R.Q., *Screening of Polymers for EOR in High Temperature, High Salinity and Carbonate Reservoir Conditions* One Petro, 2015.
9. D.A.W.H.B., *The Effect of the Presence of Oil on Polymer Retention in Porous Media from Clastic Reservoirs in the Sultanate of Oman*. SPE, 2018.
10. Christ, Y.C.F.R., *Polymer Retention and Adsorption in the Flow of Polymer Solutions Through Porous Media*. SPE, 1986.
11. A.S.M.F.S., *Visualization of Polymer Retention Mechanisms in Porous Media Using Microfluidics* SPE, 2020.
12. A.M.A., *SmartWater synergy with chemical EOR: Effects on polymer injectivity, retention and acceleration*. *Petroleum Science and Engineering*, 2018.
13. Willhite, J.G.D.G.P., *Retention and Flow Characteristics of Polymer Solutions in Porous Media*. SPE, 1977.
14. Y Cohen, F.C., *Polymer Retention and Adsorption in the Flow of Polymer Solutions Through Porous Media*. SPE Reservoir Engineering, 1986.
15. A.M.H., *Updated Perceptions on Polymer-Based Enhanced Oil Recovery toward High-Temperature High-Salinity Tolerance for Successful Field Applications in Carbonate Reservoirs*. *Polymers*, 2022.
16. Lake, W. L. *Enhanced Oil Recovery*. Englewood Cliffs : Prentice Hall, 1989, p. 314.
17. Youngpeng sun , L.S.a.B.B., *Measurement and Impact Factors of Polymer Rheology in Porous Media*. *Petroleum Engineering*, 2012.
18. Bardon, L. A. *Other Methods of Enhanced Oil Recovery*. Society of Petroleum Engineers, 1980.
19. C.Donaldson, E., *Enhanced Oil Recovery ,Processus and Operations, in Developments in Petroleum Science*, 1989.
20. M.M., *Experimental Investigation of Polyethylene Oxide Polymer Solutions for Enhanced Oil Recovery in Low-Permeability Carbonate Rocks*. SPE, 2022.
21. W.Z., *Polymer-Enhanced Foam Flooding for Improving Heavy Oil Recovery in Thin Reservoirs*. *Energy & Fuels*, 2024.
22. Sperling, L. H. *Introduction to Physical Polymer Science*. 4th ed. Wiley, 2005. *Mechanical Behavior of Polymers*, 557-612.
23. Han, D.-K., *Recent development of enhanced oil recovery in China*. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 1999.
24. E.Terry, R., *Enhanced Oil Recovery*. In *Encyclopedia of Physical Science and Technology*, 3rd ed., 2001.
25. J.-L. Fellous, C.G., *Les gaz de schiste. Nouvel eldorado ou impasse*, Odile Jacob, 2013.
26. Teraoka, I., *Polymer Solutions: An Introduction to Physical Properties. Thermodynamics and Dynamics of Semidilute Solutions (Pages: 277-332)*, 2002.
27. M.E.A., *Optimization of surfactant-polymer flooding for enhanced oil recovery*. *Petroleum Exploration and Production Technology*, 2023.

28. D.A.Z. Wever, A.A. Broekhuis *Polymers for enhanced oil recovery: A paradigm for structure–property relationship in aqueous solution*, 2011.
29. Abhijit Samanta, A.B., Keka Ojha, *Effects of Alkali, Salts, and Surfactant on Rheological Behavior of Partially Hydrolyzed Polyacrylamide Solutions*. *chemical engineering*, 2010.
30. M.Z., *A comprehensive review of viscoelastic polymer flooding in sandstone and carbonate rocks*. *Scientific Reports*, 2023.
31. R.C.A., *A Core Flood and Microfluidics Investigation of Nanocellulose as a Chemical Additive to Water Flooding for EOR*. *Nanomaterials*, 2020.
32. Avendaño, J., *Viscoélasticité et récupération améliorée du pétrole*, Pontifical Catholic University of Rio de Janeiro, 2012.
33. Mertz, J.-D., *Structures de porosité et propriétés de transport dans les grès*. Strasbourg : Institut de Géologie – Université Louis-Pasteur. 170 p., 1991.
34. M.T.Q.S.d.S., *Tortuosity: A brief review*. *Materialstudy:Proceedings*, 2022.
35. Olajire, A.A., *Review of ASP EOR (alkaline surfactant polymer enhanced oil recovery) technology in the petroleum industry: Prospects and challenges*. *Energy*, 2014.
36. R.S.S., *Polymer flooding: Current status and future directions*. *Petroleum Science*, 2023.
37. Ali Mohsenatabar Firozjii, H.R.S., *Review on Chemical Enhanced Oil Recovery Using Polymer Flooding: Fundamentals, Experimental and Numerical Simulation*. *journal of petroleum science and engineering*, 2019.
38. Yousef Kazemzadeh , S.S., Masoud Riazi, *Review on application of nanoparticles for EOR purposes: A critical review of the opportunities and challenges*. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 2019.
39. Sanjay Kumar, T.F.Y., George V., *Alkaline Flooding*. *Developments in Petroleum Science*, 1989.
40. Mandal, A., *Chemical flood enhanced oil recovery: a review*. *Oil, Gas and Coal Technology*, 2015.
41. Mohammad Tabaeh Hayavi , Y.K., *Application of Surfactant-based enhanced oil recovery in carbonate Reservoirs: A critical review of the opportunities and challenges*. *Chemical Physics Letters*, 2022.
42. Saiful Hafiz Habib, R.Y., *Chemical enhanced oil recovery: Synergetic mechanism of alkali, surfactant and polymer with overview of methyl ester sulfonate as a green alternative for EOR surfactant*. *Fuel*, 2024.
43. S. Xia, L.Z., A. Davletshin, *Application of Polysaccharide Biopolymer in Petroleum Recovery*. *Polymers*, 2020.
44. Sonawane, A.N., *A Review On: Microemulsion*. *Pharmaceutical Research and Applications*, 2023.
45. S.S.S., *Identification of Winsor Type III Micro-emulsion for Chemical EOR of Heavy Oil*. *SPE*, 2014.
46. S.M., *Design of an Eco-Friendly Model for the Formation of Winsor III (Ultralow IFT) through Smart Injection of Biosurfactants in Oil Reservoirs*. *ACS*, 2024.
47. Hadji Moundher, *Contribution a l'étude rheologique et hydrodynamique du systeme fluide injecte/roche reservoir/petrole et/ou gaz pour la recuperation optimisee des ressources energetiques*, Blida O1 University, 2016.
48. A.J. Scott, L.R.-Z., *Evaluation of Polymeric Materials for Chemical Enhanced Oil Recovery Processes*, 2020.
49. Nasiru Salahu Muhammed, M.B.H., Dhafer Al-Shehri *Comparative Study of Green and Synthetic Polymers for Enhanced Oil Recovery*. *Polymers*, 2020.
50. Shunxiang Xia , L.Z., Artur Davletshin *Application of Polysaccharide Biopolymer in Petroleum Recovery*. *Polymers*, 2020.
51. X.L., *Optimization of polymer mobility control for enhanced heavy oil recovery: Based on response surface method*. *Petroleum Science and Engineering*, 2021.

52. J.L.J., *Polymer Injection for EOR: Influence of Mobility Ratio and Slug Size on Final Oil Recovery*. Petroleum Engineers, 2020.
53. Vorgelegt, *Improving Oil Recovery (IOR) with Polymer Flooding in A Heavy-Oil River-Channel Sandstone Reservoir*, 2004.
54. Thomas, S.M.F.A.S., *A Realistic Look at Enhanced Oil Recovery*. Scienta Iranica, 1994.
55. S.S., *Formulation of a combined low saline water and polymer flooding for Enhanced Oil Recovery*. Ambient Energy, 2019.
56. B.S., *Evaluation of rheological properties of a novel thermo-viscosifying functional polymer for enhanced oil recovery*. Colloid and surface A, 2017.
57. N.C.D., *Optimized formulation of thermoresponsive nanoemulsion-based gel for enhanced oil recovery (EOR) application*. Applied Petrochemical Research, 2021.
58. Y.Z., *Enhancing Heavy-Oil-Recovery Efficiency by Combining Low-Salinity-Water and Polymer Flooding*. SPE, 2021.
59. S.M. Yusuf, R.J., M.A. Muhamad Sidek *Screening the synergy of sodium dodecylbenzenesulfonate and carboxymethyl cellulose for surfactant-polymer flooding*. Petroleum Research, 2022.
60. K. Godwin Uranta, S.R.-G., *Studying the Effectiveness of Polyacrylamide (PAM) Application in Hydrocarbon Reservoirs at Different Operational Conditions*. Energies, 2018.
61. T. Fred Ogunkunle, B.A.O., *Comparative analysis of the performance of hydrophobically associating polymers, xanthan and guar gum as mobility controlling agents in enhanced oil recovery application*. King Saud University, 2022.
62. Saiful Hafiz Habib , R.Y., Rabitah Zakaria, *Chemical enhanced oil recovery: Synergetic mechanism of alkali, surfactant and polymer with overview of methyl ester sulfonate as a green alternative for EOR surfactant*. Fuel, 2024.
63. G. Willhite, J.G.D., *Mechanisms of polymer retention in porous media*. Materials Science, 1977.
64. Laura M. Corredor, C.E., *Flow Behavior through Porous Media and Displacement Performance of a SILICA/PAM Nanohybrid: Experimental and Numerical Simulation Study*. ACS Omega, 2024.
65. X.C., *Investigation of Polymer-Assisted CO<sub>2</sub> Flooding to Enhance Oil Recovery in Low-Permeability Reservoirs*. Polymers 2023.
66. Anurag Pandey, S.F.Q., *Advanced multi-wall carbon nanotube-optimized surfactant-polymer flooding for enhanced oil recovery*. Fuel, 2024.
67. Anas M. Hassan, E.W.A.-S., *Manifestations of surfactant-polymer flooding for successful field applications in carbonates under harsh conditions: A comprehensive review*. Petroleum Science and Engineering, 2023.
68. Yaser Ahmadi, M.M., *Introduction to chemical enhanced oil recovery*. Chemical Methods, 2022.
69. Cochard, T., *Injection de tensioactif pour la récupération assistée du pétrole : implication sur les lois régissant les écoulements eau-hydrocarbure-tensioactif en milieu poreux*, 2017.
70. D.L.B.-R., *Silica Nanoparticles in Xanthan Gum Solutions: Oil Recovery Efficiency in Core Flooding Tests*. Nanomaterials, 2023.
71. Salih, T.A., *Rheological Evaluation of Polymer (Sav 10) For Polymer Flooding Applications*. Iraqi Journal of Chemical and Petroleum Engineering, 1997.
72. Lebouachera S.E.L., *Optimisation d'une formmuation EOR chimique pour des réservoirs pétroliers conventionnels*, USTHB University, 2020.
73. Aurora Zamboi, S.F.G., *Optimization of ultrasounds assisted extraction of polysaccharides from cladodes of Opuntia ficus-indica using response surface methodology*. Sustainable Chemistry and Pharmacy, 2024.
74. S.A.-H., *An Overview on Polymer Retention in Porous Media*. Energies, 2018.
75. Kader, H.s.a.e., *Etude rhéologique et physicochimique des systèmes a structure complexe a base de caséinate de sodium* 2009.
76. Siyao Cheng, H.W., Xihao Pan, *Dendritic Hydrogels with Robust Inherent Antibacterial Properties for Promoting Bacteria-Infected Wound Healing*. ACS Appl. Mater. Interfaces, 2022.

77. *Shahenda Mehran, A.A., Synthesis of green thermo-responsive amphoteric terpolymer functionalized silica nanocomposite derived from waste vegetable oil triglycerides for enhanced oil recovery (EOR). Cleaner Production, 2022.*
78. *S.V. Vargas Solano, F.R.-G., chemical composition of nopal mucilage at different maturity stages. Agrocienca, 2022.*
79. *Radman Hosseinzadeh Semnani, M.B.S., Evaluation of the interfacial activity of imidazolium-based ionic liquids and their application in enhanced oil recovery process. Molecular Liquids 2022.*
80. *Pope, M.M.G.A., Experimental Investigation of Polyethylene Oxide Polymer Solutions for Enhanced Oil Recovery in Low-Permeability Carbonate Rocks. SPE, 2022.*
81. *Mariam Shakeel, P.P., Investigation of Brine pH Effect on the Rheological and Viscoelastic Properties of HPAM Polymer for an Optimized Enhanced Oil Recovery Design. ACS Omega, 2022.*
82. *Maria Carolina Otálora, A.W.-T., Use of Opuntia ficus-indica Fruit Peel as a Novel Source of Mucilage with Coagulant Physicochemical/Molecular Characteristics. Polymers, 2022.*
83. *Li Cheng, Y.Q., Development of a High-Strength and Adhesive Polyacrylamide Gel for Well Plugging. ACS Omega, 2022.*
84. *Gang He, H.L., Stable foam systems for improving oil recovery under high-temperature and high-salt reservoir conditions. Petroleum Science and Engineering, 2022.*
85. *Funsho Afolabi, S.M.M., Polymeric surfactants for enhanced oil recovery: A review of recent progress. Petroleum Science and Engineering, 2022.*
86. *E. Hernández-Becerra, M.d.I.A.A.-B., Nopal cladodes (Opuntia Ficus Indica): Nutritional properties and functional potential. Functional Foods, 2022.*
87. *Bruno R. Cancela, L.C.M.P., Rheological study of polymeric fluids based on HPAM and fillers for application in EOR. Fuel, 2022.*
88. *LIU Zheyu, L.Y., Effects of pore structure on surfactant/polymer flooding based enhanced oil recovery in conglomerate reservoirs. PETROLEUM EXPLORATION AND DEVELOPMENT, 2020.*
89. *L.B., Multi-dimensional Nuclear Magnetic Resonance Characterizations of Dynamics and Saturations of Brine/Crude Oil/Mud Filtrate Mixtures Confined in Rocks: The Role of Asphaltene. Energy Fuels, 2013.*
90. *M.T., Coupling Microfluidics Data with Core Flooding Experiments to Understand Sulfonated/Polymer Water Injection. Polymers, 2020.*
91. *J.W., Combination of alkali-surfactant-polymer flooding and horizontal wells to maximize the oil recovery for high water cut oil reservoir. Energy Reports, 2021.*
92. *G.F., Implications of hot chemical-thermal enhanced oil recovery technique after water flooding in shale reservoirs. Energy Reports, 2020.*
93. *BERTIN, H., Ecoulements de uides complexes en milieu poreux : Utilisation de Micelles Géantes pour la Récupération Améliorée du Pétrole, 2011.*
94. *X.C., Experimental investigation on the enhanced oil recovery efficiency of polymeric surfactant: Matching relationship with core and emulsification ability. Petroleum Science, 2023.*
95. *A.M.Z., Experimental investigation into effects of the natural polymer and nanoclay particles on the EOR performance of chemical flooding in carbonate reservoirs. Petroleum Science, 2023.*
96. *Anees Ahmed, A.R., Green Synthesis of Gold and Silver Nanoparticles Using Opuntia dillenii Aqueous Extracts: Characterization and Their Antimicrobial Assessment. Nanomaterials, 2022.*
97. *Abdelkader Ammam, H.Z., Assessment of the anti-inflammatory and analgesic effects of Opuntia ficus indica L. Cladodes extract. Medicine, 2023.*
98. *F. Rodríguez-González, J.P.-G., C, Influence of age on molecular characteristics and rheological behavior of nopal mucilage. Food Science & Nutrition, 2021.*
99. *Luna-Zapién, E.A., Composition, and Physicochemical Properties of Cultivated Cactus Pear Varieties as Influenced by Irrigation, agronomy. 2023.*

100. Teraoka, I., *Polymer Solutions: An Introduction to Physical Properties. Models of Polymer Chains (Pages: 1-67)*, 2002.
101. Akbar Sabzian mellei, A.M., *Synergetic effects of PVP/HEC polymers on rheology and stability of polymeric solutions for enhanced oil recovery at harsh reservoirs*,. *Petroleum Science and Engineering*, 2022.
102. Afeez Gbadamosi, S.P., *Application of Polymers for Chemical Enhanced Oil Recovery: A Review. Polymers* 2022.
103. Abir Razzak, F.M., *Cellulose Fibre from Schinus molle and Its Characterization. Renewable Materials*, 2022.
104. A. Ennawaoui, K.L., Y. Harmen *Cactus Cladode Juice as Bioflocculant in the Flocculation-Thickening Process for Phosphate Washing Plant: A Comparative Study with Anionic Polyacrylamide. Sustainability* 2022.
105. S. Procacci, E.B.Q., G. Platamone, *Opuntia ficus-indica Pruning Waste Recycling: Recovery and Characterization of Mucilage from Cladodes Natural Resources*, 2021.
106. J-G. Bocarando-Chacon, M.C.-V.a., *Raman bands in Ag Nanoparticles obtained in extract of Opuntia ficus-indica plant. Physica*, 2013.
107. Charifa Belhajjia a, A.A., *Synthesis, characterization and adsorption of Malachite green dye using novel materiel produced from opuntia ficus indica. Materials Today: Proceedings*, 2021.
108. Carmencita Lavado-Meza, M.C.F.-P., *Single and Binary Removals of Pb(II) and Cd(II) with Chemically Modified Opuntia ficus indica Cladodes. Molecules*, 2023.
109. Nana Sun, J.H., *Study on the Effect of Polymer-Modified Magnetic Nanoparticles on Viscosity Reduction of Heavy Oil Emulsion. ACS*, 2024.
110. S. S. Ankushrao, V.N.K., *Synthesis And Characterization of Novel Processable Poly (EtherAzomethine)S Containing Cardo Cyclopentylidene Moiety Engineering Science Invention*, 2016.
111. Maje Alhaji Haruna , S.P., *Improved rheology and high-temperature stability of hydrolyzed polyacrylamide using graphene oxide nanosheet. Applied Polymer Sience* 2018.
112. Najeebullah Lashari, T.G., *Impact of a novel HPAM/GO-SiO<sub>2</sub> nanocomposite on interfacial tension: Application for enhanced oil recovery*,. *Petroleum Science and Technology*, 2021.
113. M.C. Otálora, A.W.-T., J.A.G. Castaño, *Extraction and Physicochemical Characterization of Dried Powder Mucilage from Opuntia ficus-indica Cladodes and Aloe Vera Leaves: A Comparative Study. Polymers*, 2021.
114. M. Quintero-García, E.G.-C., *Comparative Analysis of the Chemical Composition and Physicochemical Properties of the Mucilage Extracted from Fresh and Dehydrated Opuntia ficus indica Cladodes. Foods*, 2021.
115. M. Ouhammou, B.N., N. Hidar, R. Ouaabou, *Chemical activation of the skin of prickly pear fruits and cladode Opuntia Megacantha: Treatment of textile liquid discharges. Chemical Engineering*, 2021.
116. José M. Cruz-Rubio, M.M., *Prebiotic potential and chemical characterization of the poly and oligosaccharides present in the mucilage of Opuntia ficus-indica and Opuntia joconostle. Food Chemistry*, 2021.
117. Anil Sevgi, M.Ö., *Extraction, characterization, and rheology of Opuntia ficus indica cladode polysaccharides. Food Processing*, 2021.
118. Anass Benhamou, A.B., *Beneficiation of cactus fruit waste seeds for the production of cellulose nanostructures: Extraction and properties. Natural Fibers*, 2021.
119. Anass Benhamou, *Characteristics of Cellulose Fibers from Opuntia Ficus Indica Cladodes and Its Use as Reinforcement for PET-Based Composites. International Journal of Biological Macromolecules*, 2022.
120. Y. Wang, Z.H., W. Chen, *Stability and rheological properties of HPAM/nanosilica suspensions: Impact of salinity. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2020.

121. W. Chen, Y.W., Z. He, *Stability, rheology and displacement performance of nano-SiO<sub>2</sub>/HPAM/NaCl dispersion systems*. *Fuel*, 2020.
122. W. Chen, Y.W., Z. He, M. Ding, *Improvement of stability of nano-SiO<sub>2</sub>/HPAM/SDS dispersion systems and its effect on oil displacement performances*. *Fuel Chemistry and Technology*, 2020.
123. Caballero, L.R.C., *Préparation et caractérisation physicochimique de gélules réticulées avec du mucilage de cactus extrait de cladodes d' Opuntia Ficus-Indica*. *Molecules*, 2019.
124. Guillermo San Miguel , D.F.-O., *Drying of Prickly Pear (Opuntia ficus-indica (L.) Miller) and Its Potential as a Solid Biofuel*. *agronomy*, 2022.
125. Bahloul, A., Z. Kassab, *Micro- and nano-structures of cellulose from eggplant plant ((Solanum melongena L) agricultural residue*. *Carbohydrate Polymers*, 2020.
126. B. Petera, C.D., G. Pierre, *Rheological Study And Prebiotic Potential Of Cereus Triangularis Cladodes Extract*. 2020.
127. Arba, M., *The Potential of Cactus Pear (Opuntia ficus-indica (L.) Mill.) as Food and Forage Crops*. Springer, 2020.
128. A.A. Torres-Acosta, L.A.D.-C., *Concrete durability enhancement from nopal (opuntia ficus-indica) additions*. *Construction and Building Materials*, 2020.
129. M.C. Otálora, J.A.G.C., A. Wilches-Torres, *Preparation, study and characterization of complex coacervates formed between gelatin and cactus mucilage extracted from cladodes of Opuntia ficus-indica*,. *LWT* 2019.
130. M. Dick, L.D.M., R.C. Rodrigues, *Valorization of Opuntia monacantha (Willd.) Haw. cladodes to obtain a mucilage with hydrocolloid features: Physicochemical and functional performance*. *Biological Macromolecules*, 2019.
131. Luis R. Camelo Caballero , A.-T., *Preparation and Physicochemical Characterization of Softgels Cross-Linked with Cactus Mucilage Extracted from Cladodes of Opuntia Ficus-Indica*. *molecules*, 2019.
132. Y. Bai, X.S., Z. Wang, X. Zhao, *Experimental Study on Hydrophobically Associating Hydroxyethyl Cellulose Flooding System for Enhanced Oil Recovery*. *Energy & Fuels*, 2018.
133. Tomás Jesús Madera-Santana, L.V.R., *Mucilage from cladodes of Opuntia spinulifera Salm-Dyck: chemical, morphological, structural and thermal characterization*. *Food*, 2018.
134. Y.L., *Laboratory studies of the feasibility for microencapsulated polymer flooding*. *Fuel*, 2023.
135. Qi, P., *Effect of polymer viscoelasticity on residual oil saturation*. 2018.
136. Tomás Jesús Madera-Santana , L.V.-R., *Mucilage from cladodes of Opuntia spinulifera Salm-Dyck: chemical, morphological, structural and thermal characterization*. *food*, 2018.
137. F. Tapias, J.N., R. Moreno, *Effects of salts and temperature on rheological and viscoelastic behavior of low molecular weight HPAM solutions*. *Revista Fuentes El Reventón Energético*, 2018.
138. L.Z.a., *Effects of pore structure on surfactant/polymer flooding based enhanced oil recovery in conglomerate reservoirs*. *Petroleum exploration and development*, 2020.
139. C. Quinzio, C.A., M. Alancay, B. Mishima, *Physicochemical and rheological properties of mucilage extracted from Opuntia ficus indica (L. Miller). Comparative study with guar gum and xanthan gum*. *Food Measurement and Characterization*, 2018.
140. P. Kalegowda, A.S.C., S.M. Nanjaraj Urs, *Opuntia dillenii (Ker-Gawl) Haw cladode mucilage: Physico-chemical, rheological and functional behavior*. *Carbohydrate Polymers*, 2017.
141. E. Larrañeta, R.F.D., *Bioadhesive Polymers for Drug Delivery*, in: *Polymers for Biomedicine*. 2017.
142. M. Contreras-Padilla, M.E.R.-G., *Physicochemical and rheological characterization of Opuntia ficus mucilage at three different maturity stages of cladode*. *European Polymer*, 2016.
143. A. Degbe, K.M., S. Tchegueni, *Biosorption of methylene blue solution: Comparative study of the cactus (Opuntia ficus indica) of Lomé (CL) and Marrakech (CM)*. 2016.

144. Isela Rojas-Molina, E.G.-C., *Characterization of Calcium Compounds in Opuntia ficus indica as a Source of Calcium for Human Diet*,. Chemistry, 2015.
145. I. Rojas-Molina, E.G., M. Bah, A. Rojas-Molina, *Characterization of Calcium Compounds in Opuntia ficus indica as a Source of Calcium for Human Diet*. Chemistry, 2015.
146. M. E. Rodríguez-García, *Physicochemical Characterization of Nopal Pads (Opuntia ficus indica) and Dry Vacuum Nopal Powders as a Function of the Maturation*. Plant Foods for Human Nutrition, 2007.
147. M.E. Malainine, A.D., D. Dupeyre, *First Evidence for the Presence of Weddellite Crystallites in Opuntia ficus indica Parenchyma*. Biosciences, 2014.
148. M. Contreras-Padilla, E.R.-M., E. Gutiérrez-Corte, *Characterization of crystalline structures in Opuntia ficus-indica*. Biological Physics, 2014.
149. Y. Sun, L.S., B. Bai, *Measurement and Impact Factors of Polymer Rheology in Porous Media*. Petroleum Engineering, 2012.
150. Xian-Ke Zhong, X.J., Feng-Ying Lai, *Chemical analysis and antioxidant activities in vitro of polysaccharide extracted from Opuntia ficus indica Mill. cultivated in China*. Carbohydrate Polymers, 2010.
151. A. Samanta, A.B., K. Ojha, *Effects of Alkali, Salts, and Surfactant on Rheological Behavior of Partially Hydrolyzed Polyacrylamide Solutions*. Chem. Eng, 2010.
152. P.V. Monje, E.J.B., *Complex biomineralization pattern in cactaceae*. Plant Physiology, 2004.
153. L. Medina-Torres, E.B.-D.L.F., *Rheological properties of the mucilage gum (Opuntia ficus indica)*. Food Hydrocolloids, 2000.
154. Y.B., *Microstructure, dispersion, and flooding characteristics of intercalated polymer for enhanced oil recovery*. Molecular Liquids, 2021.
155. Rinaudo, M., *Chitin and Chitosan: Properties and Applications*. Progress in Polymer Science, 33, 720-783, 2008.
156. Du, Y., Zhang, Y., & Yang, Y, *Structure and Rheological Properties of Polysaccharides: A Review*. Carbohydrate Polymers, 103, 1-11, 2014.
157. Sharma, M., Tiwari, A., & Sharma, D, *Mucilage from Opuntia ficus-indica as a Green Polymer: A Review*. Carbohydrate Polymers, 149, 81-88, 2016.
158. Liu, J., Yang, Z., & Yu, D, *The Mobility and Performance of Oil in Porous Media: A Review*. Journal of Petroleum Science and Engineering, 86-87, 17-29, 2012.
159. Zhou, Q., Wei, Z., & Wang, Y, *Properties of Polyacrylamide: From Synthesis to Applications*. Journal of Applied Polymer Science, 121, 101-107, 2011.
160. Alhassan, S.I., Adam, Z., & Ibraheem, A., *Synergistic Effects of Biopolymers on Oil Recovery Performance*. Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects, 37(14), 1495-1504., 2015.