

N° d'ordre : 3642

THESE

En vue de l'obtention du : **DOCTORAT**

Centre de Recherche : Centre de Recherche en Énergie

Structure de Recherche : Équipe de Thermodynamique et Énergétique

Discipline : Physique

Spécialité : Mécanique et Énergétique

Présentée et soutenue le 28/06/2022 par :

Hanane SGHIOURI EL IDRISSE

**Propriétés Thermo-physique, Mécanique, Chimique et Minéralogiques des
Matériaux Pétroliers et leur Valorisation. Application aux schistes
Bitumineux de TIMAHDIT-(MAROC)**

JURY

Azzedine EL MIDAOUI	PES, Président Université Ibn Tofaïl - Kenitra	Président
Abderrahim DINANE	PES, Marine Royale, Ecole Royale Navale-Casablanca	Rapporteur/ Examineur
Brahim MESSNAOUI	PH, Université Cadi Ayyed, Ecole Nationale des Sciences Appliquées-Safi	Rapporteur/ Examineur
Hanae LOUTFI	PES, Université Mohammed V, Faculté des sciences - Rabat	Rapporteur/ Examineur
Asmae ARBAOUI	PES, Université Mohammed V, Faculté des sciences - Rabat	Examineur
Mohammed Ouadi BENSALAH	PES, Université Mohammed V, Faculté des sciences - Rabat	Examineur
Abdellaziz KHTIRA	PES, Université Mohammed V, Faculté des sciences - Rabat	Examineur
Lahcen AZRAR	PES, Université Mohammed V, École Nationale supérieure d'Arts et Métiers - Rabat	Examineur
Abderrahim SAMAOUALI	PES, Université Mohammed V, Faculté des sciences - Rabat	Directeur de Thèse

Année Universitaire : 2021-2022

Dédicace

Je dédie ce travail de Thèse tout d'abord à mes parents :

*Mon père : **Mohammed SGHIOURI EL IDRISI** et ma mère **Najoua AYARI**.*

Tout au long de mon cursus, ils m'ont toujours soutenue, encouragée et aidée.

Ils ont su me donner toutes les chances pour réussir. Qu'ils trouvent, dans la réalisation de ce travail, l'aboutissement de leurs efforts ainsi que l'expression de ma plus affectueuse gratitude.

*Je remercie mes frères **Abdhakim** et **Amine** d'avoir partager leur joie de vivre et m'avoir ainsi soutenue dans mes efforts.*

Je vous aime ...

Remerciement

Le présent travail a été effectué au sein du Laboratoire de Thermodynamique et Énergétique à la Faculté des Sciences de Rabat, sous la direction de Monsieur ***Abderrahim SAMAOUALI***, Professeur de l'Enseignement Supérieur à la Faculté des Sciences de Rabat et responsable de l'Equipe de Thermodynamique et Énergétique.

Je souhaite tout d'abord remercier mon encadrant Pr. ***Abderrahim SAMAOUALI***, Professeur de l'Enseignement Supérieur à la Faculté des Sciences de Rabat et responsable de l'Equipe de Thermodynamique et Énergétique, qui m'a encadrée avec patience durant la réalisation de ce travail. Ses conseils m'ont été bien utiles, notamment pour la rédaction de cette thèse. Les mots me font défaut pour lui exprimer ma plus profonde reconnaissance pour son expertise, sa disponibilité et ses idées originales qui ont servi à améliorer le contenu de cette thèse.

Je voudrais également exprimer mes plus sincères remerciements à tous les Professeurs de notre ***Centre de Recherche en Énergie, Équipe de Thermodynamique et Énergétique***, de la Faculté des Sciences, Université Mohammed V de Rabat d'avoir partagé leur soutien et leurs grandes connaissances.

Je remercie spécialement, Monsieur le Professeur ***Azzedine EL MIDAOUI***, Président de l'Université Ibn Tofaïl de Kenitra d'avoir bien voulu accepter la présidence du Jury de cette Thèse, malgré ses multiples occupations et ses nombreuses charges.

J'aimerais remercier Monsieur ***Abderrahim DINANE***, Professeur de l'Enseignement Supérieur à l'École Royale Navale, Marine Royale de Casablanca, en qualité de Rapporteur et Examineur, pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail et de consacrer une partie de son temps à son analyse.

Je tiens à remercier, également, le Rapporteur et Examineur de ce travail, Madame ***Hanae LOUTFI***, Professeur de l'Enseignement Supérieur à la Faculté des Sciences de Rabat, Université Mohammed-V, pour l'intérêt qu'il a témoigné à l'égard de mon travail.

Je tiens à remercier, également, le Rapporteur et Examineur de ce travail, Monsieur **Brahim MESSNAOUI**, Professeur Habilité à École Nationale des Sciences Appliquées de Safi, Université Cadi Ayyed, pour l'intérêt qu'il a témoigné à l'égard de mon travail.

Je tiens à remercier Madame, **Asmae ARBAOUI**, Professeur de l'Enseignement Supérieur à la Faculté des Sciences de Rabat, en qualité d'Examineur, d'avoir bien voulu s'intéresser et participer à l'évaluation de ce travail en tant qu'examineur.

Je remercie particulièrement, Monsieur **Mohamed OUADI BENSALAH**, Professeur de l'Enseignement Supérieur à la Faculté des Sciences de Rabat, d'avoir bien voulu accepter la participation au Jury de cette Thèse.

Je tiens à remercier Monsieur, **Abdellaziz KHTIRA**, Professeur de l'Enseignement Supérieur à la Faculté des Sciences de Rabat, en qualité d'Examineur, pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail et d'être membre de Jury.

Je remercie particulièrement, Monsieur **Lahcen AZZRAR**, Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Rabat, d'avoir bien voulu accepter membre du Jury de cette Thèse.

Ce travail a été réalisé dans le cadre du Projet d'Action Intégrée PHC Toubkal/15/18 Campus France : **32427VH**. Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à nos partenaires de l'Université de Lorraine, École Nationale de Géologie, Géo ressources Nancy (France), pour leur aimable collaboration scientifique et leur participation au développement de ce projet.

J'adresse mes remerciements à **Mr. Yves GERAUD**, Professeur à l'École Nationale Supérieure de Géologie de Nancy (Université de Lorraine) qui m'a accueillie pendant ma période de stage en France au sein de son Laboratoire. Qu'il trouve ici ma grande reconnaissance et gratitude de m'avoir fourni les outils nécessaires au bon déroulement de mon stage et de m'avoir aidée à la réalisation des analyses pétro physiques.

Je tiens à remercier aussi tous mes Professeurs et mes collègues de l'équipe avec qui j'ai eu le plaisir de travailler et de partager les connaissances scientifiques en particulier, **Pr. EL RHAFARI Younes**. Je suis heureuse de leur témoigner ici toute ma reconnaissance et ma sympathie.

RÉSUMÉ

Les schistes bitumineux sont des roches métamorphiques qui constituent une ressource importante en énergie. En effet, sa matière organique fossile est formée principalement de kérogène. Ils peuvent être exploités de deux manières différentes : soit par pyrolyse pour extraire du pétrole ou par combustion directe dans des centrales électriques pour la production d'électricité. L'objectif principal de ce travail est d'étudier expérimentalement les caractéristiques thermo physiques, mécaniques, chimiques et minéralogiques des schistes bitumineux pour les trois couches M, X et Y de la région de TIMAHDIT (Maroc). Et par la suite, valoriser leurs déchets, mélangés avec du ciment, comme matériaux de construction dans les bâtiments. L'approche expérimentale que nous avons choisie consiste à étudier le comportement thermique, pétro physique, chimique et minéralogique de ce matériau pétrolier. Ceci est témoin d'une dispersion très importante de la teneur en matière organique et ce, afin d'identifier la nature de la roche et de mieux comprendre les processus de transferts de chaleur et de propagation des ondes sismiques. L'analyse microstructurale, chimique et minéralogique des différents échantillons ont été effectuées en utilisant le Microscope Electronique à Balayage couplée à EDX (MEB –EDX), la Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF), l'analyse thermique (ATG /ATD) et la diffraction de Rayon X (DRX). Les analyses petro- physiques ont été effectuées en utilisant la porosité par injection de Mercure, la perméabilité et les vitesses de propagation des ondes sismiques (V_p et V_s). Par ailleurs, les propriétés thermo-physiques (la conductivité thermique λ , la capacité thermique C , la diffusivité thermique D et l'effusivité thermique E sont évaluées en fonction de la masse volumique de la matière organique, et ce à différentes températures (20 °C, 30°C, 40°C, 50°C et 60°C). L'incorporation des déchets de schistes dans le ciment portland a été étudiée en fonction de la température. Ces déchets permettent de diminuer les propriétés thermo-physiques dans le domaine de température étudié. Ce nouveau matériau, ciment en présence de déchet de schistes, présente une grande capacité d'isolation thermique dans le domaine de l'efficacité énergétique des bâtiments.

Mots clé : Schistes bitumineux, TIMAHDIT, Étude Petro-physique, Thermo-physique, Minéralogique, Chimique, Couche M, X, Y, Porosité, MEB, Mortiers, Efficacité Énergétique.

ABSTRACT

Bituminous shales are metamorphic rocks and present an important resource in energy. Indeed, its fossil organic matter consists mainly of kerogen. They can be exploited in two different ways: either by pyrolysis to extract oil or by direct combustion in power stations for production. The main objective of this work is to study experimentally the thermophysical, mechanical, chemical and mineralogical characteristics of Bituminous shale for the three layers M, X and Y of the TIMAHDIT region (Morocco). The properties of bituminous shale waste mixed with cement are also studied as building materials in the construction industry. Different experimental approaches are used to study the Bituminous shales as the thermal, petrophysical, chemical and mineralogical behaviour of this petroleum material. This shows a very important dispersion of the organic matter content in order to identify the nature of the rock and to better understand the processes of heat transfer and propagation of seismic waves. The microstructural, chemical and mineralogical analysis of the various samples was carried out using the EDX-coupled scanning electron microscope (SEM –EDX), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (IRTF) analysis, thermal analysis (ATG/ATD) and X-ray diffraction (DRX). The petrophysical analyses were carried out using porosity by Mercury injection. The permeability and propagation rates of seismic waves (V_p and V_s) are determined. The thermo-physical properties (thermal conductivity λ , thermal capacity C , thermal diffusivity D and thermal effusivity E) are evaluated in relation to the density of organic materials, at different temperatures (20°C, 30°C, 40°C, 50°C and 60°C). The incorporation of shale waste into Portland cement has been studied at various temperatures. These wastes reduce the thermo-physical properties in the range of the studied temperatures. This new material, cement in the presence of shale waste, has a high thermal insulation capacity in the field of energy efficiency of buildings.

Keywords: Oil shales, TIMAHDIT, Physical Petro Study, Thermophysical, Mineralogical, Chemical, M Layer, X, Y Layer, Porosity, SEM, Mortars, Energy Efficiency.

Production Scientifique : Publications

1. **Sghiouri El Idrissi, H.**, Samaouali, A., El Rhaffari, Y., El Alami, S., Géraud, Y. « *Caractérisation des propriétés pétrophysiques des couches de schiste bitumineux de TIMAHDIT au Maroc* ». Géosciences (Suisse), 2020, 10(9), pp. 1-10, 337.
2. **Sghiouri El Idrissi, H.**, El Rhaffari, Y., Nasry, O., Bouhaddour, N., and Samaouali, A. « *Thermo-physical characterization of oil shal from the timahdit region in Morocco* ». JP Journal of Heat and Mass Transfer, Volume 24, Number 1, 2021, pp. 97-111, ISSN: 0973-5763.
3. Samaouali, A., **Sghiouri El Idrissi, H.**, El Rhaffari, Y., Soulami, H., Charia, M. « *Caractérisation de la conductivité thermique et de la porosité des pierres calcarénites utilisées dans les bâtiments historiques* ». JP Journal of Heat and Mass Transfer 2020, 21(2), pp. 237-250.
4. Moufakkir, A., Belarouf, S., **Sghiouri El Idrissi, H.**, Fertahi, S.-D., Charia, M. « *Simulation numérique et expérimentation de conductivité thermique sur terre rouge dopée et renforcée d'une substance métallique à différentes teneurs* ». JP Journal of Heat and Mass Transfer, lien est désactivé, 2021, 22(2), pp. 217-230
5. Nasry, O., Samaouali, A., Belarouf, S., Moufakkir, A., **Sghiouri El Idrissi, H.** « *Propriétés thermo physiques du mortier de ciment contenant de la poudre de verre usagé Cristaux* ». 2021, 11(5), 488.
6. Nasry, O., Samaouali, A., **Sghiouri El Idrissi, H.**, Bouhaddour, N., Alaoui, A.H. « *Experimental Study of the Thermophysical Properties of the Red Earth Composite Stabilized with Cement Containing Waste Glass Powder* ». 2022, 12(3), 396

Liste des Communications Scientifiques

1. **Sghiouri El Idrissi, H.**, El Ouahli, A., El Rhaffari, Y., Hrait, M., Charia, M., Bernatchou, A., Samaouali, A. « *Caractérisation thermo physique de la roche basaltique utilise comme matériau de construction des anciens bâtiments. Architectural Heitage* ». Science, Issues and Prospects Ripam -Rabat 2019.
2. **Sghiouri El Idrissi, H.**, El Rhaffari, Y., El boubkraoui el Alaoui, L., Samaouali, A., Geraud b, Y. « *Caractérisation Thermophysique de la roche basalt de Timahdite-Maroc* ». Congrès CMSS Rabat 2017

Liste des symboles utilisés

C_M	:	La concentration molaire
$K(T)$:	La constante de la vitesse
$f(C)$:	Le modèle cinétique décrivant le mécanisme de la réaction
P	:	La masse Volumique (kg/m^3)
m	:	La masse de la substance homogène (kg)
V	:	Le volume (m^3)
d_{ps}	:	La densité absolue ou densité propre ou Densité phase solide (g/cm^3)
M	:	La masse de l'échantillon (kg)
V_s	:	Le volume de la phase solide des grains (m^3)
V_t	:	Le volume total de l'échantillon (m^3)
V_p	:	Le volume total des pores (m^3)
d_{app}	:	La densité apparente (g/cm^3)
n	:	La porosité (%)
V_{total}	:	Le volume total du matériau (m^3)
V_v	:	Le volume de vide (m^3),
e_v	:	L'indice de vide
T	:	La température en ($^{\circ}C$)
$\vec{\varphi}$:	La densité de flux thermique (W/m^2)
λ	:	La conductivité thermique du matériau ($W/m.K$)
c_m	:	La capacité thermique massique du matériau ($J/kg.K$)
Φ	:	Le flux thermique échangé Watt (W)
S	:	La surface du corps en contact avec le fluide en (m^2)
h	:	Le coefficient de Newton en ($W/m^2.K$)
c_v	:	La capacité thermique volumique du matériau ($J.m^{-3}.K^{-1}$)

t	:	Le temps (s)
$x, y \text{ et } z$:	Les coordonnées cartésiennes
ε	:	La fraction volumique d'un constituant
λ_f	:	La conductivité thermique du fluide ($W/m.K$)
λ_{eq}	:	La conductivité thermique équivalente capacité thermique volumique
λ_s	:	La conductivité thermique du solide ($W/m.K$)
λ_{\parallel}	:	La conductivité thermique en modèle parallèle ($W/m.K$)
λ_{\perp}	:	La conductivité thermique en modèle série ($W/m.K$)
c_{veq}	:	La capacité thermique volumique équivalente
θ	:	La part du dispositif en conduction série
λ_m	:	La conductivité thermique de la matrice ($W/m.K$)
λ_{ch}	:	La conductivité thermique de la charge ($W/m.K$)
R_c	:	Le rayon du capillaire
J	:	Le flux volumique ($m^3/m/s$)
μ	:	La viscosité dynamique ($Pa.s$)
P	:	La pression (Pa)
θ'	:	L'angle entre le mercure liquide et la vapeur ($\theta = 130^\circ$)
P_c	:	La pression capillaire
E	:	L'effusivité thermique ($J.K^{-1}m^{-2}s^{-1/2}$)
D	:	La diffusivité thermique (m^2/s)
c_2	:	Le facteur intervenant dans la formation d'une chaîne conductrice de molécules
c_1	:	Le facteur d'effet sur la cristallinité de la matrice
λ_{eff}	:	La conductivité thermique effective
N	:	Une constante empirique
σ	:	La tension superficielle du mercure ($dynes/cm$)

K	:	La perméabilité (m)
J_g	:	Le flux massique de gaz ($g/m/s$)
ρ_g	:	La densité du gaz (g/m^3)
μ_g	:	La viscosité ($Pa.s$)
K_a	:	La perméabilité apparente
M_g	:	La masse molaire du gaz utilisé ($g.mol$)
R	:	La constante des gaz parfaits ($= 8,31 J.mol^{-1}.K^{-1}$)
Q	:	Le débit volumique ($m^3.s^{-1}$)
μ_g	:	La viscosité indépendante de la pression
L	:	La longueur de l'échantillon (m)
τ	:	Le temps (s)
v_p	:	La vitesse du Compression (m/s)
v_s	:	La vitesse du cisaillement (m/s)
q	:	La puissance de la source
x	:	La distance entre la source et le capteur thermique (m)
λ_{std}	:	La conductivité thermique standard ($W/m.K$)
n'	:	L'ordre de la diffraction
λ_l	:	La longueur d'onde du faisceau de rayons X
d	:	La distance entre deux plans réticulaire (hkl)
α	:	L'angle d'incidence des rayons X
δ	:	La compacité
Ψ	:	Le facteur géométrique appelé sphéricité
V_{AC}	:	Le volume compacté
V_{SC}	:	Le volume non compacté

Lexiques

- Plutoniques** : *des roches magmatiques grenues, en général de grande extension géographique (formant un pluton). On les rencontre dans les massifs montagneux, jeunes (Alpes, Himalaya, Andes) ou vieux (Massif armoricain, Massif central, Appalaches).*
- Clivage** : *Est l'aptitude de certains minéraux à se fracturer selon des surfaces planes dans des directions privilégiées lorsqu'ils sont soumis à un effort mécanique (un choc ou une pression continue)*
- Protolithe** : *Est une roche originale avant sa transformation par un phénomène géologique, comme le métamorphisme mais aussi les déformations tectoniques*
- Gneiss** : *Est une roche métamorphique de la croûte continentale contenant du quartz, du mica, des feldspaths plagioclases et parfois du feldspath alcalin, tous suffisamment gros pour être identifiés à l'œil nu.*
- Quartzite** : *Le quartzite est une roche siliceuse massive, constituée de cristaux de quartz soudés. Il présente une cassure conchoïdale. Sa couleur est généralement claire*
- Marbre** : *Est une roche métamorphique dérivée du calcaire et constituée principalement de cristaux de calcite*
- Diagenèse** : *Est l'ensemble des processus qui interviennent dans la transformation des sédiments en roches sédimentaires ; ils peuvent débuter sur le fond (si sédimentation aquatique), la diagenèse est dite précoce ou se poursuivre quand ils sont enfouis sous d'autres sédiments, la diagenèse est dite tardive.*
- Acritarches** : *Sont des microfossiles à paroi organique, c'est-à-dire des palynomorphes, auxquels il n'est pas possible d'attribuer une affinité biologique avec certitude*
- Facies** : *En géologie, le terme de faciès (du latin qui signifie « aspect ») est un terme général qui est employé dans plusieurs champs de la discipline.*
- Causse moyen atlasique** : *Offre les paysages classiques de hauts plateaux calcaires, d'où l'appellation de causse, ce qui implique tout un ensemble de conditions lithologiques, hydrologiques et morphologiques.*
- Moyen Atlas plissé** : *Compte parmi les chaînes les mieux arrosées du Maroc. La situation élevée des affleurements calcaires du Lias et accessoirement du Dogger, favorise leur alimentation par les précipitations et par la fonte des neiges*

- Anticlinal** : *Un anticlinal est une structure géologique consistant en un pli convexe dont le cœur est occupé par les couches géologiques les plus anciennes*
- Sédiment** : *Est un ensemble de particules en suspension dans l'eau, l'atmosphère ou la glace et qui a fini par se déposer sous l'effet de la pesanteur, souvent en couches ou strates successives.*
- Matrice** : *Qui signifie « mère » est un élément qui fournit un appui ou une structure, et qui sert à entourer, à reproduire ou à construire.*
- Inclusion** : *Il a réservé le terme d'intégration aux rapports entre systèmes.*
- Foum Khnag** : *Est un col et a une altitude de 1 921 mètres. Lieu : Maroc est située à proximité de Oued Lakhwikhat.*

Légende des tableaux

TABLEAU. I- 1: COMPOSITION GLOBALE DES SCHISTES BITUMINEUX DE TIMAHDIT ET TARFAYA (% POIDS).	22
TABLEAU. II- 1: CLASSIFICATION DE LA POROSITE SELON L'UNION INTERNATIONALE DE LA CHIMIE PURE ET APPLIQUEE	31
TABLEAU. II- 2: CARACTERISTIQUES MECANIQUE ET ELECTRIQUES DE L'APPAREIL CT- METRE.....	62
TABLEAU. II- 3: PRINCIPALES TECHNIQUES D'ANALYSE THERMIQUE.....	63
TABLEAU. II- 4: CARACTERISTIQUES DU JEOL JSM IT-100.....	68
TABLEAU. III- 1: LA MICROANALYSE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE POUR CINQ POSITIONS DU COUCHE M PAR EDX.....	85
TABLEAU. III- 2; LA MICROANALYSE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE POUR LES CINQ POSITIONS DU COUCHE X PAR EDX.....	87
TABLEAU. III- 3: MICROANALYSE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE POUR LES CINQ POSITIONS DU COUCHE Y PAR EDX.....	90
TABLEAU. III- 4: ANALYSE CHIMIQUE PAR EDX (MOYEN) POUR LES COUCHES M, X ET Y.....	92
TABLEAU. III- 5: CLASSIFICATION DES COUCHES EN FONCTION DE LA TENEUR EN MATIERE ORGANIQUE	94
TABLEAU. III- 6: RESULTATS DE LA POROSITE PAR INJECTION DE MERCURE.....	99
TABLEAU. III- 7: RESULTATS DE LA POROSITE PAR INJECTION DE MERCURE ET PERMEABILITE.....	100
TABLEAU. III- 8: PROPRIETES ACOUSTIQUES DES COUCHES M, X ET Y.....	101
TABLEAU. III- 9: PROPRIETES PHYSIQUES DES COUCHES M, X ET Y	103
TABLEAU. III- 10: PROPRIETES THERMIQUES DES COUCHES M, X ET Y	105
TABLEAU. III- 11: PROPRIETES THERMIQUES ET ACOUSTIQUES DES COUCHES M, X ET Y.....	105
TABLEAU. III- 12: CLASSEMENT DES COUCHES EN FONCTION DE LA TENEUR EN MATIERE ORGANIQUE ET DE LA MASSE VOLUMIQUE	107
TABLEAU. III- 13: LA CONDUCTIVITE THERMIQUE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE	108
TABLEAU. III- 14: LA CAPACITE THERMIQUE VOLUMIQUE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE	109
TABLEAU. III- 15: LA CAPACITE THERMIQUE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE	110
TABLEAU. III- 16: DIFFUSIVITE THERMIQUE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE	112
TABLEAU. III- 17: EFFUSIVITE THERMIQUE AVEC VARIATION DE LA TEMPERATURE	113
TABLEAU. III- 18: MASSE DES MATERIAUX POUR CHAQUE ECHANTILLON	117
TABLEAU. III- 19: MASSES VOLUMIQUES DES ECHANTILLONS (AVEC ET SANS COMPACTAGE)	118
TABLEAU. III- 20: VALEURS EXPERIMENTALES DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE EN FONCTION DE LA MASSE VOLUMIQUE A LA TEMPERATURE AMBIANTE.....	120
TABLEAU. III- 21: RESULTATS EXPERIMENTAUX RELATIFS A L'INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA CONDUCTIVITE THERMIQUE A DIFFERENTES TEMPERATURES (20, 30, 40, 50 ET 60°C).....	123
TABLEAU. III- 22: RESULTATS EXPERIMENTAUX RELATIFS A L'INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA CAPACITE THERMIQUE A DIFFERENTES TEMPERATURE (20, 30, 40, 50 ET 60°C).	127
TABLEAU. III- 23: RESULTATS EXPERIMENTAUX RELATIFS A L'INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA CAPACITE THERMIQUE MASSIQUE A DIFFERENTES TEMPERATURE (20, 30, 40, 50 ET 60°C).....	131
TABLEAU. III- 24: RESULTATS EXPERIMENTAUX RELATIFS A L'INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA DIFFUSIVITE THERMIQUE A DIFFERENTES TEMPERATURE (20, 30, 40, 50 ET 60°C).	135
TABLEAU. III- 25: VALEURS DE L'EFFUSIVITE THERMIQUE EN FONCTION DU POURCENTAGE DES DECHETS DES SCHISTE BITUMINEUX A CHAQUE TEMPERATURE (20°, 30°, 40°, 50° ET 60°C).	139

Légende des figures

FIGURE I.1 : CYCLE DES ROCHES	7
FIGURE. I- 2: SCHEMA EXPLICATIF DE LA COMPOSITION GENERALE DES FACIES	9
FIGURE. I- 3 : POSITION RELATIVE DES DIFFERENTS TYPES DE KEROGENES SELON LE DIAGRAMME DE VAN KREVELEN	11
FIGURE. I- 4: REPARTITION DES SCHISTES BITUMINEUX DANS LE MONDE	14
FIGURE. I- 5: LES GISEMENTS DES SCHISTES BITUMINEUX DU MAROC	15
FIGURE. I- 6: CARTE TOPOGRAPHIQUE DU GISEMENT DE TIMAHDIT	18
FIGURE. I- 7: COUPE STRATIGRAPHIQUE GENERALISEE DU GISEMENT DE SCHISTES BITUMINEUX DE TIMAHDIT DANS LE SYNCLINAL D'EL KOUBBAT MAROC	21
FIGURE. II- 1: EXEMPLE D'UN MILIEU POREUX.....	25
FIGURE. II- 2: SCHEMA REPRESENTATIF DE LA DENSITE DES PHASES SOLIDES ET DE LA POROSITE	29
FIGURE. II- 3: STRUCTURES INTERNES D'UN MODELE SERIE	40
FIGURE. II- 4: ILLUSTRATION DU MODELE PARALLELE	41
FIGURE. II- 5: ILLUSTRATION DU MODELE DE WILLY ET SOUTWICK	43
FIGURE. II- 6: ILLUSTRATION DU MODELE DE KRISCHER.....	43
FIGURE. II- 7: REPRESENTATION SCHEMATIQUE DE LA NOTION DE MILIEU EFFECTIF	46
FIGURE. II- 8: SCHEMA DE LA CELLULE UTILISEE POUR LA MESURE DE LA POROSITE PAR INJECTION DE MERCURE.....	51
FIGURE. II- 9: PHOTO DU DISPOSITIF D'ACQUISITION DES PERMEABILITES AU LABORATOIRE	56
FIGURE. II- 10: PROTOCOLE DE MESURE DES ONDES PET S	58
FIGURE. II- 11: DISPOSITIF EXPERIMENTAL DE MESURE DE CONDUCTIVITE THERMIQUE TCS	59
FIGURE. II- 12: BOITE A GANT HERMETIQUE REGULEE EN TEMPERATURE DE 15°C A 80°C.....	60
FIGURE. II- 13: APPAREIL DE MESURE DES PARAMETRES THERMO-PHYSIQUES CT-METRE.....	60
FIGURE. II- 14: SPECTROSCOPIE INFRAROUGE A TRANSFORMEE DE FOURRIER	63
FIGURE. II- 15: MODES DE PROGRAMMATION DE LA TEMPERATURE EN ANALYSE THERMIQUE	64
FIGURE. II- 16: APPAREIL (ATG/ATD) LAB SYSTEM Evo (SETARAM)	65
FIGURE. II- 17: PRINCIPE DES INTERACTIONS ELECTRONS-MATIERE	66
FIGURE. II- 18: PRINCIPE RAYONNEMENT POUR LE MEB	67
FIGURE. II- 19: PARTIE INFORMATIQUE.....	69
FIGURE. II- 20: POMPE A ROTATION	69
FIGURE. II- 21: UNITE CENTRALE DU MEB	69
FIGURE. II- 22: PARAMETRES D'OBSERVATION	69
FIGURE. II- 23: EXEMPLE DU SPECTRE DES ENERGIES DES RAYONS X DISPERSE.....	70
FIGURE. II- 24: PRINCIPE DE LA DIFFRACTION DES RAYONS X.....	71
FIGURE. II- 25: DIFFRACTOMETRE X'PERT-PRO.....	71
FIGURE. III- 1: ECHANTILLONS DES COUCHES M, Y ET X DE SCHISTE BITUMINEUX DU GISEMENT DE TIMAHDIT	75
FIGURE. III- 2: ANALYSE MINERALOGIQUE QUALITATIVE PAR DIFFRACTION DES RAYONS X D'UN ECHANTILLON DE LA COUCHE M DES SCHISTES BITUMINEUX DE TIMAHDIT.....	76
FIGURE. III- 3: ANALYSE MINERALOGIQUE QUALITATIVE PAR DIFFRACTION DES RAYONS X D'UN ECHANTILLON DE LA COUCHE X DES SCHISTES BITUMINEUX DE TIMAHDIT	76
FIGURE. III- 4: ANALYSE MINERALOGIQUE QUALITATIVE PAR DIFFRACTION DES RAYONS X D'UN ECHANTILLON DE LA COUCHE Y DES SCHISTES BITUMINEUX DE TIMAHDIT	77
FIGURE. III- 5: ANALYSE MINERALOGIQUE QUALITATIVE PAR DIFFRACTION DES RAYONS X POUR LES TROIS COUCHES M, X ET Y DES SCHISTES BITUMINEUX DE LA REGION DU TIMAHDIT.....	77
FIGURE. III- 6: SPECTRE IRTF DE LA COUCHE M DE SCHISTES BITUMINEUX DE TIMAHDIT.....	78
FIGURE. III- 7: SPECTRE IRTF DE LA COUCHE X DE SCHISTES BITUMINEUX DE TIMAHDIT	79
Figure. III- 8: Spectre IRTF de la couche Y de schistes bitumineux de TIMAHDIT.....	80

FIGURE. III- 9: ANALYSE THERMIQUE ATG ET ATD POUR LES COUCHES M, X ET Y DES SCHISTES BITUMINEUX DE TIMAHDIT A 20°C MIN ⁻¹	82
FIGURE. III- 10: IMAGE DU MEB POUR LA COUCHE M (*10000-1µM).....	84
FIGURE. III- 11: IMAGE DU MEB POUR COUCHE X (*10000-1µM)	84
FIGURE. III- 12: IMAGE DU MEB POUR LA COUCHE Y (*10000-1µM)	84
FIGURE. III- 13: IMAGE DU MEB POUR LES TROIS COUCHES M, X ET Y DES SCHISTES BITUMINEUX AVEC UN GRANDISSEMENT 10000, 1µM A FACULTE DES SCIENCES RABAT	84
FIGURE. III- 14: IMAGE DU MEB POUR LA COUCHE M (*2500-10µM).....	84
FIGURE. III- 15: IMAGE DU MEB POUR LA COUCHE X (*2500-10µM)	84
FIGURE. III- 16: IMAGE DU MEB POUR LA COUCHE Y (*2500-10µM)	84
FIGURE. III- 17: IMAGE DU MEB POUR LES TROIS COUCHES M, X ET Y DES SCHISTES BITUMINEUX AVEC UN GRANDISSEMENT 2500, 10 µM A FACULTE DES SCIENCES RABAT	84
FIGURE. III- 18: IMAGE DU MEB POUR LA COUCHE M (*5000-5µM).....	84
FIGURE. III- 19: IMAGE DU MEB POUR LA COUCHE X (*5000-5µM)	84
FIGURE. III- 20: IMAGE DU MEB POUR LA COUCHE Y (*5000-5µM)	84
FIGURE. III- 21: IMAGE DU MEB POUR LES TROIS COUCHES M, X ET Y DES SCHISTES BITUMINEUX AVEC UN GRANDISSEMENT 5000, 5 µM A FACULTE DES SCIENCES RABAT	84
FIGURE. III- 22: IMAGE DE MEB COUCHE M (POSITION 1).....	85
FIGURE. III- 23: IMAGE D'EDX COUCHE M (POSITION 1)	85
FIGURE. III- 24: IMAGE DE MEB COUCHE M (POSITION 2)	86
FIGURE. III- 25: IMAGE D'EDX COUCHE M (POSITION 2)	86
FIGURE. III- 26: IMAGE DE MEB COUCHE M (POSITION 3)	86
FIGURE. III- 27: IMAGE D'EDX COUCHE M (POSITION 3)	86
FIGURE. III- 28: IMAGE DE MEB COUCHE M (POSITION 4)	86
FIGURE. III- 29: IMAGE D'EDX COUCHE M (POSITION 4)	86
FIGURE. III- 30: IMAGE DE MEB COUCHE M (POSITION 5)	86
FIGURE. III- 31: IMAGE D'EDX COUCHE M (POSITION 5)	86
FIGURE. III- 32: IMAGES DE MEB ET EDX POUR LES CINQ POSITIONS DE LA COUCHE M.....	86
FIGURE. III- 33: IMAGE DE MEB COUCHE X (POSITION 1).....	88
FIGURE. III- 34: IMAGE D'EDX COUCHE X (POSITION 1).....	88
FIGURE. III- 35: IMAGE DE MEB COUCHE X (POSITION 2).....	88
FIGURE. III- 36: IMAGE D'EDX COUCHE X (POSITION 2).....	88
FIGURE. III- 37: IMAGE DE MEB COUCHE X (POSITION 3).....	88
FIGURE. III- 38: IMAGE D'EDX COUCHE X (POSITION 3).....	88
FIGURE. III- 39: IMAGE DE MEB COUCHE X (POSITION 4).....	88
FIGURE. III- 40: IMAGE D'EDX COUCHE X (POSITION 4).....	88
FIGURE. III- 41: IMAGE DE MEB COUCHE X (POSITION 5).....	89
FIGURE. III- 42: IMAGE D'EDX COUCHE X (POSITION 5).....	89
FIGURE. III- 43: IMAGES DE MEB ET EDX POUR LES CINQ POSITIONS DE LA COUCHE X	89
FIGURE. III- 44: IMAGE DE MEB COUCHE Y (POSITION 1).....	90
FIGURE. III- 45: IMAGE D'EDX COUCHE Y (POSITION 1).....	90
FIGURE. III- 46: IMAGE DE MEB COUCHE Y (POSITION 2).....	90
FIGURE. III- 47: IMAGE D'EDX COUCHE Y (POSITION 2).....	90
FIGURE. III- 48: IMAGE DE MEB COUCHE Y (POSITION 3).....	91
FIGURE. III- 49: IMAGE D'EDX COUCHE Y (POSITION 3).....	91
FIGURE. III- 50: IMAGE DE MEB COUCHE Y (POSITION 4).....	91
FIGURE. III- 51: IMAGE D'EDX COUCHE Y (POSITION 4).....	91
FIGURE. III- 52: IMAGE DE MEB COUCHE Y (POSITION 5).....	91
FIGURE. III- 53: IMAGE D'EDX COUCHE Y (POSITION 5).....	91
FIGURE. III- 54: IMAGES DE MEB ET EDX POUR LES CINQ POSITIONS DE LA COUCHE Y.....	91

FIGURE. III- 55: IMAGE DE MEB DE LA COUCHE M.....	93
FIGURE. III- 56: IMAGE D'EDX DE LA COUCHE M.....	93
FIGURE. III- 57: IMAGE DE MEB DE LA COUCHE X.....	93
FIGURE. III- 58: IMAGE D'EDX DE LA COUCHE X.....	93
FIGURE. III- 59: IMAGE DE MEB DE LA COUCHE Y.....	93
FIGURE. III- 60: IMAGE D'EDX DE LA COUCHE Y.....	93
FIGURE. III- 61: IMAGES DU MEB ET EDX POUR LES TROIS COUCHES M,X ET Y.....	93
FIGURE. III- 62: CLASSIFICATION DES PORES.....	95
FIGURE. III- 63: CARACTERISATION DU RESEAU POREUX DES FACIES DES SCHISTES BITUMINEUX COUCHE M.....	96
FIGURE. III- 64: CARACTERISATION DU RESEAU POREUX DES FACIES DES SCHISTES BITUMINEUX COUCHE X.....	97
FIGURE. III- 65: CARACTERISATION DU RESEAU POREUX DES FACIES DES SCHISTES BITUMINEUX COUCHE Y.....	98
FIGURE. III- 66: RELATION ENTRE LA PERMEABILITE ET LA POROSITE EN TENEUR DE LA MATIERE ORGANIQUE ..	100
FIGURE. III- 67: VITESSES VP, VS ET VP/VS EN FONCTION DE LA TENEUR EN MATIERE ORGANIQUE DES COUCHES.....	102
FIGURE. III- 68: VARIATION LA POROSITE ET DU RAPPORT DES VITESSES EN FONCTION DE LA MATIERE ORGANIQUES.....	104
FIGURE. III- 69: VARIATION DE LA MASSE VOLUMIQUE EN FONCTION DE LA MATIERE ORGANIQUE A TROIS COUCHES DES SCHISTES BITUMINEUX : X, Y ET M.....	107
FIGURE. III- 70: VARIATION DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE POUR LES TROIS COUCHES DES SCHISTES BITUMINEUX : X, Y ET M.....	108
FIGURE. III- 71: VARIATION DE LA CAPACITE THERMIQUE VOLUMIQUE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE POUR LES TROIS COUCHES DES SCHISTES BITUMINEUX : X, Y ET M.....	110
FIGURE. III- 72: VARIATION DE LA CAPACITE THERMIQUE MASSIQUE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE POUR LES TROIS COUCHES DES SCHISTES BITUMINEUX : X, Y ET M.....	111
FIGURE. III- 73: VARIATION DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE POUR LES TROIS COUCHES DES SCHISTES BITUMINEUX : X, Y ET M.....	112
FIGURE. III- 74: VARIATION DE L'EFFUSIVITE THERMIQUE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE POUR LES TROIS COUCHES DES SCHISTES BITUMINEUX : X, Y ET M.....	114
FIGURE. III- 75: ECHANTILLONS SANS COMPACTAGE (500g).....	117
FIGURE. III- 76: ECHANTILLONS AVEC COMPACTAGE.....	117
FIGURE. III- 77: ECHANTILLONS APRES SECHAGE.....	117
FIGURE. III- 78: ECHANTILLONS APRES SECHAGE.....	117
FIGURE. III- 79: PIED A COULISSE POUR MESURER LE VOLUME DES ECHANTILLONS.....	118
FIGURE. III- 80: BALANCE POUR MESURER LA MASSE DES ECHANTILLONS.....	118
FIGURE. III- 81: MASSE VOLUMIQUE DES ECHANTILLONS EN FONCTION DE LEUR TENEUR EN SCHISTE (SANS COMPACTAGE).....	119
FIGURE. III- 82: MASSE VOLUMIQUE DES ECHANTILLONS EN FONCTION DE LEUR TENEUR EN SCHISTE (AVEC COMPACTAGE).....	119
FIGURE. III- 83: INFLUENCE DE LA TENEUR DES DECHETS A DIFFERENTS POURCENTAGES SUR LA CONDUCTIVITE THERMIQUE A LA TEMPERATURE AMBIANTE.....	121
FIGURE. III- 84: INFLUENCE DE LA MASSE VOLUMIQUE A DIFFERENTS POURCENTAGES SUR LA CONDUCTIVITE THERMIQUE A LA TEMPERATURE AMBIANTE.....	121
FIGURE. III- 85: COURBES ILLUSTRANT L'INFLUENCE DE LA TENEUR DES DECHETS DES SCHISTES SUR DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE A DIFFERENTES TEMPERATURES DE MESURE.....	124
FIGURE. III- 86: INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA CONDUCTIVITE THERMIQUE DU MATERIAU.....	126
FIGURE. III- 87: INFLUENCE DE LA TENEUR DES DECHETS DES SCHISTES SUR DE LA CAPACITE THERMIQUE VOLUMIQUE A DIFFERENTES TEMPERATURES DE MESURE.....	128
FIGURE. III- 88: INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA CAPACITE THERMIQUE VOLUMIQUE DU MATERIAU....	130
FIGURE. III- 87: INFLUENCE DE LA TENEUR DES DECHETS DES SCHISTES SUR DE LA CAPACITE THERMIQUE A DIFFERENTES TEMPERATURES DE MESURE.....	132

FIGURE. III- 90: INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA CAPACITE THERMIQUE DU MATERIAU	134
FIGURE. III- 91: VARIATION DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE EN FONCTION DU POURCENTAGE DES DECHETS DES SCHISTES BITUMINEUX A DIFFERENTES TEMPERATURES	136
FIGURE. III- 92: ÉVOLUTION DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE POUR CHAQUE TENEUR DES DECHETS DES SCHISTES BITUMINEUX (0%, 10%, 20%, 30%, 40%).	138
FIGURE. III- 93: VARIATION DE L'EFFUSIVITE THERMIQUE EN FONCTION DE LA TENEUR DES DECHETS DES SCHISTES BITUMINEUX.....	140
FIGURE. III- 94: VARIATION DE L'EFFUSIVITE THERMIQUE POUR LES ECHANTILLONS STABILISEE PAR LES DECHETS DES SCHISTES BITUMINEUX (ECH0%, ECH10%, ECH20%, ECH30% ET ECH40%) EN FONCTION DE LA TEMPERATURE.....	142

Table des matières

RÉSUMÉ	I
ABSTRACT	II
PRODUCTION SCIENTIFIQUE : PUBLICATIONS	III
LISTE DES COMMUNICATIONS SCIENTIFIQUES	IV
LISTE DES SYMBOLES UTILISES.....	V
LEXIQUES	VI
LEGENDE DES TABLEAUX	VII
LEGENDE DES FIGURES	VIII
INTRODUCTION GÉNÉRALE	1
PARTIE I :	4
LES SCHISTES BITUMINEUX	4
CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE	5
I.1. LES TYPES DE ROCHES.....	5
<i>I.1.1. Les roches ignées</i>	5
<i>I.1.2. Les roches métamorphiques</i>	5
<i>I.1.3. Les roches sédimentaires</i>	6
I.2. LES TYPES DE SCHISTES	7
I.3. GENERALITES SUR LES SCHISTES BITUMINEUX	7
<i>I.3.1. Définitions et utilisations</i>	7
<i>I.3.2. Classification selon l'environnement de dépôt</i>	8
I.4. NATURE ET COMPOSITION	9
I.5. COMPOSITION GENERALE DES FACIES DES SCHISTES BITUMINEUX	9
<i>I.5.1. La phase minérale</i>	10
<i>I.5.2. La phase organique</i>	10
I.6. APPLICATIONS DES SCHISTES BITUMINEUX	11
<i>I.6.1. Transformations des schistes en énergie</i>	12
I.7. APPLICATION LES DECHETS DES SCHISTES BITUMINEUX COMME MATERIAUX DE CONSTRUCTION	12
CHAPITRE II : LES SCHISTES BITUMINEUX DANS LE MAROC	13
II.1. RESERVES MONDIALES DE SCHISTES BITUMINEUX	13
II.2. RESSOURCES EN SCHISTES BITUMINEUX DANS LE MAROC.....	14
II.3. DESCRIPTION GEOLOGIQUE DES SCHISTES BITUMINEUX –MAROC	15
<i>II.3.1. Principaux gisements</i>	15
<i>II.3.2. Situation Géographique du Gisement des Schistes Bitumineux de Tanger</i>	16
<i>II.3.3. Situation Géographique du Gisement des Schistes Bitumineux de Tarfaya</i>	16
<i>II.3.4. Situation Géographique du Gisement des Schistes Bitumineux de Timahdit</i>	17
II.4. CADRE GEOLOGIQUE, STRUCTURAL ET MORPHOLOGIE GENERALE DU GISEMENT DES SCHISTES BITUMINEUX	17
II.5. STRATIGRAPHIE ET LITHOLOGIE	19
II.6. PROPRIETE GENERALE DES SCHISTES BITUMINEUX DE TIMAHDIT ET TARFAYA	21
<i>II.6.1. Situation énergétique dans le Maroc</i>	22
CONCLUSION	23
PARTIE II :	24

GENERALITES ET METHODES EXPERIMENTALES	24
CHAPITRE I : DESCRIPTION ET CARACTÉRISTIQUES DES MILIEUX POREUX	25
I.1. DESCRIPTION PHYSIQUE D'UN MATERIAU	25
I.2. MILIEUX UNIFORMES, HOMOGENES ET HETEROGENES.....	26
I.3. LOIS DE VITESSE DES REACTIONS A L'ETAT SOLIDE	26
I.4. GRANDEURS PETRO-PHYSIQUES D'UN MATERIAU POREUX	27
I.4.1. <i>Densité de la phase solide : (Masse Volumique)</i>	27
I.4.2. <i>Densité apparente</i>	28
I.5. CLASSIFICATION DES PORES	30
I.6. L'INDICE DES VIDES	31
L'INDICE DES VIDES EST UN RAPPORT ENTRE LE VOLUME DES VIDES ET LE VOLUME DES GRAINS, IL EST DONNE PAR :	31
I.7. LA CONNECTIVITE	31
I.8. LES ONDES SISMIQUES.....	31
I.9. TYPES DES ONDES SISMIQUES.....	32
I.9.1. <i>L'Onde P ou l'onde de compression</i>	32
I.9.2. <i>L'Onde S ou l'onde de cisaillement</i>	33
I.10. PROPRIETES DES ONDES P et S	33
I.11. PROPRIETES DE TRANSFERT DE CHALEUR	33
I.12. LES MODES DE TRANSFERT DE CHALEUR	34
I.12.1. <i>Transfert par Conduction</i>	34
I.12.2. <i>Transfert par convection</i>	35
I.12.3. <i>Transfert par Rayonnement</i>	36
I.13. LOI DE FOURIER	36
I.14. PROPRIETES THERMO PHYSIQUES	37
I.14.1. <i>Équation de diffusion de la chaleur dans les matériaux homogènes et isotropes</i>	37
I.14.2. <i>Équation de diffusion de la chaleur dans les matériaux hétérogènes</i>	37
I.15. CONDUCTIVITE THERMIQUE DES MILIEUX POREUX	38
I.16. TRANSFERT DE CHALEUR DANS LES MILIEUX POREUX	38
I.17. MODELISATION ANALYTIQUE DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE EQUIVALENTE DES MATERIAUX HETEROGENES	39
I.17.1. <i>Modèles de la conductivité thermique</i>	39
I.17.2. <i>Diffusivité thermique</i>	47
I.17.3. <i>Capacité thermique</i>	47
I.17.4. <i>Effusivité thermique</i>	48
CONCLUSION	48
CHAPITRE II : MÉTHODES ET TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION	49
II.1. APPAREIL ET METHODES DE MESURES DES PROPRIETES PETRO-PHYSIQUES.....	49
II.1.1. <i>Porosité par Injection de Mercure</i>	49
II.1.2. <i>La perméabilité</i>	52
II.1.3. <i>Méthode d'essai par ultrasons (UTM) pour le calcul des vitesses des ondes VP et VS</i>	56
II.2. APPAREIL ET METHODES DE MESURES DES PROPRIETES THERMO-PHYSIQUE.....	58
II.2.1. <i>Scanner de la conductivité thermique (TCS)</i>	58
II.2.2. <i>Cellule de mesure à différentes températures : Méthode du Boite à Gants</i>	59
II.2.3. <i>Dispositif expérimental : CT-Mètre</i>	60
II.3. METHODES DE MESURES DES PROPRIETES CHIMIQUES ET MINERALOGIQUES.....	62
II.3.1. <i>Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF</i>	62
II.3.1. <i>Analyse thermique en simultanée ATG/ATD</i>	63
II.3.2. <i>Analyse par Microscope électronique à balayage (MEB)</i>	66
II.3.3. LE MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE : JEOL JSM IT- 100	67

11.3.4. Microanalyse par dispersion d'énergie des Rayons X (EDX).....	70
11.3.5. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)	70
CONCLUSION	71
CHAPITRE I : ÉTUDE EXPERIMENTALE DES COUCHES DE SHISTES BITUMINEUX	73
PARTIE III :.....	73
ÉTUDES EXPERIMENTALES.....	73
I. ÉTUDE MINERALOGIQUE ET CHIMIQUE.....	74
I. 1. ÉCHANTILLONNAGE	74
I. 2. COLLECTE DES ECHANTILLONS	74
I. 2. 1. Préparation des échantillons	75
I. 3. RESULTATS EXPERIMENTAUX D'ANALYSE PAR DIFFRACTION DES RAYONS XDRX	75
I. 3. 1. Analyse diffraction des rayons X pour la couche M.....	75
I. 3. 2. Analyse diffraction des rayons pour la couche X	76
I. 3. 3. Analyse diffraction des rayons pour la couche Y	77
I.4. RESULTATS EXPERIMENTAUX DE L'ANALYSE PAR SPECTROSCOPIE INFRAROUGE A TRANSFORMEE DE FOURIER IRTF	78
I. 4. 1. Analyse par Spectroscopie pour la couche M	78
I. 4. 2. Analyse par Spectroscopie pour la couche X.....	79
I. 4. 3. Analyse par Spectroscopie pour la couche Y.....	80
I.5. RESULTATS EXPERIMENTAUX D'ANALYSE THERMIQUE EN SIMULTANEE ATG/ATD	81
I. 6. ANALYSE DES RESULTATS OBTENUS PAR MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE MEB ET PAR MICROANALYSE CHIMIQUE PAR EDX	83
I. 6.1. Analyse des résultats obtenus par microscopie MEB – EDX pour la couche M	85
I. 6.2. Analyse des résultats obtenus par microscopie MEB – EDX pour la couche X	87
I. 6. 3. Analyse des résultats obtenus par microscopie MEB – EDX pour la couche Y	89
CONCLUSION	94
I. 7. PROPRIETES CHIMIQUES.....	94
I.8. PROPRIETES PETRO-PHYSIQUES.....	95
I.8.1. Caractérisation du réseau poreux par la Porosité d'injection de Mercure	95
I. 8. 2. Les faciès des schistes bitumineux de la couche M	96
I. 8. 3. Les faciès des schistes bitumineux de la couche X	97
I. 8. 4. Les faciès des schistes bitumineux de la couche Y	97
I. 8. 5. Synthèse sur les caractéristiques du réseau poreux des faciès des schistes bitumineux pour les trois couches M, X et Y	98
I. 8.6. Relation entre la Perméabilité/ Porosité.....	99
I.9 PROPRIETES ACOUSTIQUES.....	101
I. 9.1 Variations des vitesses des ondes sismiques en fonction de la teneur en MO	102
I. 10. RELATION ENTRE LE RAPPORT VP/VS ET LA POROSITE.....	103
I. 10.1 Relation entre le rapport VPVS et la Porosité en fonction de la teneur en MO	103
I.11. PROPRIETES THERMO-PHYSIQUES.....	104
I. 11.1 Étude Des Propriétés Thermiques à Température ambiante.....	104
I. 11.2. Relation entre les paramètres sismiques et thermo-physiques	105
I.12. ÉTUDE DES PROPRIETES THERMIQUES A TEMPERATURE VARIABLE	106
I.12.1. Relation entre la masse volumique et la Matière Organique (MO).....	106
I. 12. 2. Étude des propriétés thermo-physiques des couches de schistes.....	107
I.12. 2.1. Conductivité thermique	108
I.12. 2.2. Capacité thermique massique (chaleur spécifique).....	109
I.12. 2.3. Diffusivité thermique	112

<i>1.12. 2.4. Effusivité thermique</i>	113
CHAPITRE II: ETUDE EXPERIMENTALE DES MORTIERS DE SHISTES BITUMINEUX	116
I. PREPARATION DES ÉPROUVETTES DU MORTIER (DECHET DES SCHISTES + CIMENT)	116
II.1. INFLUENCE DU COMPACTAGE SUR LA MASSE VOLUMIQUE	118
II.2. INFLUENCE DU COMPACTAGE SUR LES PROPRIETES THERMIQUES	119
<i>II.2.1. Relation entre conductivité thermique /masse volumique</i>	120
II. 3. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LES PROPRIETES THERMIQUES	122
<i>II. 3.1. Variation la conductivité thermique des mortiers</i>	122
<i>II. 3. 2. Variation de la conductivité thermique des mortiers en fonction de la température</i>	125
II. 3. 3. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA CAPACITE THERMIQUE VOLUMIQUE DES MORTIERS	127
II. 3. 4. VARIATION DE LA CAPACITE THERMIQUE VOLUMIQUE DES MORTIERS EN FONCTION DE LA TEMPERATURE.....	129
II. 3. 5. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA CAPACITE THERMIQUE MASSIQUE DES MORTIERS.....	131
II. 3. 6. VARIATION DE LA CAPACITE THERMIQUE DES MORTIERS EN FONCTION DE LA TEMPERATURE	133
II. 3. 7. VARIATION DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE DES MORTIERS	135
II. 3. 8. VARIATION LA DIFFUSIVITE THERMIQUE DES MORTIERS EN FONCTION DE LA TEMPERATURE	137
II. 3.9. VARIATION DE L'EFFUSIVITE EN FONCTION DU POURCENTAGE DES DECHETS	139
<i>II. 3. 10. Variation de l'effusivité en fonction de la température</i>	141
CONCLUSION	143
CONCLUSION ET PERSPECTIVES	145
BIBLIOGRAPHIE	148

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Du fait de la croissance démographique de la population mondiale et du développement industriel, la demande d'énergie est devenue de plus en plus importante pour suivre cette croissance. Les énergies fossiles, comme le pétrole et le gaz naturel, ne seront donc plus une ressource traditionnelle capable de répondre aux besoins énergétiques mondiaux dans un avenir proche, en raison de la grande exploitation et la disponibilité des réserves naturelles. Un autre aspect de l'exploration liée aux ressources fossiles, et qui présente un grand intérêt de point de vue énergétique, est l'exploitation des ressources non conventionnelles telles que les schistes bitumineux des roches sédimentaires, en raison des importantes réserves mondiales accessibles qui dépassent de loin les estimations actuelles des ressources énergétiques primaires. Les recherches menées sur les roches sédimentaires, ces dernières années, ont démontré la capacité de produire des carburants similaires au fioul conventionnel.

Certains pays produisent du pétrole à partir des roches et sable bitumineux, comme le cas des Etats Unis d'Amérique (USA), le Canada, l'Estonie, la Chine et le Brésil. Dans d'autres pays comme le Maroc et la Jordanie, les études sont en cours d'essai. Même pour les pays producteurs de pétrole conventionnel comme l'Arabie Saoudite et l'Algérie, ils sont en train de revoir leurs modèles énergétiques pour une éventuelle transition vers les énergies non conventionnelles entre autres le gaz de schistes.

Le Maroc est considéré comme un pays non producteur du pétrole conventionnel dans la région de l'Afrique du Nord. Pour cette raison, la stratégie de diversification énergétique est constamment considérée comme un pilier essentiel de la politique économique nationale. À cet égard, de nombreux efforts ont été orientés vers l'exploration de nouvelles façons de produire de l'énergie à savoir l'éolien, le solaire, la biomasse et le schiste bitumineux. Selon un rapport publié en 2014 du Conseil Mondial de l'Energie, le Maroc détient un énorme potentiel de schistes bitumineux et se trouve ainsi au 6ème rang des réserves mondiales de schistes bitumineux, avec une possibilité de production totale en huile estimée à 54 milliards de barils.

Les schistes bitumineux renferment des quantités importantes en matière organique fossile et peuvent être exploités de deux manières différentes, soit par pyrolyse pour extraire du pétrole ou par combustion directe dans des centrales électriques pour la production

d'électricité. Par ailleurs, les déchets des schistes bitumineux peuvent être valorisés et utilisés comme matériaux de construction.

Notre travail de recherche exposé dans ce mémoire s'inscrit dans une thématique de recherches sur les schistes bitumineux développée par le Laboratoire de Thermodynamique et Énergétique de la Faculté des Sciences de Rabat et le Laboratoire de Pétro-physique de l'ENSG de l'Université de Lorraine à Nancy en France.

Le projet de recherche développé par les deux partenaires, entre dans le cadre de la coopération MAROC-FRANCE : Toubkal 15/18-CAMUS 32427VH par référence 25/2017. Ce projet a démarré en 2015 et avait pour objectif le développement des connaissances sur les mécanismes de dégradations des schistes bitumineux.

L'objectif principal de notre travail était d'étudier les caractéristiques des roches des schistes bitumineux de la région de TIMAHDIT et de les valoriser comme matériaux de construction des bâtiments.

L'approche expérimentale que nous avons choisie consiste ainsi à étudier les caractéristiques chimiques, minéralogiques et pétro-physique des différentes couches de schistes bitumineux de la région de TIMAHDIT d'une part, et d'autre part, leur comportement thermique. Ces études nous permettent d'identifier la nature de la roche et de mieux comprendre les processus de transferts de chaleur dans ces couches.

Ainsi, le présent manuscrit comporte trois parties :

- La première partie contient deux chapitres présentent des informations générales sur la description géologique des schistes bitumineux. Il comporte également une revue bibliographique sur le potentiel des réserves mondiales en particulier celui estimé du Maroc.
- La deuxième partie sur les généralités et méthodes expérimentales comporte aussi deux chapitres regroupant un rappel sur l'ensemble des propriétés de transfert de chaleur et de masse, ainsi que les bases théoriques des trois modes du transfert thermique. L'ensemble des techniques expérimentales utilisées au cours de ce travail, ainsi que la mise en œuvre des échantillons d'études ont été aussi exposées dans le deuxième chapitre.

– Finalement la troisième partie regroupe l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus tout au long de ce travail et qui sont présentés en deux chapitres :

-Le premier chapitre est subdivisé en trois parties principales :

- La première partie présente les propriétés chimiques et minéralogiques des schistes bitumineux de TIMAHDIT des trois couches sédimentaires étudiées *X, Y et M* en utilisant les techniques d'analyse *ATG/ATD, MEB, EDS, IR et DRX*.
- La deuxième partie présente les propriétés pétro-physiques dans un système isotherme (température ambiante) comme la porosité par injection du mercure, la perméabilité et les vitesses des ondes sismiques pour les trois couches de schistes bitumineux.
- La troisième partie englobe les propriétés thermiques (Conductivité thermique, la diffusivité thermique, la capacité thermique, l'effusivité thermique) pour les couches (*X, Y, M*) de schistes bitumineux en fonction de la variation de la température.

-Le deuxième chapitre traite l'ensemble des résultats expérimentaux relatifs aux propriétés thermiques du mortier (Ciment + déchets des schistes) à différentes proportions en déchets de : 10%, 20%, 30% et 40% et à des températures variables. Les échantillons en question sont fabriqués sous forme de briques au sein de notre Laboratoire de Thermodynamique à la Faculté des Sciences de Rabat. Les déchets utilisés dans cette étude ont été apportés de l'Office National des Hydrocarbures et des Mines (ONHYM).

Enfin, une conclusion générale regroupe une synthèse de l'ensemble des résultats obtenus lors de ce travail et quelques perspectives pour la suite des recherches dans le domaine de l'exploitation des schistes bitumineux.

PARTIE I :

LES SCHISTES BITUMINEUX

CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

Cette partie traite une mise au point bibliographique sur les différents types de roches et spécialement les schistes bitumineux ainsi que leurs principales caractéristiques géologiques, physiques et chimiques à l'échelle mondiale et nationale. Il décrit également les types de kérogènes de la matière organique contenue dans les schistes bitumineux et leurs compositions chimiques [1]. Enfin, un aperçu sur les schistes bitumineux du gisement de TANGER, TARFAYA et TIMAHDIT (Objet de notre présent travail) a été abordé plus en détail.

I.1. Les types de roches

Généralement, les roches sont de trois types : les roches ignées (magmatiques ou endogènes), les roches métamorphiques et les roches sédimentaires.

I.1.1. Les roches ignées

Les roches ignées proviennent de la cristallisation de roches fondues. Les températures de fusion pour les différentes roches varient énormément. Les roches ignées sont formées quand le magma ou la lave se refroidit et devient solide. [2, 3].

On peut distinguer les roches intrusives ou plutoniques qui sont des roches de profondeur résultant du refroidissement lent et de la cristallisation du magma à plusieurs kilomètres de profondeur. Le deuxième type de roches ignées est constitué de roches extrusives ou volcanites qui résulte d'un refroidissement rapide en surface. Les roches plutoniques et volcanites peuvent être de composition similaire, mais leurs textures varient. Les différents types de texture dépendent principalement de la vitesse de cristallisation.

I.1.2. Les roches métamorphiques

Le métamorphisme, qui signifie « changement de forme », correspond à un changement de constitution minéralogique d'une roche initiale. Les roches métamorphiques proviennent des roches sédimentaires ou ignées qui ont subi des changements minéralogiques et de textures en conséquence de l'augmentation de la pression, de la température et de la déformation de la croûte terrestre. Parmi les différents types de métamorphisme, il est

possible d'en distinguer deux principaux, le métamorphisme de contact (ou thermique) et le métamorphisme régional (ou général).

Le métamorphisme de contact se déroule autour des intrusions magmatiques et entraîne une augmentation de la température au contact du magma.

Le métamorphisme régional est plus fréquent et couvre de grandes superficies. Il est lié aux déformations tectoniques au cœur des chaînes de montagnes sous des conditions de haute pression et haute température.

Les roches métamorphiques sont caractérisées par la déformation et la présence des contraintes dirigées qui permettent la recristallisation des minéraux avec des orientations préférentielles ou non. Lorsque les roches sont orientées, elles sont classées selon leur degré de métamorphisme. Les structures orientées sont la schistosité (clivage) et/ou la foliation (feuilletage). Lorsque les roches ne sont pas orientées, elles sont classées selon leur composition chimique. Les changements minéralogiques et texturaux de roches non orientées pendant le métamorphisme dépendent de la composition de la roche d'origine (la protolithe), la pression et la température à laquelle la roche est soumise. Quelques exemples de roches métamorphiques sont les gneiss, les schistes, les marbres et les quartzites [4].

I.1.3. Les roches sédimentaires

Les roches sédimentaires proviennent d'une sédimentation des roches en couches. Ces roches se forment à la surface de l'écorce terrestre (exogène). Les roches sédimentaires ne constituent pas plus de 5 % du volume de la croûte terrestre (de la surface jusqu'à 35 km de profondeur), mais couvrent approximativement 75 % de la surface de la Terre. Il existe ensuite trois grands types de roches sédimentaires, les roches détritiques, chimiques et biologiques. Les roches sédimentaires détritiques proviennent de la destruction et de l'érosion des roches ignées, métamorphiques ou sédimentaires existantes. Ces roches sont généralement en couches et la superposition reflète la variabilité des processus de transport et de dépôt. De plus, les roches peuvent être très poreuses. Les pores sont les vides entre les grains qui ne sont pas remplis pendant la sédimentation. La manière du compactage et de la diagenèse ainsi que la composition des phases minérales auront un impact direct sur sa résistance mécanique et sur ses propriétés physiques [2, 3]. La figure I.1 donne une idée générale sur le cycle des roches.

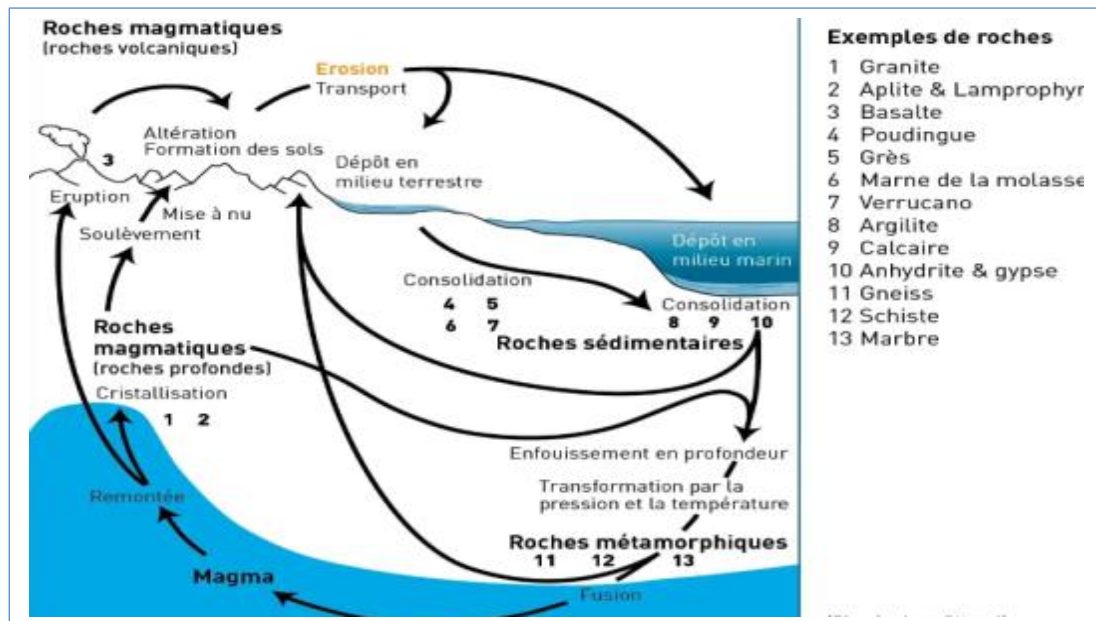


Figure I.1 : Cycle des roches [5].

I.2. Les Types de schistes

Les schistes sont des roches sédimentaires argileuses, ou bien des roches métamorphiques qui se caractérisent par un débitage en feuillets (la schistosité) et des plissements. Il existe plusieurs sortes de schistes [6] :

- **Le schiste métamorphique** est formé à partir du dépôt d'argile. Il s'est formé dans des eaux calmes.
- **Le schiste noir** est une roche qui est très fragile. Sa capacité à avoir un aspect feuilleté s'appelle la schistosité.
- **Le schiste bitumineux** est une roche friable contenant de la matière organique (provenant d'êtres vivants) qui permet de fournir du gaz combustible.

I.3. Généralités sur les schistes bitumineux

I.3.1. Définitions et utilisations

On désigne sous le nom commun de roches bitumineuses «schistes bitumineux, pyroschistes ou encore roches à kérogène» la famille de roches sédimentaires contenant des matières organiques insolubles en concentration suffisante pour dégager, lors de leur chauffage non oxydant et à une température entre 400 et 500°C, une huile d'aspect général semblable à celui d'un pétrole brut [7,8]. Pour les roches à kérogène, le pourcentage de

conversion en huile des matières organiques contenues est de l'ordre de 50% dans les procédés de pyrogénéation ; les 50% restant de la matière forment des gaz combustibles et un dépôt de carbone fixe dispersé dans la roche.

Les roches à kérogène constituent une source non négligeable d'énergie. Elles peuvent être utilisées soit comme source d'énergie thermique (combustion directe) soit pour produire du gaz et de l'huile (par pyrolyse) : essence, mazout, phénol, naphthaline, soufre, ammoniac etc. [1]. Le coke des roches à kérogène sert de base pour la production de l'ouate minérale. Quant aux cendres, elles sont largement employées pour la fabrication de matériaux de construction durs et poreux et de liants hydrauliques (ciments), pour la stabilisation des routes, pour l'amendement des sols pauvres en calcaire ainsi que pour une multitude d'autres produits [9,10].

I.3.2. Classification selon l'environnement de dépôt

A.C. Hutton [11,12] a développé une classification des schistes bitumineux basée principalement sur l'origine de la matière organique. Son classement est avéré être utile pour mettre en corrélation les différents types de matières organiques dans les schistes bitumineux. Ce classement repose sur la chimie des hydrocarbures dérivés de ces gisements [13]. On trouve alors les schistes bitumineux terrestres, lacustres et marins.

I.3.2.1. Les schistes bitumineux terrestres

Les schistes bitumineux terrestres contiennent une matière organique riche en lipides tels que les spores de résine, les cuticules cireuses, les tissus liégeux des racines et les tiges des plantes terrestres vasculaires communément trouvées dans les marais et les tourbières du charbon formé.

I.3.2.2. Les schistes bitumineux lacustres

Les schistes bitumineux lacustres contiennent la matière organique riche en lipides dérivés d'algues qui vivent dans les lacs d'eau douce, saumâtre ou saline.

I.3.2.3. Les schistes bitumineux marins

Les schistes bitumineux marins sont composés d'une matière organique riche en lipides provenant d'algues marines, d'Acritarches (organismes unicellulaires d'origine douteuse) et de dinoflagellés marins.

I.4. Nature et composition

La matière organique (kérogène) des roches bitumineuses est une substance biochimique transformée, provenant de la flore et de la faune. La qualité du kérogène dépend de celle de la matière organique primaire et de son degré de transformation. Sa quantité augmente avec la profondeur ainsi qu'avec l'éloignement des bordures du bassin. En général, il y a une accumulation importante de matières organiques associées à des vases argileuses notamment dans les zones plus profondes et calmes des bassins marins. Les substances minérales associées peuvent représenter une part importante de la roche. Elles peuvent être gréseuses, argileuse, siliceuses, silico-argileuses, calcaires ou marneuses.

La caractéristique de l'huile qui dérive de la matière est liée à la nature de cette substance minérale, elle contient principalement du carbone, de l'hydrogène, de l'azote, de l'oxygène et du soufre. Les teneurs en azote et en oxygène sont généralement supérieures à celles des pétroles bruts [14].

I.5. Composition générale des faciès des schistes bitumineux

Les faciès bitumineux se présentent sous forme d'un mélange d'une phase organique et une autre minérale (Fig. I-2),

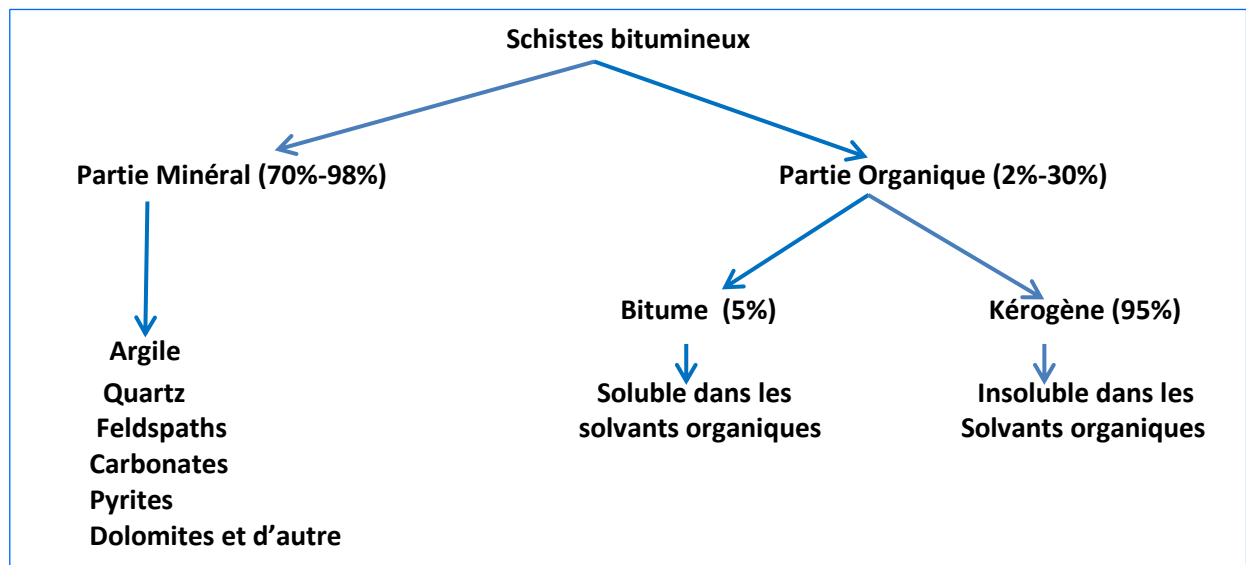


Figure. I- 2: Schéma explicatif de la composition générale des faciès [15,16]

1.5.1. La phase minérale

La phase minérale qui constitue la partie la plus importante des faciès bitumineux, détient son origine surtout des minéraux déposés au cours de la phase de sédimentation des minéraux présents initialement dans les tissus végétaux.

1.5.2. La phase organique

La phase organique représente 12 à 24 % de la masse des faciès bitumineux. Elle a pour origine la matière présente initialement dans les tissus des êtres vivants tels que les algues, les bactéries, les champignons, les arbres...etc. Sa quantité varie sensiblement d'un gisement à l'autre voir d'une couche à l'autre dans le même gisement. Les faciès bitumineux présentent deux types de matière organique : Le Kérogène et le Bitume

1.5.2.1. Le Kérogène

Le Kérogène est la forme la plus abondante des matières organiques fossiles. Il résulte de l'accumulation en milieu réducteur, lacustre ou marin, des débris d'algues ou de zooplancton vivant dans des eaux superficielles éventuellement remaniés par des bactéries actives dans le bassin sédimentaire.

La composition générale du kérogène varie et dépend de la nature de la matière organique dont il provient et du milieu dans lequel il s'est déposé, Krevelen et al. [17] ont élaboré un modèle (Fig.I-3) pour caractériser la matière organique à partir de sa teneur en carbone, oxygène et hydrogène.

En portant ces données sur un diagramme donnant les rapports atomiques H/C en fonction du rapport O/C , ils ont défini trois chemins principaux d'évaluation de la matière organique. Tissot et al. [18] se sont basés sur cette caractérisation pour présenter trois types de kérogènes qui ont pour modèle trois grands bassins pétroliers bien identifiés :

- Le Green River shales du tertiaire de l'Utah aux États Unis pour **le type I**, qui provient d'une biomasse planctonique lacustre,
- Le Toarcien du bassin Parisien pour **le type II**, qui provient d'une biomasse planctonique marine,
- Le Crétacé du bassin de Douala au Cameroun pour **le type III**, qui provient d'une biomasse de végétaux supérieurs.

La qualité du kérogène dépend de celle de la matière organique primaire et de son degré de transformation.

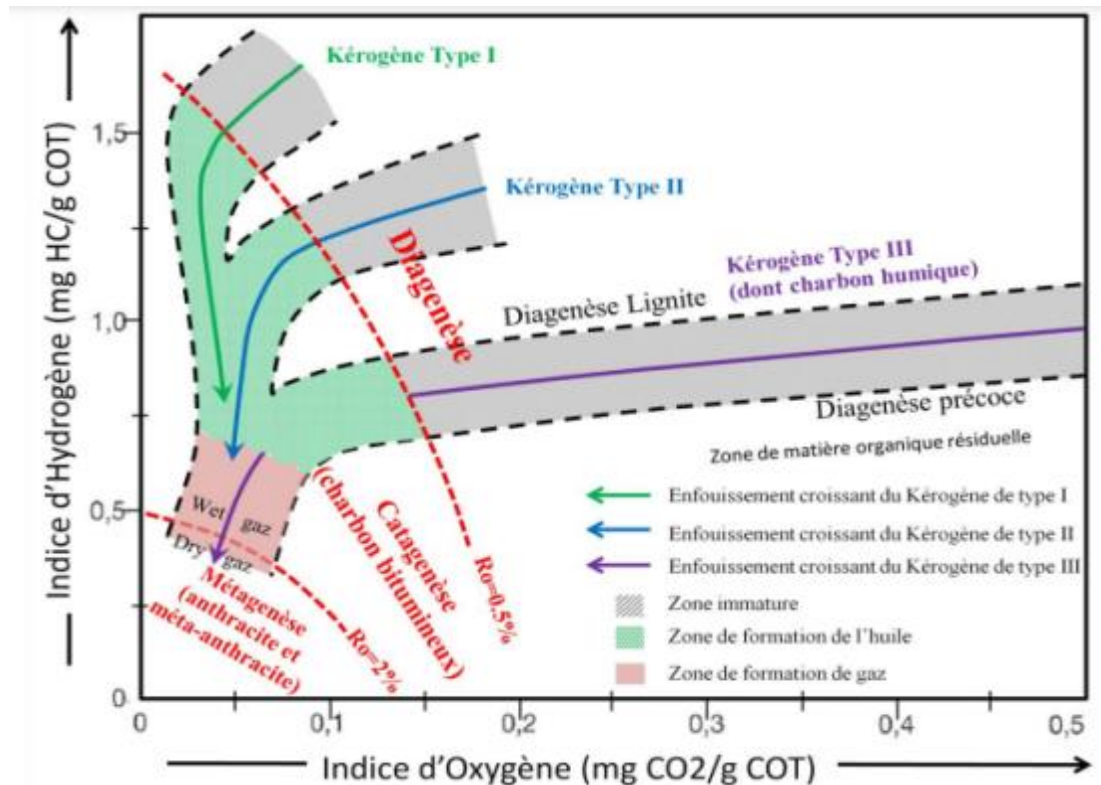


Figure. I- 3 : Position relative des différents types de kérogènes selon le diagramme de Van Krevelen [19].

I.5.2.2. Le Bitume

Le bitume représente une faible fraction d'hydrocarbures solubles dans les solvants organiques ordinaires. Il contient les hydrocarbures initialement présents dans les sédiments et ayant un nombre de carbones supérieure à 15. Il est composé de constituants de poids moléculaires plus élevés, appelés produits lourds ou composés hétéro-atomiques. Les hétéroatomes les plus fréquents sont l'oxygène, le soufre et l'azote. Le bitume représente de 5 à 20 % en poids du contenu de la matière organique des sédiments, l'autre partie est formée essentiellement de kérogène. Le fractionnement du bitume par séparation chromatographique permet d'obtenir trois grandes familles d'hydrocarbures : les saturés, les aromatiques et les polaires.

I.6. Applications des schistes bitumineux

Les schistes bitumineux peuvent également être utilisés dans la fabrication de fibres de carbones, charbons activés adsorbants, noir de carbone, phénols, résines, colles, produits de tannage, mastic, bitume routier, ciment, briques, blocs de construction ou de décoration,

additifs, fertilisants, laine de roche isolante, verre et produits pharmaceutiques. Mais ces usages demeurent faibles ou encore à l'étape expérimentale .

I.6.1. Transformations des schistes en énergie

Les fossiles sources d'énergie appartiennent à la famille des hydrocarbures. Le carbone s'est concentré en grande quantité dans ces fossiles. Les hydrocarbures se sont formés au sein des roches-mères par la décomposition de la matière organique. Pour libérer l'énergie, il suffit d'une réaction de combustion pour transformer l'énergie chimique en chaleur. Cette énergie thermique pourra être utilisée directement (chauffage), ou convertie en une autre forme d'énergie (électricité).

I.7. Application les déchets des schistes bitumineux comme matériaux de construction

L'un des objectifs de cette thèse est d'étudier l'impact de la structure interne sur la conductivité thermique des matériaux hétérogènes. Il faut noter qu'il existe une grande variété de matériaux hétérogènes. Ces derniers peuvent être classés en fonction de l'échelle spatiale des constituants (du nm au mm) et de la nature des constituants (minérale, organique ou métallique).

Des études menées sur une classe donnée de matériaux hétérogènes ne sont donc pas forcément valables pour l'ensemble des matériaux hétérogènes. Dans ce travail, nous nous intéressons plus particulièrement aux matériaux de construction à base des déchets des schistes bitumineux et de ciment. Le Mortier (Ciment + déchet des schistes) est un matériau hétérogène constitué d'une matrice (Ciment) contenant des inclusions (granulats).

Les matériaux de construction à matrice Cimentaire ont fait l'objet de plusieurs études, particulièrement, sur les propriétés mécaniques des mortiers de ciment contenant les débris des déchets des schistes bitumineux pulvérisés [20]. Les études des propriétés thermiques telles que la conductivité thermique, la diffusivité thermique et autres des matériaux à base de schistes bitumineux ont été aussi largement étudiées. Afin de mettre en évidence la disparité des valeurs obtenues par ces différentes études, nous présenterons dans ce travail, les résultats relatifs aux mesures des différentes propriétés mécaniques et thermiques des échantillons préparés au laboratoire à base des schistes bitumineux.

CHAPITRE II : LES SCHISTES BITUMINEUX DANS LE MAROC

II.1. Réserves mondiales de schistes bitumineux

Les schistes bitumineux se trouvent dans plusieurs régions du monde. Les gisements vont de petites tailles avec peu ou pas de valeur économique à ceux d'une taille énorme qui occupent des milliers de kilomètres carrés et contiennent plusieurs milliards de barils d'huiles de schistes potentiellement extractibles.

Selon la dernière enquête réalisée par le conseil mondial de l'énergie publiée en 2010, les ressources mondiales totales d'huiles de schistes sont estimées à 4786,131 billions de barils soit environ 689,3 billions tonnes d'huile en place. Cette valeur estimée est environ trois fois supérieure à celle prouvée actuellement pour le pétrole conventionnel. Cependant, cette valeur avancée pour les schistes bitumineux est à prendre avec beaucoup de prudence, car plusieurs facteurs doivent être pris en compte lors de l'estimation, tels que la nature, le type et le potentiel de la roche source, et également la méthode d'extraction et d'exploitation.

Les Etats Unis d'Amérique (USA) détient les plus grandes ressources de schistes bitumineux au monde. Le total recouvrable est estimé à 537 billions tonnes, ce qui constitue environ 78% du potentiel mondial reconnu de l'huile de schistes. Les gisements les plus importants aux USA sont les schistes bitumineux du Green River et les schistes noirs de Devonian [10,20].

La Chine vient en deuxième place avec un potentiel d'huile recouvrable estimé à 47,6 billions tonnes. Les principaux gisements qui présentent une importance commerciale sont localisés dans les provinces de Fushun (Liaoning), Maoming (Guangdong), Huadian et Nong'an (Jilin), et Longkou (Shandong). La troisième réserve mondiale est détenue par la Fédération Russe, avec un potentiel de 35,5 billions tonnes. Les principaux dépôts se trouvent dans la province de Volga-Petchyorsk et dans le bassin baltique.

La Figure I-4 montre la répartition et l'estimation du potentiel des schistes bitumineux. Quant au Maroc, ses réserves en schistes bitumineux s'élève à 8,17 billions de tonnes et qui présentent 18 % des ressources mondiales en la matière. Avec cette réserve, le Maroc se

positionne en 6^{ème} rang mondial. Plusieurs gisements à caractère commercial ont été identifiés dont les plus importants sont localisés dans les régions de TIMAHDIT et TARFAYA.



Figure. I- 4: Répartition des schistes bitumineux dans le monde [21].

II.2. Ressources en Schistes Bitumineux dans le Maroc

Jusqu'à présent, le Maroc est un pays très peu doté en ressources énergétiques conventionnelles (pétrole et gaz naturel). Son secteur d'énergie est dominé par les ressources fossiles en raison de leur prix encore compétitif dans le marché international.

Le Maroc importe de l'extérieur, plus de 98% de ses besoins qui couvrent presque 88,5% de la consommation d'énergie primaire du pays en 2014 et le reste est constitué d'énergies renouvelables (biomasse, éolien et hydroélectrique). Cette forte dépendance de l'extérieur combinée à sa demande croissante en énergie, environ 7% par an, due à son essor économique et à sa croissance démographique, affecte lourdement les finances de l'état et met donc le pouvoir public marocain devant des défis majeurs.

Plusieurs stratégies ont alors été mises en place pour revoir la politique du secteur de l'énergie au Maroc afin d'accompagner le développement que connaît le pays. Il s'agit donc de diversifier les sources d'approvisionnement en énergie et s'orienter vers le développement d'autres filières énergétiques comme le solaire, l'éolien et également les ressources non

conventionnelles comme les schistes bitumineux dont le Maroc détient une réserve assez importante non exploitée à grande échelle [1].

Le Maroc dispose d'immenses réserves de schistes bitumineux, réparties dans plus de neuf bassins, dont les plus importants gisements sont ceux de TIMAHDIT ET TARFAYA (Figure .I-5)

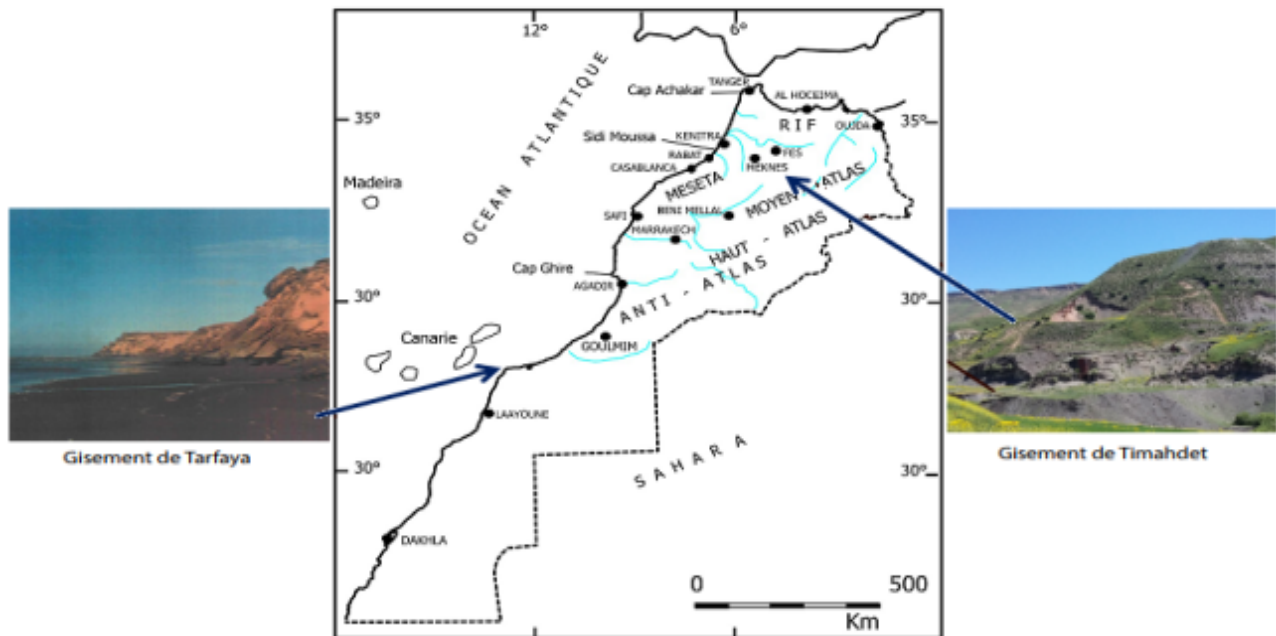


Figure. I- 5: Les gisements des schistes bitumineux du Maroc [22].

II.3. Description géologique des Schistes bitumineux –Maroc

En 2013, l'Office National des Hydrocarbures et des Mines (ONHYM) a repris de nouveaux ses activités de développement et d'exploitation des schistes bitumineux Marocains, en collaboration avec des sociétés étrangères pour produire de l'huile de schistes. Les schistes bitumineux marocains qui datent du Crétacé supérieur se répartissent sur les 3 domaines structuraux du royaume : le domaine rifain (TANGER et région), le domaine atlasique (TIMAHDIT) et le bassin de atlantique (TARFAYA).

II.3.1. Principaux gisements

Les gisements des schistes bitumineux se trouvent dans plusieurs régions du Maroc. Il y a 10 localités qui peuvent avoir un potentiel commercial, dont les plus connues sont celles de TANGER, TARFAYA et TIMAHDIT.

Selon les dernières estimations du Conseil Mondiale de l'Energie en 2010, les réserves de schistes bitumineux dans les deux gisements de TARFAYA et de TIMAHDIT, associés à d'autres gisements localisés dans le nord et au centre du Maroc peuvent conduire à la production de 8.167 millions de tonnes d'huile soit environ 53.381 millions de barils d'huile [23,24].

II.3.2. Situation Géographique du Gisement des Schistes Bitumineux de Tanger

Les roches bitumineuses dans ce gisement se concentrent dans la partie Nord-Ouest du Rif. Le gisement renferme des réserves d'environ 4 à 6 milliards de tonnes des schistes bitumineux sur une superficie de 400 km² (épaisseur : 0,1 à 3 m), avec un rendement moyen d'huile de 25 à 83 L/t, soit un pot entier de 1 à 2 milliards de barils d'huile. Les affleurements les plus importants dans ce gisement sont ceux de TANGER, ARBA AYACHA, BENI AROUS, BAB TAZA ET TETOUAN.

Jusqu'à présent, les roches bitumineuses dans ce gisement sont peu étudiées et il n'y a pas une évaluation définitive pour la réserve de ce gisement. Comme nous allons le voir par la suite, la composition chimique de ce gisement diffère de ceux de TIMAHDIT et de Tarfaya par la teneur en matière organique et minérale. Par conséquent, les schistes bitumineux issus de ce gisement pourraient être de bons matériaux naturels utilisés dans le domaine de la protection de l'environnement en plus de leurs qualités énergétiques. Ainsi, notre étude s'est portée sur la valorisation de ces matériaux pour une telle application environnementale. Cependant, une étude minéralogique et géochimique de ces schistes bitumineux est souhaitable pour maîtriser leurs caractéristiques physico-chimiques et, particulièrement, leurs sites actifs capables d'interagir avec leur environnement. Une comparaison minéralogique de tous les schistes marocains sera discutée [13].

II.3.3. Situation Géographique du Gisement des Schistes Bitumineux de Tarfaya

Le gisement de Tarfaya est situé dans les provinces du sud et s'étale sur une superficie de 2500 km² environ bordant l'océan Atlantique et 125 km entre SEBKHAT TAH au SUD-OUEST et OUED AMMA FATMA au Nord Est (Parallèle 27° 40' Nord et à l'Est par le méridien 8°40' Ouest Greenwich). Ce gisement est constitué de marne de matière organique datant du crétacé moyen et supérieur. Une grande partie de la série du crétacé supérieur est constituée par les schistes bitumineux avec des teneurs variables en matière organique [13]. Ce gisement a été divisé en 5 couches, R0, R1, R2, R3 et R4. Les réserves de la couche R

descendent à une profondeur de 125 m sur toute son étendue avec un total de 795 millions de m³. Les réserves globales estimées de ce gisement s'élèvent à 80 milliards de tonnes de roches, contenant 22 milliards de barils d'huiles pour une teneur moyenne de 60 litres/tonne. Certaines couches peuvent contenir jusqu'à 100 L/t [25].

II.3.4. Situation Géographique du Gisement des Schistes Bitumineux de Timahdit

Le gisement des schistes bitumineux de la région de TIMAHDIT se trouve à 240 km au Sud Est de Rabat, à 120 km au Sud de FES et à 35 km au Sud d'AZROU, sensiblement à mi-distance entre TIMAHDIT et BAQRITE, principales localités de la région. Il fait partie de la chaîne intracontinentale, située à la partie Nord-Ouest du craton africain [26]. Cette chaîne fait partie du domaine atlasique marocain [27]; elle s'étend sur plus de 400 km, depuis l'ATLAS DE BENI MELLAL au SW jusqu'à la plaine de Guercif au NE. Cette région appartient à deux domaines géologiques bien distincts séparés par l'OUED SERROU :

-Le Moyen Atlas méridional ou Atlas de BENI MELLAL [28] qui est accolé au Haut Atlas Central avec lequel il est strictement inséparable [29].

-Le Moyen Atlas septentrional ou chaînon Moyen Atlasique Principal [28] qui englobe le causse moyen atlasique et le chaînon de Midelt, d'orientation NE-SW. Il est limité au NE par la plaine de TAZA-GUERCIF, au NW par le Prérif et le bassin de Saïs, au SE par la vallée de la moyenne Moulouya, à l'Ouest par la bordure septentrionale du plateau central paléozoïque et au SW par la vallée de l'OUED SERROU.

Les réserves en huile contenues dans la roche s'élèvent environ à 15 milliards de barils [8]. Ce gisement est réparti en quatre couches *T, Y, X et M* d'épaisseur variant de 100 à 150 m à teneur variable en matière organique dans un environnement de basalte, de calcaire et de marne. La matière organique de ce gisement est d'origine lacustre ou marine selon la profondeur du gisement (Figure.I-6).

II.4. Cadre géologique, structural et morphologie générale du gisement des Schistes Bitumineux

Le moyen atlas septentrional est compartimenté par plusieurs accidents d'ordre régional, de direction NE-SW et qui ont joué dans la majorité des cas le rôle de limites topographiques. Le plus important est l'accident Nord Moyen Atlasique (ANMA) qui sépare

deux parties structurellement différentes : le causses moyen atlasique, au NW et le Moyen Atlas plissé au SE. L'accident Nord Moyen Atlasique correspond à la première ride anticlinale [30].

Le Moyen Atlas a subi une tectonique atlasique continue contemporaine à la sédimentation méso cénozoïque [31]. Cette tectonique a eu un impact sur son réarrangement morpho structural actuel en rides et en synclinaux.

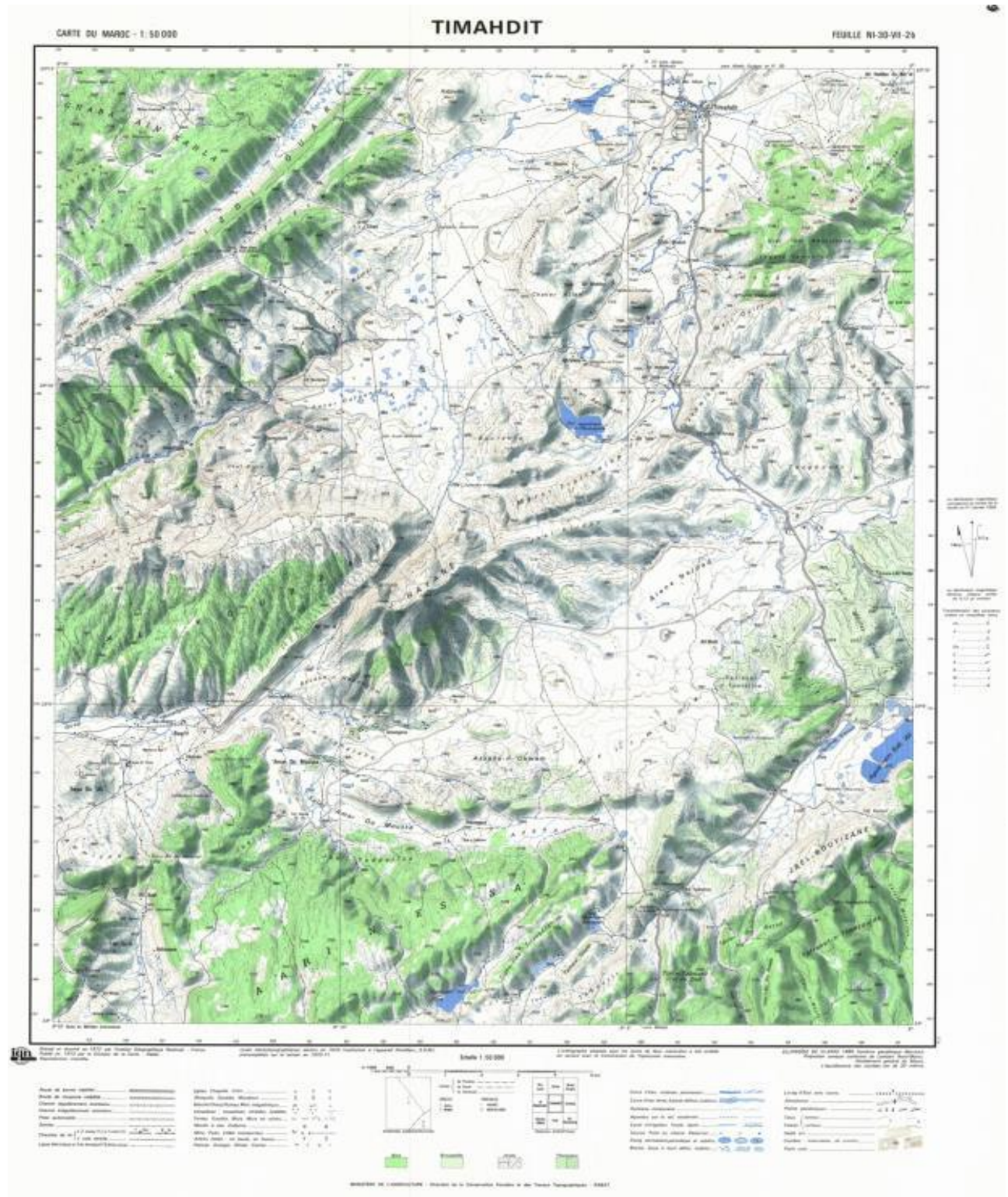


Figure. I- 6: Carte Topographique du Gisement de Timahdit [32].

II.5. Stratigraphie et Lithologie

La zone est caractérisée par une diversité de faciès qui s'étale sur 2500 à 3500 m (depuis le Trias jusqu'au quaternaire). Elle comprend, du bas vers le haut, la succession lithologique suivante :

- 1- **Permo-Trias** (150m) : Il comporte des argiles rouges, salifères et gypsifères avec des intrusions basaltiques et doléritiques.
- 2- **Lias inférieur** (425 à 550m) : Cette formation constitue l'ossature du causse et est caractérisée par des calcaires dolomitiques et dolomies, fissurés, massifs, gris, souvent vacuolaires. À noter, l'abondance de niveaux béchiques dans la région de Foum Kheneg.
- 3- **Lias supérieur** (200 à 450 m) : c'est une alternance de calcaires à pâte fine, bien lités, gris ou beiges, en bancs réguliers à la base, et de marnes parfois rougeâtres, avec apparition de faciès récifaux localement.
- 4- **Bajocien Inférieure** (200 à 500 m) ou marne de BOULMANE : Ce sont des marnes verdâtres à intercalations de calcaires ou calcaires gréseux en bancs minces.
- 5- **Bajocien moyen (120 à 180m)** : ce sont essentiellement des calcaires (corniches, oolithiques, et bio détritiques).
- 6- **Bajocien supérieur et Bathonien** (0 à 300 m) : C'est une alternance de calcaires jaunes en bancs minces et de marnes avec localement du gypse.
- 7- **Cénomano –Turonien** (200 m) : ce sont des Conglomérats et grés discordants, à la base (puissance de 50 m), surmontés par une alternance de marnes et de calcaires argileux à bivalves [32] (80 à 100 m) avec au sommet des barres calcaires crayeux et argileux.
- 8- **Coniacien-Santonien** (350 à 400m) : ce sont des Marnes et calcaires argileux ou calcaires marneux, de couleur grise jaunâtre, indurées en grosses barres pluri métriques, intercalées par de rares lits marneux lumachelliques à petites huîtres. Les marnes jaunes sont remplacées vers le sommet par des marnes grises en plaquettes montrant des stratifications entrecroisées obliques.

À noter que le Coniacien est difficilement identifiable sur le terrain par sa position topographique (il est situé sur les deux rives de l'Oued Admar Izem).

- 9- **Campanien** (150 à 200 m) : les formations de cet étage sont représentées par les affleurements de l'Oued Admer Izem ; elles comportent des marnes grises indurées en plaquettes, alternant avec des calcaires gris à huîtres et en bancs atteignant 0.5 m ; dans la stratification apparaissent de gros nodules de calcaires, arrondis, de diamètre décimétrique et à cœur de silex. Les foraminifères benthiques et les ostracodes diminuent

quantitativement de la base au sommet ; les foraminifères planctoniques sont peu nombreux et disparaissent en fin de la série [33].

10- Maestrichtien (150 à 250 m) : Il est nettement visible dans des affleurements de JBEL KOUBBAT et le plateau de TASSEMAKHT. Il démarre par un banc métrique de dolomies gréseux-calcareuses et marno-calcaires à surface ravinant, puis des marnes bitumineuses en petits lits centimétriques de couleur gris foncé à brun intercalées par des calcaires phosphatés.

11- Paléocène-Eocène inférieur (60 à 350 m) : Formation transgressives nano-calcaires et lumachelles à huîtres à la base. Lentilles de gypse massif (50 m) et argiles roses à gypse et lits gréseux friables.

12- Eocène moyen (50 à 360 m) : Calcaires de BEKRIT - TIMAHDIT : calcaire avec intercalations de gypse et anhydrite.

13- Eocène Supérieur (200 m) : Marnes rouges ou roses et calcaires et marnes gypsifères.

14- Pliocène : Conglomérats

15- Quaternaire (0 à 200 m) : Coulées de basalte et de formation volcaniques meubles.

16- Quaternaire (0 à 200 m) : Coulées de basalte et de formation volcaniques meubles.

COUPE STRATIGRAPHIQUE DU TIMAHDIT DANS LE SYNCLINAIRE D'EL KOUBBAT					
AGE		ZONE	LITOLOGIE	ESSAI (l/t)	Kcal/Kg
Tertiaire	Éocène		Grés		
			Calcaire, lithographique		
CRETACEE	MAASTRICHIENS	C	Marne, grise calcaire, induré	20 à 70	
		T	Marne argilacée, noir, papier, plusieurs zones de conglomérat vers la base d'environ 45 m d'épaisseur, argile, chiné, gris foncé, papier, conglomérat à la base 2m d'épaisseur	20 à 110	~1,200
		Y		100 à 160	>2,000
		X	Marne, grise calcaire d'environ 10 m d'épaisseur,	70 à 120	1,200 à 2,000
		M	marnes calcaires, calcaires, nodules de phosphate indurés, épaisseur moyenne de 62 m	40 à 110	~1,200
		S	Alternance de couches de marne et de calcaire très bien induré	20 à 70	
	CAMPANIEN		Marne, Calcaire		

Figure. I- 7: Coupe stratigraphique généralisée du gisement de schistes bitumineux de TIMAHDIT dans le synclinal d'El Koubbat Maroc [16, 34, 35].

II.6. Propriété générale des schistes bitumineux de Timahdit et Tarfaya

Les schistes bitumineux de TIMAHDIT et TARFAYA sont des roches sédimentaires argilo-carbonatés ou silico-marneuses intimement mélangées à l'argile aux sédiments sableux [36].

La connaissance des caractéristiques physiques et chimiques de la roche revêt une très grande importance tant pour le géologue, le mineur que pour l'exploitant. De ce fait, des

études menées par les chercheurs de l'ONYM ont permis d'accéder à la composition ainsi qu'aux caractéristiques des schistes bitumineux des deux plus importants gisements du Maroc (TARFAYA et TIMAHDIT). Les caractéristiques générales des schistes bitumineux de TARFAYA et TIMAHDIT sont rassemblées dans le tableau I-1 [25].

Tableau. I- 1: Composition globale des schistes bitumineux de Timahdit et Tarfaya (%poids).

<i>Composition chimique</i>	<i>Timahdit (%)</i>	<i>Tarfaya (%)</i>
<i>Calcite</i>	21,9	63,7
<i>Dolomite</i>	15,9	3,5
<i>Quartz</i>	19,1	6,5
<i>Pyrite</i>	1	<1
<i>Argile et autre minéraux</i>	24	10
<i>Kérogène</i>	17,7	15,9

Notons que les schistes de TARFAYA présentent une teneur élevée en calcite. Des études ont montré qu'une bonne corrélation entre la teneur en carbonates et la teneur en huile est établie. Plusieurs travaux de recherche ont été réalisés sur les schistes bitumineux de TIMAHDIT et TARFAYA afin de les valoriser dans les domaines énergétique et environnemental [37,38]. L'étude minéralogique des schistes bitumineux de TARFAYA a été largement réalisée en discutant les conditions d'échantillonnage et la nature des traitements effectués. Cependant, peu d'études ont été effectuées sur les schistes bitumineux de Tanger et ses régions, du fait qu'ils contiennent peu de matière organique, mais leur composition minéralogie est intéressante et convenable pour d'autres applications complémentaires à celles énergétiques.

Dans les années à venir, les contraintes socioéconomiques et environnementales exigent la valorisation des ressources naturelles abondantes de notre pays. Pour cela, il est très utile de développer des recherches relatives aux matériaux alternatifs à base des schistes bitumineux, de faible coût et utilisables dans divers domaines d'applications.

II.6.1. Situation énergétique dans le Maroc

Le contexte national de l'énergie est marqué par une forte dépendance extérieure et une augmentation significative de la demande énergétique. Depuis le second choc pétrolier, le Maroc a commencé à s'intéresser aux énergies renouvelables (hydroélectrique, éolienne, solaire, etc.) qui représentaient en 2010 uniquement 7 % de la consommation nationale en énergie primaire.

Le Maroc dépend fortement de ses importations d'énergies fossiles pour satisfaire ses besoins énergétiques. La majeure partie de l'électricité produite au Maroc provient des centrales thermiques qui sont basées en grande partie sur la combustion du charbon et du pétrole importé [39].

Par ailleurs, le Maroc découvrait dans les années soixante d'importants gisements d'hydrocarbures non conventionnels qui peuvent substituer le pétrole, selon l'Agence Internationale de l'Énergie. Dans cet objectif, il a créé en 2003 l'Office National des Hydrocarbures et des Mines (ONHYM) [14], qui a pour objectifs de prospecter et d'exploiter les potentialités pétrolières et minières du Maroc. Les travaux géologiques et miniers réalisés par l'ONAREP au début des années 1980 ont permis en plus la mise en évidence d'énormes réserves en schistes bitumineux qui pourraient être valorisés pour la production des hydrocarbures. Ceci a conduit le Maroc à entamer sa propre expérience énergétique et à développer le procédé T3 (initiales des trois gisements de TANGER, TARFAYA et TIMAHDIT). Suite aux derniers chocs pétroliers, la recherche et le développement pour la valorisation des schistes bitumineux se poursuivent et connaissent un essor considérable durant cette période dans le monde. Ainsi pour notre pays, les deux gisements de TIMAHDIT et TARFAYA ont fait l'objet de plusieurs études géologiques et minières, en plus des tests de pyrolyse et de combustion directe [25,40].

CONCLUSION

À l'issue de cette étude bibliographique, on peut retenir que les schistes bitumineux sont des matériaux qui répondent à la trilogie : économique-sociale-environnementale. Nous avons rappelé l'importance de la construction à l'aide du matériau des schistes bitumineux, en s'appuyant sur la revue de littérature, ainsi que les procédés de stabilisation des constructions en déchets des schistes bitumineux par le ciment. L'influence des propriétés mécaniques et thermo-physiques des renforts en matériau des schistes bitumineux a été aussi évoquée.

PARTIE II :
GENERALITES ET METHODES
EXPERIMENTALES

CHAPITRE I : DESCRIPTION ET CARACTÉRISTIQUES DES MILIEUX POREUX

Pour caractériser un matériau poreux en termes de transferts, il est considérable de définir les grandes différences de comportements physiques caractérisant la structure géométrique de la matrice de ce milieu et les interactions entre celle-ci et les phases fluides qu'elle contient.

L'objectif de ce chapitre est de décrire les milieux poreux et d'introduire leurs caractéristiques pour la bonne compréhension de la suite de ce travail.

Dans un premier temps, nous présentons les principaux paramètres physiques définissant le milieu poreux, ainsi qu'une description des mécanismes du transport liquide et gazeux mis en jeu lors des transferts hydriques. Dans un second temps, nous présentons les équations et les grandeurs Thermo-physiques utilisées pour caractériser les transferts de chaleur dans les milieux poreux.

I.1. Description physique d'un matériau

Un milieu poreux est un about de grains ou particules solides entre lesquels existent des vides : appelés pores. Ces vides sont occupés par un fluide ou plus comme l'air, l'eau, l'huile, etc. (Figure.II-1).

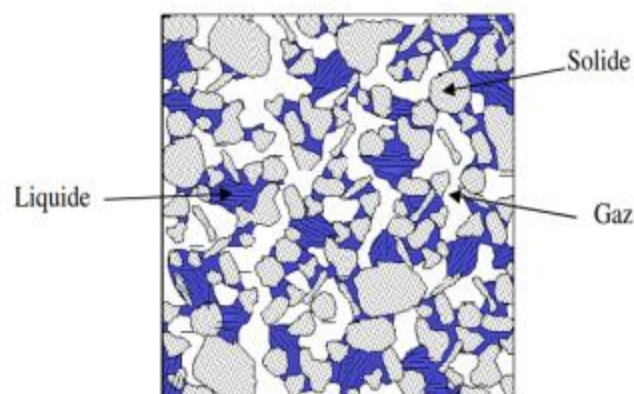


Figure. II- 1: Exemple d'un milieu poreux

On peut distinguer deux catégories de milieux poreux [41,42] :

- Les milieux hétérogènes poreux alvéolaires ou cellulaires considérés comme des espaces solides pleins de trous.

- Les milieux hétérogènes poreux granulaires ou pulvérulents considérés comme des espaces vides remplis de grains solides.

Généralement, un matériau poreux, à l'état naturel, est un milieu hétérogène triphasique constitué d'une phase solide, d'une phase liquide et d'une phase gazeuse.

I.2. Milieux uniformes, homogènes et hétérogènes

On appelle matériau homogène, tout matériau qui présente une masse (solide, liquide) identique en tous points. Un milieu uniforme est un milieu dont les propriétés physiques sont similaires en tout point [43]. Un matériau hétérogène est caractérisé par une variation de ses propriétés physiques d'un point à l'autre. Quand cette variation est continue, le matériau est à morphologie polycristalline. En revanche, quand la variation est discontinue à cause de la présence d'interfaces, le matériau hétérogène est alors appelé matériau composite et présente une morphologie inclusion/matrice. La Figure.II-1 montre un exemple de morphologie inclusion/matrice [44] et un exemple de morphologie polycristalline [45] à l'échelle micrométrique.

Un matériau est isotrope si ses propriétés physiques sont identiques dans toutes les directions [41,42].

I.3. Lois de vitesse des réactions à l'état solide

La vitesse d'une réaction de point de vue thermique en phase homogène est exprimée par une grandeur physique décrivant la totalité du système, comme la concentration molaire, la fraction molaire ou la pression partielle des différents constituants. Dans ce cas, l'équation de vitesse s'écrit comme suit :

$$\frac{dC_M}{dt} = K(T)f(C_M) , \quad [I. 1]$$

avec :

- t : le temps de la réaction ;
- C_M : la concentration molaire ;
- $K(T)$: la constante de vitesse ;
- $f(C_M)$: le modèle cinétique décrivant le mécanisme de la réaction.

L'expression précédente utilise la concentration C_M qui est généralement mesurée pour l'étude cinétique en phase liquide. Cependant, dans la cinétique à l'état solide, la concentration n'a pas de signification à cause de l'inhomogénéité du système et de la réactivité qui n'est pas identique au sein même du solide [46].

Dans le cas idéal, un cristal parfait ne contient pas d'imperfections (défauts) et donc possède une réactivité minimale. Cependant, dans la réalité, les cristaux parfaits sont très rares et la plupart des réseaux cristallins contiennent des défauts facilitant leur dégradation quand ils sont soumis à un stress thermique. À l'état solide, les réactions se produisent donc souvent au niveau des défauts de structure, des surfaces du cristal, de ses arêtes et de ses sommets [47]. La cinétique à l'état solide peut alors être étudiée par les méthodes d'analyse thermique en mesurant une des propriétés de l'échantillon lorsqu'il est soumis au chauffage [48]. Si une réaction met en jeu une perte de masse, la cinétique de cette réaction sera étudiée par l'analyse thermogravimétrique (ATG).

I.4. Grandeurs Petro-physiques d'un matériau poreux

I.4.1. Densité de la phase solide : (Masse Volumique)

La masse volumique c'est une grandeur physique qui caractérise la masse d'un matériau par unité de volume. Elle est généralement notée par les lettres grecques ρ (rho). Elle est déterminée par le rapport de la masse au volume [49].

$$\rho = \frac{m}{V}, \quad [\text{I. 2}]$$

Où m est la masse de la substance homogène occupant un volume V .

La masse volumique est le synonyme moderne des expressions désuètes « densité absolue » et densité propre, ou encore masse spécifique, noté (d_{p_s}) ; elle correspond à la densité de matériau sans tenir compte de la porosité connectée. Elle est donc représentative de la densité des phases minérales et de la porosité non connectée [50].

La densité de la phase solide a été calculée à partir du poids de l'échantillon sec (masse) par rapport au volume des grains en appliquant la formule suivante :

$$d_{ps} = \frac{M}{V_s}, \quad [I. 3]$$

avec ; M : la masse de l'échantillon ;

V_s : Le volume solide des grains.

Le volume solide des grains se détermine à partir de la formule suivante :

$$\begin{aligned} V_t &= V_p + V_s, \\ V_s &= V_t - V_p, \end{aligned} \quad [I. 4]$$

avec :

- V_t : le volume total de l'échantillon ;
- V_p : le volume total des pores ;
- V_s : le volume solide de l'échantillon.

I.4.2. Densité apparente

La densité apparente doit tenir compte du volume total de l'échantillon, comprenant le volume poreux et le volume de la phase solide. Ce volume peut être simplement calculé à partir des dimensions de l'échantillon. Cependant, ces échantillons sont rarement des cubiques parfaits. Dans les matériaux peu poreux, ces irrégularités créent une forte erreur sur le calcul du volume et donc sur le calcul de la densité.

Pour obtenir une mesure précise du volume V_{ech} , on utilise la technique de saturation à l'eau. Le calcul de la densité apparente d_{app} ou masse volumique de l'échantillon, est donné par la formule suivante :

$$d_{app} = \frac{\rho_{ech}}{\rho_{eau}} = \frac{m_{sec}}{V} . \quad [I. 5]$$

Elle est considérée comme étant l'un des paramètres les plus importants dans l'étude portant sur la structure des roches [51]. Elle prend en compte le volume des phases minérales ainsi que le volume poreux connecté. La comparaison des deux permet une première détermination de la porosité.

L'analyse de ces données permet de distinguer un ensemble d'échantillons sur la base des critères d'évolution de la composition minéralogique et de la porosité [50]. La densité

apparente est calculée aussi à partir des valeurs mesurées de la porosité à l'hélium et de la densité phase solide en appliquant la formule suivante :

$$d_{app} = d_{ps} \times \left(1 - \left(\frac{n}{100} \right) \right) , \quad [I. 6]$$

avec :

- d_{app} : la densité apparente (g/cm^3) ;
- d_{ps} : la densité de la phase solide (g/cm^3) ;
- n : la porosité (%).

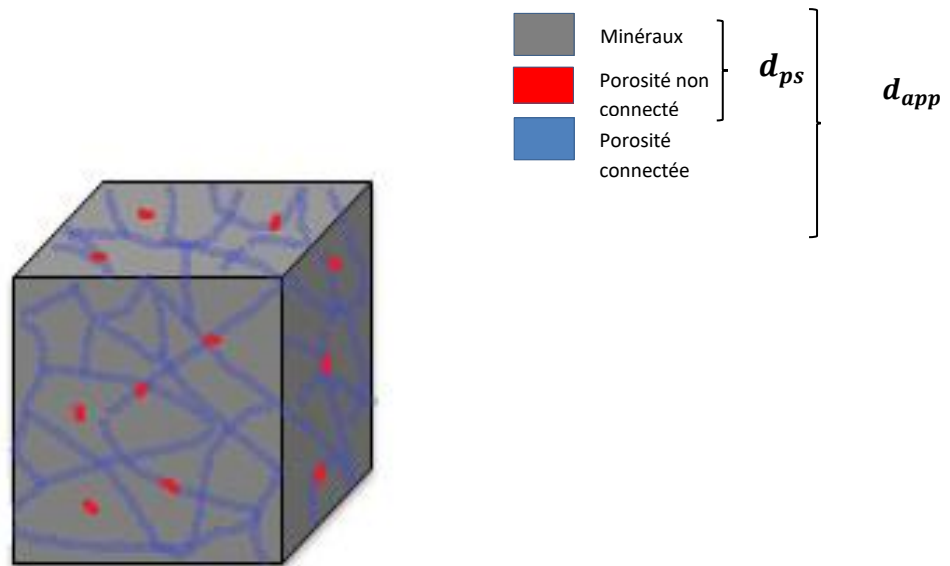


Figure. II- 2: Schéma représentatif de la densité des phases solides et de la porosité

Les roches sont généralement constituées de quatre constituants : les grains, le ciment, la matrice et le réseau poreux. Les caractéristiques physiques du réseau poreux ou propriétés pétro-physiques (taille, nature et distribution des pores) permettent d'évaluer l'aptitude de la roche à contenir (porosité) et à laisser circuler (perméabilité) des fluides telle que l'eau ou des hydrocarbures liquides ou gazeux.

Par définition, la porosité (n) correspond à la fraction du vide contenu dans un matériau. Elle est définie comme le rapport du volume du vide sur le volume total du matériau [52-55]. Dans la roche, elle se trouve sous forme de pores connectés ou isolés (Figure.II-3), [56].

$$n(\%) = \frac{V_{vide}}{V_{total}} \times 100 . \quad [I. 7]$$

D'après Aharonov & all [57], deux types de porosités sont à distinguer : la porosité euclidienne, permettant la circulation des fluides, et la porosité fractale, servant plutôt de réservoir et constituant le siège des transferts entre roche et fluide. De même, la porosité étudiée peut être classée en micro, méso ou macroporosité selon les diamètres des pores [58].

En effet, l'étude de la porosité et la recherche d'informations sur sa géométrie, constituent une première étape incontournable dans la compréhension et la modélisation des transferts de fluides [52]. Il existe plusieurs techniques qui permettent d'estimer la porosité d'un matériau [52, 54, 55, 59, 60].

- La porosité mesurée par saturation à l'eau ;
- La porosité déduite de la mesure de densité de phase solide à l'hélium ;
- La porosité mesurée par injection de mercure.

La combinaison de ces techniques permet de tester trois modes de saturation différents, pour chaque fluide utilisé, ce qui permet, la validation des mesures. En effet, il n'est pas rare, notamment pour les échantillons altérés et friables, que lors du processus de saturation à l'eau, il y a une perte d'une petite partie de l'échantillon. Ceci entraîne un déficit de masse lors des pesés après saturation en engendrant une sous-estimation de la porosité par saturation à l'eau par rapport à celle obtenue par saturation à l'hélium. De plus, la saturation des volumes poreux au gaz est très souvent plus complète que celle à l'eau, notamment dues aux effets de la viscosité et de la capillarité.

L'essai par injection de mercure permet de traiter les échantillons dont la cohésion est trop faible pour les essais de saturation à l'eau et à l'hélium. Il permet également d'aller plus loin que la simple mesure de porosité totale et d'obtenir des informations sur la taille et la forme des vides qui composent le réseau poreux [61].

I.5. Classification des pores

Les pores forment des réseaux de vides plus ou moins complexes ayant une influence directe sur les phénomènes hydriques, mécaniques et thermiques. Les classifications de la porosité en fonction de la taille des pores sont très nombreuses et souvent arbitraires car les seuils de coupures entre les domaines dits

microporeux et macroporeux varient selon les auteurs et selon les méthodes utilisées pour l'investigation du milieu poreux [41, 62-68].

Dans ce travail, nous présentons la classification proposée par l'union internationale de la chimie pure et appliquée (Tableau. II-1). Cette classification est basée sur le diamètre des pores [69,70].

Tableau. II- 1: Classification de la porosité selon l'union internationale de la chimie pure et appliquée

<i>Classification</i>	<i>Diamètre moyen</i>
<i>Micropores</i>	< 2nm
<i>Méso pores</i>	2 nm à 50 nm
<i>Macropores</i>	50 nm à 10 µm
<i>Bulles d'air</i>	> 10 µm

I.6. L'indice des vides

L'indice des vides est un rapport entre le volume des vides et le volume des grains, il est donné par :

$$e_v = \frac{\text{Volume de vide}}{\text{Volume de solide}} = \frac{V_v}{V_s}, \quad [\text{I. 8}]$$

I.7. La connectivité

La connectivité est un paramètre topologique qui mesure le degré d'interconnexion d'un matériau poreux. En général, il est préférable que le réseau de pores capillaires soit constitué de pores les plus petits possibles pour que le degré d'interconnexions y soit plus faible [41].

I.8. Les ondes sismiques

L'étude des ondes sismiques a permis de déterminer les différentes couches du globe terrestre. La vitesse de propagation des ondes étant fonction de l'état et de la densité de la matière.

Les tremblements de terre, ou séismes, peuvent provoquer des dégâts et des catastrophes considérables pour la vie humaine. Cependant, ils nous apportent certaines informations sur la structure de la Terre.

Les séismes libèrent de l'énergie stockée dans les roches avec le temps : cette énergie est transmise à partir du foyer (zone de libération de l'énergie provoquant le tremblement) sous la forme d'ondes (ou vibrations) qui se propagent dans toutes les directions : les ondes sismiques.

I.9. Types des ondes sismiques

Il existe deux grands domaines de propagation des ondes :

- Les ondes de fond qui se propagent à l'intérieur de la Terre et peuvent être enregistrées en plusieurs points du globe. On distinguera deux grands types : les ondes de cisaillement, ou ondes *S*, et les ondes de compression, ou ondes *P* ;
- Les ondes de surface ou les ondes *L* se propagent à la surface du globe et dans la croûte terrestre, elles provoquent tous les dégâts liés aux tremblements de terre.

I.9.1. L'Onde *P* ou l'onde de compression

Les ondes de compression ou les ondes *P* sont des vibrations qui alternent compression et décompression et peuvent déformer les roches par changement de volume. Elles se déplacent donc en créant des zones de dilatation (zones de décompression) et des zones de compression.

Les particules se déplacent alors selon un mouvement avant-arrière dans la direction de la propagation de l'onde (elles ont un mouvement parallèle à la direction de l'onde).

Ce sont les ondes les plus rapides (6 km/s en moyenne) ; elles se propagent dans les solides, les fluides, les gaz, et même dans l'atmosphère. Elles sont par conséquent les premières à être enregistrées par un sismographe après un tremblement de terre, d'où leur appellation également d'ondes primaires.

I.9.2. L'Onde S ou l'onde de cisaillement

Les ondes de cisaillement sont des ondes transversales qui ne sont transmises que par les solides (car les gaz et les liquides n'ont pas l'élasticité pour reprendre leur forme originelle) Elles déforment les roches par changement de forme. Elles consistent en des mouvements perpendiculaires à la direction de propagation des ondes. La vitesse de propagation des ondes S dans la croûte terrestre est d'environ $3,5 \text{ km/s}$: elles sont donc enregistrées après les ondes P (d'où leur appellation d'ondes secondaires).

I.10. Propriétés des ondes P et S

Les ondes sismiques de fond se comportent comme des ondes de lumière et de son : elles peuvent être transmises et aussi réfléchies et réfractées.

Les ondes sont réfléchies par des discontinuités dans la Terre, tandis que la réfraction implique un changement de vitesse d'une onde et de sa direction. Si la Terre possédait une composition homogène et si la densité augmentait de façon progressive avec la profondeur, alors les ondes auraient une trajectoire courbe et une vitesse croissante (la vitesse de propagation des ondes est proportionnelle à la densité du matériel dans lequel elles se propagent) ; alors qu'en fait, elles sont réfléchies et réfractées par des zones de changement brusque de densité, comme la limite entre le manteau et le noyau.

Ainsi, l'augmentation progressive de la vitesse des ondes P et S dans le manteau, indique une hausse de la densité du matériel à mesure qu'on s'enfonce vers le centre de la Terre, mais la propagation des ondes S stoppent brusquement à la limite entre le noyau et le manteau : cela indique que le noyau externe est liquide.

L'étude de la propagation des ondes sismiques permet aux géologues d'étudier la structure de la Terre.

I.11. Propriétés de transfert de chaleur

Dans cette partie, on traite essentiellement les connaissances de base nécessaires à la compréhension et au traitement des échanges thermiques qui jouent un rôle important dans de très nombreux processus naturels et industriels. Elle est classiquement divisée en trois parties

correspondant aux trois mécanismes gouvernant ces échanges : conduction, convection, rayonnement. La formulation propre à chaque mode d'échange a été présentée, ainsi que le développement des méthodes de détermination des flux de chaleur et des champs de température dans les milieux [71].

I.12. Les modes de transfert de chaleur

Il existe trois modes de transfert d'énergie thermique qui peuvent avoir lieu entre deux milieux, mais aussi au sein d'un même milieu : la conduction, la convection et le rayonnement. Il est important de bien comprendre chacun de ces phénomènes afin de mieux cerner la problématique présentée dans ce mémoire.

I.12.1. Transfert par Conduction

Le transfert de chaleur par conduction est un transfert d'énergie dans un milieu matériel (solide) par vibration moléculaire et sans mouvement de matière, lorsque le corps est soumis à un gradient de température.

Le transfert par conduction peut être étudié soit en régime permanent ou transitoire, suivant l'équilibre thermique du système étudié.

En régime permanent, la température T est indépendante du temps. Dans ce cas, la loi de Fourier, équation ci-dessous, est applicable dans un milieu isotrope :

$$\vec{\varphi} = -\lambda \overrightarrow{grad}(T), \quad [I. 9]$$

où :

- $\vec{\varphi}(W/m^2)$: la densité de flux thermique ;
- $\lambda (W/m.K)$: la conductivité thermique du matériau.

En régime transitoire, la température du solide n'est pas constante, on peut dire qu'il est hors équilibre. Il peut également exister à l'intérieur du domaine d'étude des sources de chaleur internes (géothermie, radioactivité) caractérisées par leur puissance interne (W/m^2). Dans ce cas, la conduction en régime transitoire est décrite par l'équation de la chaleur suivante :

$$\lambda \Delta T + P = \rho c_m \frac{\partial T}{\partial t}, \quad [I. 10]$$

où :

- ρ (kg/m^3) : la masse volumique du solide ;
- C_m ($J/kg.K$) : la capacité thermique massique du matériau [42].

I.12.2. Transfert par convection

Ce mode de transfert se manifeste pour les fluides en mouvement. Il gouverne les écoulements intra-fluide ou ceux entre la surface d'un solide et le fluide environnant en mouvement (cas des parois d'un bâtiment). Suivant la source du désordre, on distingue une convection dite naturelle d'une convection dite forcée. La convection naturelle concerne les mouvements du fluide qui résultent d'une distribution spatiale non uniforme de la densité, dont un gradient de température est généralement le moteur [42, 72].

Lorsque le mouvement résulte d'une action mécanique, on parle de convection forcée. Au contact d'un élément chaud, le fluide (généralement de l'air) se met en mouvement et se déplace vers l'élément froid, créant ainsi un mouvement vertical qui accélère les échanges thermiques entre les deux éléments. Plus le fluide entrant en jeu est immobile, moins il y a de convection. La présence des mouvements convectifs conduit à une augmentation du transport de chaleur global et se traduit par un terme supplémentaire dans l'équation de la chaleur [72, 73].

Lorsque l'échange s'effectue entre un solide et un fluide, le flux thermique échangé ϕ entre la surface et le fluide en mouvement est décrit par la loi de NEWTON :

$$\phi = hS(T_1 - T_2), \quad [I. 11]$$

avec :

- ϕ : le flux en en Watt (W) ;
- S : la surface du corps en contact avec le fluide en (m^2) ;
- h : le coefficient de NEWTON en (W/m^2K).

I.12.3. Transfert par Rayonnement

Le rayonnement thermique est un phénomène dans lequel le porteur d'énergie est représenté par des ondes électromagnétiques ayant pour origine l'agitation atomique à la surface d'un corps. C'est une forme particulière de transfert thermique car, contrairement aux phénomènes de conduction et convection, ce mode de transfert ne nécessite pas de support matériel solide ou fluide. Le rayonnement thermique peut donc avoir lieu dans le vide et joue notamment un rôle prépondérant pour le rayonnement cosmique mais aussi pour les applications mettant en jeu de très hautes températures.

I.13. Loi de Fourier

Lorsque les variations de température ne sont pas trop importantes dans le temps (régime stationnaire), et lorsqu'il s'agit d'un milieu solide, homogène et isotrope, on peut négliger la convection et le rayonnement, on rend compte localement des phénomènes de transfert de la chaleur par la loi de Fourier par conduction qui indique que le flux surfacique est proportionnel au gradient de température :

$$\vec{\varphi} = -\lambda \overrightarrow{\text{grad}}(T) . \quad [\text{I. 12}]$$

Selon la géométrie de surface, cette équation vectorielle peut être écrite dans différents systèmes de coordonnées (cartésiennes, cylindriques et sphériques). Notre étude est effectuée sur les murs de bâtiments de surface plane et d'épaisseur limitée, donc le système en coordonnées cartésiennes est retenu. La loi de Fourier peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\vec{\varphi}(x, y, z, t) = -\lambda \overrightarrow{\text{grad}} T(x, y, z, t) . \quad [\text{I. 13}]$$

Généralement, dans un milieu poreux, il coexiste trois phases : solide, liquide et gazeuse. Le transfert thermique dans ces milieux est influencé par les effets d'évaporation-condensation. La phase solide est le siège de transfert de chaleur par conduction pure, la phase gazeuse est constituée d'air sec et de vapeur d'eau, elle est le siège de transfert de chaleur essentiellement par convection [41, 70].

I.14. Propriétés Thermo physiques

La détermination des propriétés thermo-physiques des matériaux est primordiale pour la conception et la réalisation des infrastructures et des ouvrages qui répondent à des besoins énergétiques spécifiques ou pour l'optimisation des installations déjà existantes de point de vue efficacité énergétique. Ces paramètres sont la conductivité thermique, la diffusivité thermique, la chaleur spécifique, l'effusivité thermique et la résistivité thermique [71].

I.14.1. Équation de diffusion de la chaleur dans les matériaux homogènes et isotropes

Le bilan thermique dans un élément de volume d'un matériau homogène et isotrope conduit à une équation différentielle qui décrit la conduction de la chaleur à l'intérieur du matériau [74].

$$c_v \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda (T) \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(\lambda (T) \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\lambda (T) \frac{\partial T}{\partial z} \right), \quad [I. 14]$$

avec :

- c_v : la capacité thermique volumique du matériau ($J. m^{-3}. K^{-1}$) ;
- t : le temps et x, y et z sont les coordonnées cartésiennes ;
- λ : la conductivité thermique du matériau ($W. K^{-1}. m^{-1}$).

L'équation (I.14) est souvent appelée équation de diffusion de la chaleur. Si λ est indépendante de la température, et que le régime est permanent, l'équation [I.14] se réduit à l'équation de Laplace :

$$\Delta T = 0 . \quad [I. 14.bis]$$

I.14.2. Équation de diffusion de la chaleur dans les matériaux hétérogènes

Les propriétés thermo-physiques des matériaux hétérogènes (conductivité thermique et capacité thermique volumique) dépendent de la quantité des différents constituants et des coordonnées d'espace dans le cas de la conductivité thermique. Ceci rend l'équation de diffusion de la chaleur pour un matériau hétérogène plus complexe que l'Equation [I-14] :

$$c_v(T, \varepsilon_1, \varepsilon_2, \dots, x, y, z) \frac{\partial T}{\partial t} = \vec{\nabla}(\lambda(T, \varepsilon_1, \varepsilon_2, \dots, x, y, z) \vec{\nabla} T), \text{ [I. 15]}$$

où : ε est la fraction volumique d'un constituant.

Dans la réalité, il est difficile, souvent même impossible, de connaître avec précision l'emplacement des différents constituants dans le matériau. C'est pour cette raison que l'on parle de conductivité thermique équivalente. Le terme « équivalent » renvoie à l'hypothèse que le matériau hétérogène est équivalent à l'échelle macroscopique à un matériau homogène de conductivité thermique λ_{eq} et de capacité thermique volumique $c_{v,eq}$. Ainsi, pour le matériau homogène équivalent au matériau hétérogène, l'Equation [I-14] devient :

$$c_{v,eq} \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda_{eq} \left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right). \text{ [I. 16]}$$

I.15. Conductivité thermique des milieux poreux

La conductivité thermique est une grandeur thermo-physique qui caractérise l'aptitude d'un corps à échanger de la chaleur. C'est la chaleur transférée par unité de surface isotherme et de temps sous un gradient de température unitaire.

C'est une propriété inhérente au matériau qu'elle caractérise et elle est fonction de la température et de la pression. Elle est la principale caractéristique du pouvoir isolant d'un matériau [41, 42, 75].

I.16. Transfert de chaleur dans les milieux poreux

Un matériau peut être considéré comme un milieu poreux s'il est composé d'une matrice solide et d'une partie poreuse. La porosité peut être saturée en fluide (air et/ou eau). En effet, nous pouvons considérer que, à priori, les trois modes de transfert thermique cités plus haut ont lieu dans un matériau poreux. La conduction a lieu dans la matrice solide et dans les fluides au niveau des pores, et dans une certaine mesure, les pores peuvent également être le siège de mouvements convectifs et radiatifs.

Certains auteurs considèrent que les transferts thermiques au sein des matériaux poreux sont plus complexes, et que pour les milieux composites, certaines composantes du système peuvent être assimilées à des milieux poreux [76].

Généralement, dans les milieux poreux à température et pression ambiantes, la convection et le rayonnement dans les pores sont souvent supposés négligeables devant les transferts par conduction au sein des différentes phases [77, 78].

Cependant, le transfert thermique est considéré purement par conduction quand, sous un gradient thermique, le fluide saturant reste immobile, ce qui est le cas lorsque ce dernier est piégé dans les pores [79]. La contribution de la convection naturelle aux transferts thermiques devient non négligeable à partir d'un seuil donné de diamètre des pores [80]. Ce seuil est déterminé à partir du nombre de Grashof, qui est le rapport entre la force dirigeant la convection à la force de viscosité ; pour des valeurs supérieures à 1000, il convient de tenir compte de la convection au sein des pores.

Dans le cas où l'air remplit les pores du milieu, à pression atmosphérique et est soumis à une différence de température de 10°C, la convection n'est pas négligeable pour un diamètre de pores supérieur ou égal à 10 mm. Certains auteurs, considèrent que le transfert par rayonnement à travers les pores doit être pris en compte si le milieu possède de forte porosité (supérieur à 50%) et un rayon d'accès aux pores supérieurs à 100 µm [81].

Dans notre cas, par rapport aux considérations mentionnées plus haut, pour une porosité généralement en-dessous de 25%, nous négligeons les phénomènes de convection et de rayonnement à l'intérieur de ceux-ci. C'est uniquement un transfert par conduction à travers les différentes phases qui sera pris en compte.

I.17. Modélisation analytique de la conductivité thermique équivalente des matériaux hétérogènes

I.17.1. Modèles de la conductivité thermique

La valeur de conductivité thermique effective d'un milieu hétérogène et poreux nécessite une vraie connaissance de sa morphologie, d'une part et des outils d'analyses théoriques et numériques permettant l'accès aux informations particulières de sa microstructure, d'autre part. Quelques simplifications géométriques peuvent être considérées dans quelques cas.

Dans ce paragraphe, nous présentons quelques modèles, de la littérature, qui ont été

développés pour la prédiction de la conductivité thermique équivalente des matériaux poreux. Néanmoins, ces modèles se répartissent selon différentes catégories. Par exemple, certains modèles analytiques ont traité des géométries à deux dimensions [82] et d'autres des géométries en trois dimensions [83]. Ces dernières sont de plus en plus réalisables de nos jours, suite aux développements des outils informatiques [84]. D'autres auteurs ont classé les modèles de prédiction de conductivité thermique équivalente des composites en des modèles de premier, de second, de troisième et de quatrième ordre [85]. Certains auteurs, ont classé ces modèles parmi les périodiques, statistiques et semi empiriques [86]. A titre d'exemple, nous donnons quelques modèles les plus utilisés dans le paragraphe suivant [42].

I.17.1.1. Modèles de bornes de Wiener

Les modèles Série et Parallèle ont été proposés par Wiener en 1912 [87]. Ces modèles sont basés sur l'hypothèse d'un flux de chaleur unidimensionnel, et ont été obtenus par analogie électrique.

Dans ces modèles, la structure interne du matériau hétérogène est supposée constituée des strates perpendiculaires (modèle série) et parallèles (modèle parallèle) au flux de chaleur. La Figure. II- 3 et la Figure. II- 4 montrent les structures internes constituées de strates, de conductivité λ_{\perp} et λ_{\parallel} , respectivement, perpendiculaires et parallèles au flux de chaleur.

I.17.1.2. Modèle série

Le matériau est considéré comme une succession de couches solide et fluide, alternées et disposées perpendiculairement à la direction du flux de chaleur (Figure. II-3). La conductivité thermique correspondante s'écrit :

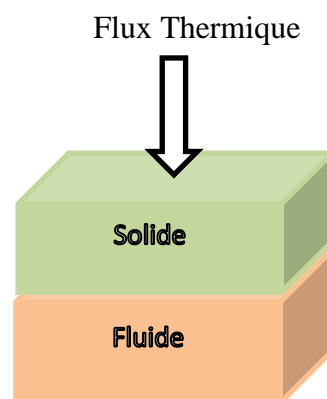


Figure. II- 3: Structures internes d'un modèle Série

$$\lambda_{\perp} = \frac{1}{\frac{(1-\varepsilon)}{\lambda_s} + \frac{\varepsilon}{\lambda_f}}, \quad [\text{I. 17}]$$

avec,

ε : La fraction volumique

λ_{\perp} : La conductivité thermique perpendiculaire

λ_s : La conductivité thermique de la phase solide

λ_f : La conductivité thermique de la phase fluide

Le modèle Série modélise bien les matériaux hétérogènes constitués d'une matrice contenant des fibres longues perpendiculaires au flux thermique. Il sous-estime cependant la conductivité thermique équivalente des matériaux hétérogènes isotropes.

I.17.1.3. Modèle parallèle

Le modèle parallèle correspond au cas où le flux de chaleur traverse les deux couches de manière parallèle (Figure. II- 4). La conductivité correspondante s'écrit :

$$\lambda_{\parallel} = (1 - \varepsilon)\lambda_s + \varepsilon \lambda_f, \quad [\text{I. 18}]$$

Lorsque la conductivité du fluide devient négligeable devant celle du solide $\lambda_f \ll \lambda_s$, la phase solide impose la conductivité totale. C'est le cas pour l'air qui a une conductivité thermique très faible.

La valeur équivalente de la conductivité thermique est toujours comprise entre la valeur de la conductivité du milieu série et celle du milieu parallèle [88].

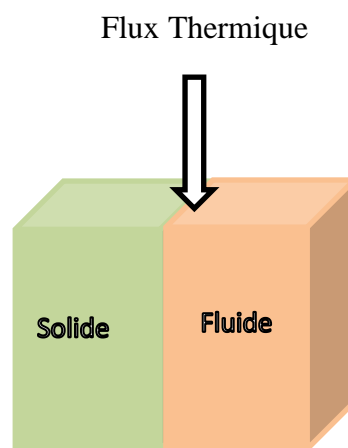


Figure. II- 4: Illustration du modèle Parallèle

Le modèle Parallèle, quant à lui, modélise bien les matériaux hétérogènes constitués d'une matrice contenant des fibres longues parallèles au flux thermique. Mais il surestime la conductivité thermique équivalente des matériaux hétérogènes isotropes.

Les modèles Série et Parallèle ne sont pas appropriés pour modéliser des matériaux à structure interne granulaire. Ils permettent de définir en première approximation le domaine où se trouve la conductivité thermique de tout matériau hétérogène. On les appelle ainsi les bornes de Wiener. Nous constatons que les bornes de WIENER ne dépendent que de la composition et de la fraction volumique ε des constituants. Elles ignorent la forme, la taille et la répartition des inclusions dans la matrice. Les modèles Série et Parallèle ne sont donc pas appropriés pour étudier l'impact des détails structuraux sur la conductivité thermique équivalente des matériaux hétérogènes.

Constatant que les modèles Série et Parallèle sont, respectivement, les limites inférieure et supérieure de la conductivité thermique de tout matériau hétérogène, certains auteurs proposent de les combiner pour modéliser la conductivité thermique des matériaux à structure interne complexe. Dans ce qui suit, nous présentons quelques modèles issus de la combinaison des modèles Série et Parallèle [70].

I.17.1.4. Modèle de Willy et Southwick

Dans un milieu poreux est périodique, et chaque cellule de base est présentée par trois strates en parallèle (Figure. II-5). La conductivité thermique de ce milieu a pour expression :

$$\lambda = \theta \lambda_{\parallel} + (1 - \theta) \lambda_{\perp}, \quad [\text{I. 19}]$$

avec :

- θ : La part du dispositif en conduction série ;
- $(1 - \theta)$: La part en conduction parallèle.

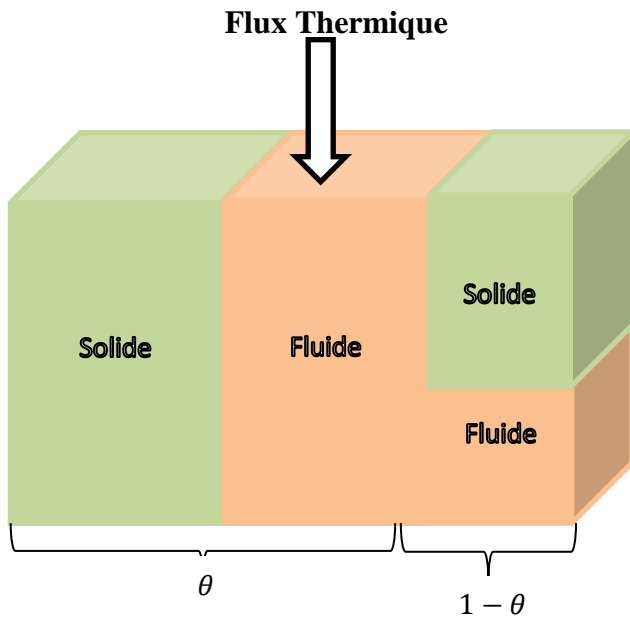


Figure. II- 5: Illustration du modèle DE WILLY ET SOUTWICK

I.17.1.5. Modèle de Krisher

Ce modèle est basé sur le même principe que les modèles de strates en série ou en parallèle. Il prend en considération les deux phases solide et fluide et une troisième phase constituée de mélange solide et gaz (Figure. II- 6) [89]. La conductivité équivalente est donnée par l'équation suivante [42, 70].

$$\lambda_{eq} = \frac{\lambda_{\parallel} \lambda_{\perp}}{0.2 \lambda_{\perp} + (1 - 0.2) \lambda_{\parallel}} \quad [I. 20]$$

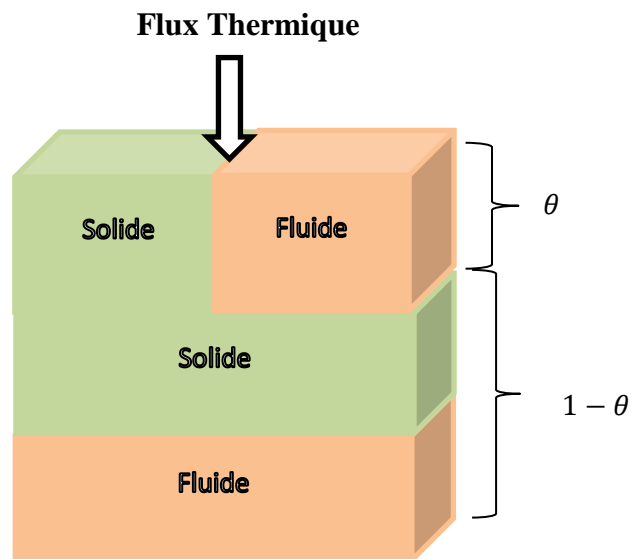


Figure. II- 6: Illustration du modèle de Krisher

I.17.1.6. Modèle de Lewis et Nielson

Dans ce modèle, la forme et la distribution des particules sont prises en compte dans cette théorie [90]. De plus, l'effet des rajouts des fractions maximales des fibres dans le composite est aussi pris en compte dans l'équation de conductivité thermique. Il est donné par l'équation suivante :

$$\lambda_{eq} = \lambda_1 \left(\frac{1+(A-1)U_\varepsilon}{1+\emptyset_\varepsilon} \right), \quad [I. 21]$$

avec :

$$U = \left(\frac{\frac{\lambda_1}{\lambda_2} - 1}{\frac{\lambda_1}{\lambda_2} - A - 1} \right) \quad \text{et} \quad \emptyset = 1 + \left(\frac{(1-\varepsilon_{max})}{\varepsilon_{max}^2} \right) \varepsilon$$

I.17.1.7. Modèle de Maxwell

La détermination des propriétés de transport des matériaux hétérogènes a commencé avec MAXWELL [91]. Ce dernier a proposé une expression exacte pour le calcul de la conductivité thermique équivalente des matériaux hétérogènes. La proposition de MAXWELL suppose que le composé est constitué de sphères dispersées dans un milieu continu [92, 93]. La conductivité thermique effective est donnée par :

$$\lambda = \lambda_m \frac{2\lambda_m + \lambda_{ch} - 2(\lambda_m - \lambda_{ch})\varepsilon}{2\lambda_m + \lambda_{ch} + 2(\lambda_m - \lambda_{ch})\varepsilon'} \quad [I. 22]$$

où :

- λ_m : La conductivité de la matrice ($W/m.K$) ;
- λ_{ch} : La conductivité de la charge ($W/m.K$) ;
- ε : La fraction volumique.

Le modèle de MAXWELL repose sur l'hypothèse que le champ de température autour d'une particule n'est pas perturbé par celui de ses voisines. Ce qui fait que ce modèle n'est valable que pour des structures internes fortement diluées, c'est-à-dire à très faible fraction volumique d'inclusions.

I.17.1.8. Modèle d'Agari

La proposition d'AGARI, est un modèle basé sur la multiplication des modèles en série et en parallèle [94]. Cette approche semi-empirique a été suggérée pour la prédiction de la conductivité thermique effective de tous les types d'inclusions [95]. L'équation d'AGARI logarithmique est donnée par :

$$\log \lambda = \varphi c_1 \log \lambda_{ch} + (1 - \varphi) \log(c_2 \lambda_m), \quad [\text{I. 23}]$$

avec :

- c_1 : le facteur d'effet sur la cristallinité de la matrice, l'affinement du terme c_1 ne sera plus utile (nous supposons que $c_1 \cong 1$,
- c_2 : le facteur intervenant dans la formation d'une chaîne conductrice de molécules.

Le facteur c_2 , est compris entre (0, 1). Si la constitution de chaînes conductrices au sein du composite est facile à réaliser, la conductivité thermique de ce matériau composite peut aussi varier facilement. Dans ce cas, la valeur de c_2 est environ 1.

I.17.1.9. Modèle de Bruggeman

Le modèle de BRUGGEMAN est l'un des corrélations employées pour la prévision de la conductivité thermique effective [95], établi sur la base des suppositions de MAXWELL [96].

Ce modèle est développé par BRUGGEMAN et repose sur le concept représenté schématiquement par la Figure. II-9 : une fraction volumique ε de particules de conductivité thermique λ_f est incluse dans un milieu de conductivité thermique effective λ_{eff} .

De façon équivalente la fraction $(1 - \varepsilon)$ de matrice de conductivité thermique λ_s est incluse dans le milieu effectif de conductivité thermique λ_{eff} . Cette approche est symétrique de sorte que les deux constituants aient une contribution équivalente. Ceci permet de présenter l'évolution de la morphologie de la phase dispersée en fonction de sa fraction volumique et ainsi d'appréhender la notion de Co-continuité des phases. En effet, si le ratio $\lambda_f/\lambda_s \gg 1$, ce modèle prévoit un seuil de percolation pour 30% en volume de la phase conductrice. L'expression de la conductivité thermique effective λ_{eff} selon BRUGGEMAN est :

$$\varepsilon \left[\frac{\lambda_f - \lambda_{eff}}{\lambda_f + (d-1)\lambda_{eff}} \right] + (1 - \varepsilon) \left[\frac{\lambda_s - \lambda_{eff}}{\lambda_s + (d-1)\lambda_{eff}} \right] = 0 . \quad [\text{I. 24}]$$

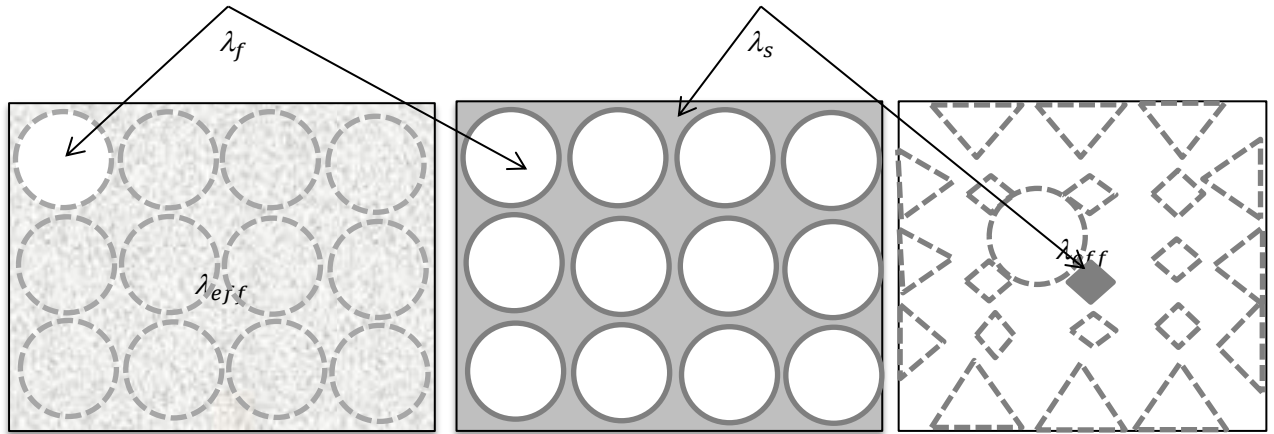


Figure. II- 7: Représentation schématique de la notion de milieu effectif

Ce modèle est particulièrement adapté aux systèmes constitués d'agrégats de sphère conductrice et isolante ou d'agrégats poreux de particules conductrices [97].

I.17.1.10. Modèle de Hamilton-Crosser

Le modèle de HAMILTON ET CROSSER [98,99] est expliqué par l'équation (II.26) impliquant une constante empirique N . Cette constante prend en compte la morphologie des particules. Il a été conclu que si le rapport des conductivités des deux phases existe, $\frac{\lambda_{ch}}{\lambda_m}$ est supérieur à 100, la constante N est illustrée par l'équation (II.26), sinon $N = 3$.

$$\lambda = \lambda_m \left[\frac{\lambda_{ch} + (N-1)\lambda_m - (N-1)\varphi_{ch}(\lambda_m - \lambda_{ch})}{\lambda_{ch} + (N-1)\lambda_m + \varphi_{ch}(\lambda_m - \lambda_{ch})} \right], \quad [I. 25]$$

$$N = \frac{3}{\Psi}, \quad [I. 26]$$

avec :

Ψ : Facteur géométrique appelé sphéricité

N : Facteur de forme empirique

si la particule est une sphère, $\Psi = 1$

I.17.2. Diffusivité thermique

La diffusivité thermique D (m^2/s) est définie comme la vitesse à laquelle un matériau répond à un changement de température. L'expression de cette grandeur est donnée par la formule suivante :

$$D = \frac{\lambda}{\rho c_m}, \quad [\text{I. 27}]$$

avec :

- λ : la conductivité thermique ;
- c_m : la capacité thermique massique à pression constante ;
- ρ : la masse volumique.

Pour un matériau avec une diffusivité thermique élevée, la propagation de la chaleur est plus rapide.

La diffusivité thermique est classiquement mesurée par une méthode transitoire, qui est souvent la méthode dite "laser-flash [76].

Une impulsion laser est envoyée sur une face du matériau, un équilibre thermique va alors s'établir dans l'échantillon provoquant un flux thermique vers la surface non exposée [42, 100].

I.17.3. Capacité thermique

La capacité thermique notée C , est la quantité de chaleur éventuelle que peut absorber un matériau par unité de masse. Plus le matériau est dense et plus sa capacité thermique sera importante. Comme pour la conductivité, c'est une propriété intrinsèque au matériau (indépendamment de son épaisseur, contrairement à sa résistance thermique par exemple) mais qui dépend néanmoins des conditions de mesures (température, pression, etc.).

C'est une propriété essentielle pour caractériser l'inertie thermique d'un matériau. [42, 100].

L'expression de cette grandeur est donnée par la formule suivante :

$$c_m (\text{kJ}/\text{K} \cdot \text{kg}) = \frac{c_v (\text{kJ}/\text{m}^3 \cdot \text{K})}{\rho (\text{kg}/\text{m}^3)} \quad [\text{I. 28}]$$

avec :

c_m : La capacité thermique massique ;

c_v : La capacité thermique volumétrique ;

ρ : La masse Volumique.

I.17.4. Effusivité thermique.

L'effusivité, notée E en $(J.K^{-1}m^{-2}s^{-1/2})$ est la capacité d'un matériau à échanger de l'énergie thermique avec son environnement. Elle décrit la vitesse à laquelle varie la température à la surface du matériau.

Dans le cas des bâtiments, et plus particulièrement en hiver, cette grandeur est importante pour la notion de confort thermique. Une paroi à forte effusivité pourra entraîner une sensation de mur froid car le matériau aura tendance à absorber rapidement la chaleur de la surface. L'expression de cette grandeur est donnée par la formule suivante :

$$E = \sqrt{\lambda \rho c_m}. \quad [I. 29]$$

Remarque :

Lorsque qu'un matériau est chauffé, le transfert de chaleur vers un milieu plus froid se fait par conduction (conductivité et diffusivité thermique), par convection (fluides) ou par radiation. L'émissivité représente la perte de chaleur par radiation d'un corps [101]. Le « Corps noirs » sert de référence.

Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre une description des milieux poreux et leurs caractérisations pétro-physiques tels que : la porosité, la propagation des ondes sismiques, la connectivité, etc. Nous avons aussi introduit les phénomènes de transfert de chaleurs et leurs modes de transfert (la conduction, la convection et le rayonnement). Un aperçu des propriétés thermo-physiques comme la conductivité thermique, la chaleur spécifique, la diffusivité thermique et l'effusivité thermique a été présenté. Les études des modèles et des techniques de mesure de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique des milieux poreux ont montré que l'évaluation de l'expression de la conductivité thermique n'est pas aussi simple. Il s'agit plutôt d'une conductivité thermique équivalente ou effective de tout le milieu avec ses différents constituants.

CHAPITRE II : MÉTHODES ET TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

Dans ce chapitre, nous allons étudier l'ensemble des techniques expérimentales ayant permis de caractériser les différents échantillons élaborés au cours de ce travail, ainsi que les conditions de préparation des échantillons utilisés.

Tous les échantillons sont préparés conformément aux normes internationales à l'École Nationale Supérieure de Géologie (ENSG), au Laboratoire de Nancy - France. De même, les mesures petro-physiques (la densité, la porosité par injection de Mercure, les vitesses de propagation des ondes sismiques, la conductivité thermique à la température ambiante) ont été effectuées dans le même Laboratoire susmentionné, durant notre séjour dans le cadre d'un stage en France.

Les analyses thermo-physiques (conductivité thermique, la chaleur spécifique, la diffusivité thermique et l'effusivité thermique avec changement de température) et les analyses chimiques et minéralogiques (IR, ATG, ATD, MEB, EDX, Diffraction des rayons X) ont été effectuées au sein de notre Laboratoire de Thermodynamiques et Énergétique, au département de physique de la Faculté des Sciences de Rabat.

II.1. Appareil et méthodes de mesures des propriétés Petro-physiques

L'analyse pétro-physique déterminera les caractéristiques physiques des roches telles que la porosité, la perméabilité, la morphologie des pores, etc. Elle permettra également de connaître la nature des fluides et leurs transferts au sein des réservoirs des roches étudiées ainsi que l'importance quantitative de ces fluides. Nous présentons, dans ce qui suit, les différentes étapes de mesure des paramètres pétro-physiques.

La méthodologie pour les mesures pétro-physiques a été adoptée pour les 15 échantillons des schistes bitumineux préparés.

II.1.1. Porosité par Injection de Mercure

La porosité à l'hélium et à l'eau ne donne accès qu'à la valeur de la porosité totale, sans information complémentaire concernant les différentes classes de pores ou de seuils d'accès. L'utilisation du mercure (liquide non mouillant) comme liquide de saturation, permet d'avoir

accès à une source d'information plus complète sur l'architecture du réseau poreux connecté des matériaux [102-105].

II.1.1.1. Principe et appareillages de mesure

Le mercure est un liquide non mouillant ; c'est-à-dire que l'angle de contact avec le mercure et la roche est supérieur à 90°. Il est nécessaire d'appliquer une pression sur celui-ci pour qu'il pénètre à l'intérieur du réseau poreux. Nous pouvons relier la pression appliquée au rayon du capillaire envahi par le mercure d'après la loi de LAPLACE et YOUNG ci-dessous :

$$P_c = \frac{2\sigma \cos \theta'}{R_c}, \quad [\text{II. 1}]$$

avec : P_c : La pression capillaire ;

- θ' : l'angle entre le mercure liquide et la vapeur ($\theta' = 130^\circ$) ;
- σ : la tension superficielle du mercure ($\sigma = 485$ dynes/cm) ;
- R_c : le rayon du capillaire.

La pression capillaire est définie comme la différence de pression entre le fluide mouillant et le fluide non mouillant. Le fluide non mouillant étant la vapeur de mercure, sa pression ne peut pas dépasser la pression de vapeur saturante du mercure à 25°C, c'est-à-dire environ 2,6 Pa. Ainsi, la pression capillaire peut être assimilée à la pression appliquée sur le mercure. L'invasion d'un pore, même de grande taille, est donc contrôlée par la pression nécessaire pour franchir le rétrécissement qui y donne accès [55]. La saturation en mercure liquide du milieu poreux est d'autant plus grande que la pression est forte. Cette méthode permet d'estimer la porosité connectée et la répartition des volumes en fonction des différents seuils d'accès [104].

II.1.1.2. Principe de mesure de la porosité par injection de mercure

La porosimétrie par intrusion de mercure utilise la propriété du mercure pour obtenir les caractéristiques de la porosité des matériaux solides : La porosité, la distribution de la taille des pores et la densité. Tandis que l'intrusion de mercure dans les macropores se produit déjà à basse pression, une pression plus élevée est nécessaire pour forcer l'intrusion du mercure dans les pores plus petits.

De cette façon, une large étendue dynamique de la taille du pore peut être mesurée et une distribution de taille de pore peut être obtenue à partir de 4 nm (*pression = 400 MPa*)

jusqu'à $800 \mu\text{m}$ (sous vide). En conséquence, la porosimétrie par intrusion de mercure convient particulièrement aux matériaux à large distribution de pores ou ayant principalement des macropores.

II.1.1.3. Protocole de mesure de la porosité par injection de mercure

Les mesures ont été réalisées avec un porosimètre « Micrometrics Autopore IV, série 9200 ». L'échantillon est placé dans un porte-échantillon composé d'une cellule et d'une canule en verre recouverte d'un film métallique. La cellule est ensuite bien scellée.

Lors d'une première phase, le vide est effectué dans le porte échantillon, puis la cellule est remplie de mercure. Dans une seconde phase, une pression est appliquée sur le mercure, par paliers successifs de $0,001$ à 200 MPa , permettant de saturer progressivement les vides dont les seuils d'accès sont compris entre 400 et $0,005 \mu\text{m}$ de diamètre. Le volume de mercure injecté est enregistré à chaque palier grâce à son avancée dans la canule dont le diamètre est connu (Figure. II-8).

À la fin de la première phase d'injection en haute pression, le volume poreux total connecté est déterminé. Lors du retour de la pression de $0,150 \text{ MPa}$, tout le mercure injecté dans le volume poreux de l'échantillon n'est pas récupéré. Ce phénomène de piégeage du mercure peut être induit par certaines caractéristiques géométriques [104, 106, 107].

Ce volume de mercure qui reste piégé permet de déterminer la porosité piégée et la porosité libre : Lors de l'injection de mercure, pour un seuil d'accès donné, la porosité piégée et la porosité libre sont envahies sans distinction particulière. Puis, lors de la phase de diminution de la pression, seule la porosité libre est vidangée. Enfin, lors de la seconde injection, le mercure injecté ne va saturer que la porosité libre, la porosité piégée contenant déjà du mercure. La porosité libre est calculée comme la différence entre la porosité piégée et la porosité totale connectée.

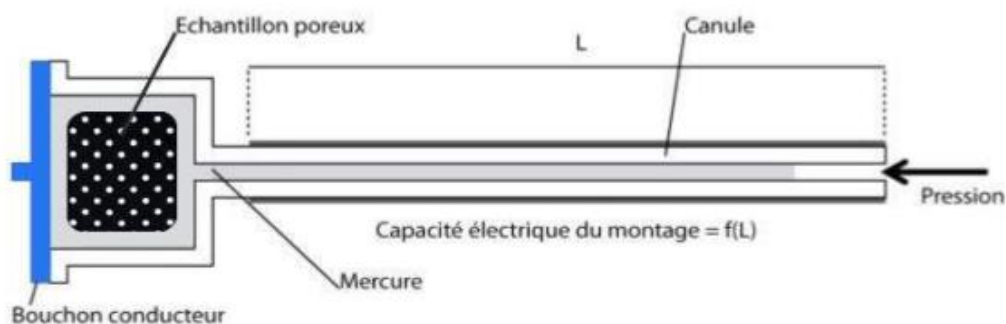


Figure. II- 8: Schéma de la cellule utilisée pour la mesure de la porosité par injection de mercure [55, 70].

II.1.2. La perméabilité

La perméabilité caractérise la capacité d'une roche à laisser circuler un fluide dans son espace poreux [108]. Elle constitue ainsi une information importante sur les possibilités de transfert de fluide dans un matériau gréseux.

Deux types de perméabilité sont identifiables : la perméabilité de matrice et la perméabilité de fracture. La première est une propriété spécifique du matériau, à petite échelle, et joue un rôle important dans les interactions fluides/roche.

La seconde dépend de l'orientation, de la dimension et de la connexion des fractures, à l'échelle de la formation. Au cours de cette étude, nous avons mesuré la perméabilité de la matrice des grès, à la fois sur des carottes de forage et directement sur des affleurements. Pour cela, nous avons utilisé deux techniques de mesure : la méthode classique de perméabilité à l'azote et la méthode de perméabilité à l'air, à l'aide d'un appareil de mesure transportable et donc utilisable sur le terrain. Cette seconde méthode permet d'obtenir un grand nombre de mesures dans un temps relativement court (plusieurs dizaines de mesures par jour), contrairement à la première (plusieurs mesures par jour).

Cependant, la méthode de perméabilité à l'air ne renseigne que sur des valeurs de perméabilité comprises entre $1mD$ et $10D$, alors que la perméabilité à l'azote couvre une gamme de valeurs allant de $0,0001 mD$ à $100D$. Ainsi, les deux méthodes ont été utilisées en complément, les mesures effectuées au laboratoire sont utilisées pour caractériser les échantillons dont les perméabilités sont inférieures au seuil de détection du paramètre de terrain. Les mesures de perméabilité à l'air sont validées par les mesures de perméabilité à l'azote.

II.1.2.1. Présentation de la loi de Darcy

L'écoulement d'un fluide dit « NEWTONIEN », en régime laminaire, sous un gradient de pression, au sein des matériaux poreux est régi par la loi de DARCY.

La perméabilité a été définie par DARCY (1856) [54, 109] en montrant que le débit par unité de surface est proportionnel à la perte de charge dans le matériau poreux traversé.

En supposant que le fluide est incompressible et que le gradient de pression est linéaire, la loi de DARCY s'exprime sous la forme suivante :

$$J = -\frac{k}{\mu} \text{grad } P, \quad [\text{II. 2}]$$

avec , J : le flux volumique du fluide ($m^3/m/s$) ;

- μ : la viscosité dynamique du fluide ($Pa.s$) ;
- P : la pression au sein du fluide (Pa) ;
- k : la perméabilité (m).

II.1.2.2. Mesure au laboratoire

Dans le cas des mesures de perméabilité réalisées au laboratoire, le gaz utilisé est l'azote. Bien que l'hypothèse d'incompressibilité du fluide (Azote) ne soit pas respectée, il y a conservation de la masse. Il est donc possible de considérer la définition massique de la loi de DARCY :

$$J_g = -\rho_g \frac{k_a}{\mu_g} \text{grad } P, \quad [\text{II. 3}]$$

avec , J_g : le flux massique de gaz ($g/m/s$) ;

- ρ_g : la densité du gaz (g/m^3) ;
- μ_g : la viscosité du gaz ($Pa.s$) ;
- P : la pression dans le gaz (Pa) ;
- K_a : la perméabilité apparente.

La perméabilité apparente a été définie par la relation suivante [54, 110-111] :

$$k_a = k \left(1 + \frac{b}{P} \right), \quad [\text{II. 3bis}]$$

avec :

- P : la pression, ;
- b : un facteur dépendant de la géométrie du réseau.

La perméabilité apparente est donc le produit de la perméabilité par un facteur de correction. En effet, lorsqu'un gaz saturant un milieu poreux est à faible pression, le libre parcours moyen des molécules de gaz peut devenir du même ordre de grandeur que la taille des pores.

À l'échelle macroscopique, la loi de DARCY n'est alors plus vérifiée : les molécules de gaz glissent sur la paroi du solide ce qui conduit à une sur estimation du flux de gaz. C'est l'effet KLIVENBERG, ou écoulement de KNUDSEN [111].

Nous considérons donc initialement la définition massique de la loi de DARCY, adaptée à l'utilisation d'un gaz qui sera considéré comme parfait. Dans le cas d'un échantillon cylindrique de section basale S , de longueur L et dont l'axe est parallèle à l'axe des x , on a :

$$J_g dx = -\frac{M_g}{RT} \left[\frac{k \left(1 + \frac{b}{P(x)} \right)}{\mu_g} \right] P(x) dP, \quad [\text{II. 4}]$$

avec :

- M_g : la masse molaire du gaz utilisé (g/mol) ;
- R : la constante des gaz parfaits ;
- T : la température (K) ;
- μ_g : est la viscosité du fluide indépendante de la pression.

Il est possible d'intégrer l'expression précédente selon les conditions aux limites de l'expérience :

$$J_g L = -\frac{M_g k}{RT \mu_g} \int_{P_1}^{P_2} P \left(1 + \frac{b}{P} \right) dP, \quad [\text{II. 5}]$$

avec : P_1 et P_2 sont respectivement la pression d'injection et la pression de sortie.

En introduisant le débit volumique, $Q = J_g S$, l'expression devient [112] :

$$Q = \frac{M_g S}{RT} \frac{k}{2L \mu_g} (P_1^2 - P_2^2) \left(1 + \frac{b}{\bar{P}} \right), \quad [\text{II. 35}]$$

avec :
$$\bar{P} = \frac{P_1 - P_2}{2}$$

Il est possible de déterminer expérimentalement K et b en réalisant des essais à différentes valeurs de \bar{P} . Pour cela, il faut calculer, pour différentes valeurs de \bar{P} , la perméabilité apparente K_a , puis reporter ces valeurs dans un graphe en fonction de $1/\bar{P}$:

$$k_a = \frac{R \times T}{M_g \times S} \frac{2 \times Q \times \mu_g \times L}{(P_1^2 - P_2^2)}. \quad [\text{II. 6}]$$

Les points s'alignent sur la droite dont l'ordonnée à l'origine est la perméabilité K , car si $\bar{P} \rightarrow \infty$, alors $\left(1 + \frac{b}{\bar{P}} \right) \rightarrow 1$ et $k_a \rightarrow k$.

Lorsque la vitesse d'écoulement d'un fluide dans une conduite atteint une valeur critique, il se produit un changement dans la nature des écoulements. Deux principaux types d'écoulements sont distinguables en mécanique des fluides : les écoulements laminaires et les écoulements turbulents.

Lors d'un écoulement turbulent, la vitesse des particules est totalement irrégulière et les mouvements des particules sont aléatoires, empêchant l'application de la loi de DARCY.

Ainsi, durant les mesures de perméabilité, un régime d'écoulement laminaire doit être maintenu. Il est généralement associé à de faibles vitesses du fluide visqueux et donc à de faibles gradients de pression [54].

II.1.2.3. Appareillage et protocole de mesure

Le dispositif de mesure est présenté sur la Figure. II-9. Le gaz utilisé durant l'expérience est l'azote. Le dispositif de mesure comprend quatre parties :

- La cellule de Hassler dans laquelle l'échantillon cylindrique est placé, est entourée d'une membrane plastique étanche, permettant d'appliquer d'une part une pression de confinement, et d'autre part une pression d'injection.
- Le circuit de confinement, composé d'un capteur de pression et d'une purge ;
- Le circuit de tête, équipé d'un capteur de pression et d'une purge,
- Le circuit de pied, composé d'un capteur de pression, d'un débitmètre et d'un robinet à vis micrométrique permettant le contrôle du débit de sortie. Ce débit est mesuré par un ensemble de trois débitmètres sensibles à des valeurs de pression complémentaires (0 à 0,002 *L/min*, 0 à 1 *L/min* et 0 à 10 *L/min*), disposés en parallèle et fonctionnant indépendamment les uns des autres. Les valeurs de pression et de débit sont enregistrées en continu sur ordinateur par le biais d'un multimètre Keithley 2700 *D.A.S.*

L'échantillon, d'un diamètre de 25 *mm* et d'une longueur maximale de 2,06 *cm*, est glissé dans la membrane, puis placé dans un porte échantillon cylindrique.

L'ensemble est disposé dans la cellule de HASSLER. Dans un premier temps, la pression de confinement est appliquée, empêchant notamment les fuites de gaz entre l'échantillon et la membrane. Il est alors possible, dans un second temps, de générer un flux de gaz traversant l'échantillon, depuis le circuit de tête vers le circuit de pied. Lorsque la mesure,

d'une durée comprise entre 0,5 et 3 heures, est fine, les données sont traitées par un tableur Excel et la perméabilité absolue est calculée.

Dans le cadre de cette étude, la pression de confinement est au maximum de 10 bars. Les pressions appliquées à l'entrée des échantillons sont comprises entre 1,3 et 5 bars, permettant de maintenir une importante différence avec la pression de confinement.

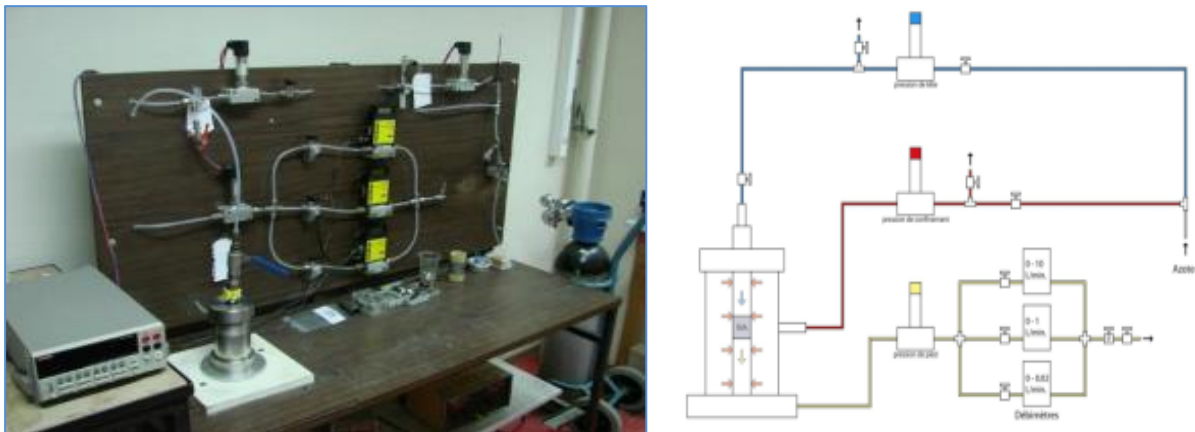


Figure. II- 9: Photo du dispositif d'acquisition des perméabilités au Laboratoire [54].

II.1.3. Méthode d'essai par ultrasons (*UTM*) pour le calcul des vitesses des ondes V_P et V_S

II.1.3.1. Dispositif expérimental : « Proceq Pundit Lab »

Les mesures de la vitesse de propagation des ondes P et S ont été faites en utilisant un générateur de pulse « Pundit Lab de Proceq » muni de deux transducteurs piézoélectriques. Un couple mécanique est appliqué sur les deux transducteurs qui sont ensuite placés contre deux surfaces planes et parallèles de l'échantillon (Figure. II-10).

Ainsi, on assure une transmission optimale des ondes en limitant les effets de rugosité de surface. Une onde sinusoïdale est ensuite générée par impulsion entre un transducteur jouant le rôle d'émetteur et le second celui de récepteur [113-117].

En fonction de la distance entre les transducteurs et pour compenser l'atténuation de l'onde, deux fréquences sont utilisées : 250 kHz (échantillons courts) et 54 kHz (échantillons longs) [55, 61].

La vitesse de propagation des ultrasons est donnée par la formule suivante :

$$V = \frac{L}{t}, \quad [\text{II.7}]$$

avec :

- L : la longueur de l'échantillon en (m) ;
- t : le temps en (s).

Les ondes émises dans l'échantillon sont l'onde de compression longitudinale P (onde primaire), représentant la vibration des particules parallèle à la direction de propagation de l'onde, et l'onde de cisaillement transversale S , (onde secondaire) représentant la vibration des particules perpendiculairement à la direction de propagation [118].

Une comparaison des deux vitesses montre que les ondes longitudinales P sont généralement plus rapides que les ondes transversales S [119]. En fait, les vitesses de propagation V_p et V_s des ondes P et S sont respectivement exprimées en utilisant les relations suivantes [120] :

$$V_p = \sqrt{\frac{K + \frac{4\mu}{3}}{\rho}}, \quad [\text{II. 8}]$$

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

où : K et μ sont respectivement le module de compressibilité et de cisaillement du milieu qui sont de valeurs strictement positives pour les roches et ρ sa densité.

Sur la base des équations [II. 38], il est facilement d'établir que :

$$K + \frac{4\mu}{3} > \mu, \quad [\text{II. 9}]$$

$$V_p > V_s$$

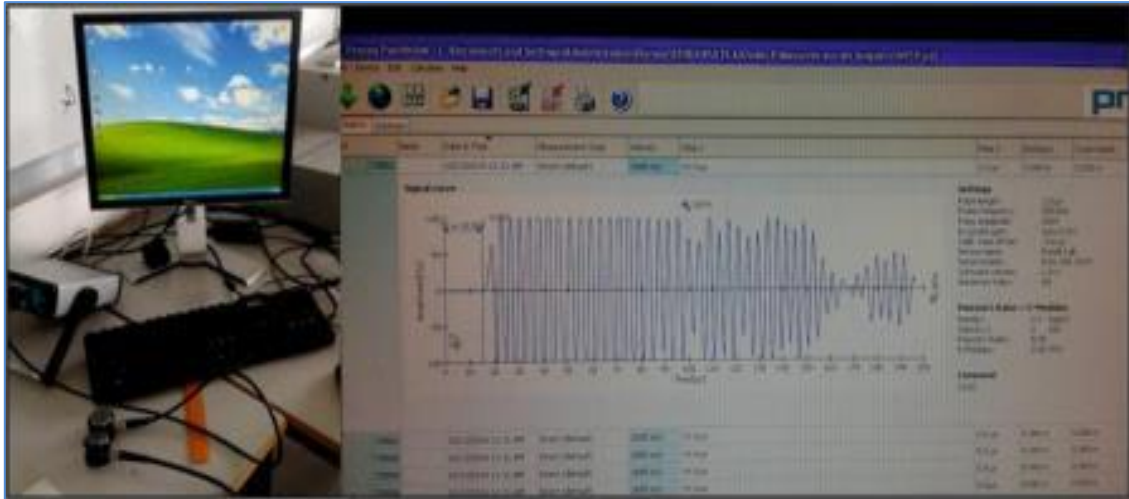


Figure. II- 10: Protocole de mesure des Ondes Pet S [55].

II.2. Appareil et Méthodes de mesures des propriétés Thermo-physique

II.2.1. Scanner de la conductivité thermique (TCS)

La méthode « Thermal Conductivity Scanning : *TCS* » est basée sur la variation de température en surface d'un échantillon à la suite d'un apport de chaleur connu et contrôlé [55,121-123]

Le dispositif expérimental utilisé (Figure. II- 11) se présente sous la forme d'un bloc mobile, composé de deux capteurs de température sensibles aux radiations électromagnétiques et d'une source de chaleur, aligné parallèlement à l'axe de déplacement, de telle sorte qu'il soit possible de mesurer la température de l'échantillon avant et après échauffement.

Ce bloc se déplace à vitesse constante près de la surface de l'échantillon, le long d'une ligne de mesure, et permet ainsi d'obtenir un profil de conductivité thermique. Les deux capteurs de température (T_1 et T_2) permettent de mesurer la différence de température due à l'apport d'énergie. La distance x , entre la source et le capteur thermique mesurant la température de l'échantillon après échauffement, et la vitesse de déplacement sont constantes. Il est donc possible d'exprimer l'augmentation de température $\theta(x)$ au point x en fonction de la conductivité thermique :

$$\theta(x) = \frac{q}{2\pi x \lambda}, \quad [\text{II.10}]$$

avec

q : la puissance de la source ;

x : la distance entre la source et le capteur thermique ;

λ : la conductivité thermique au point de mesure.

Pour obtenir une valeur absolue de la conductivité thermique du matériau analysé, il suffit d'aligner l'échantillon et le standard de conductivité thermique connue λ_{std} . La conductivité thermique du matériau sera déterminée à partir de λ_{std} et du rapport des différences de température :

$$\lambda(x) = \lambda_{std} \frac{\theta_{std}}{\theta(x)}, \quad [\text{II. 11}]$$



Figure. II- 11: Dispositif expérimental de mesure de conductivité thermique TCS [54].

II.2.2. Cellule de mesure à différentes températures : Méthode du Boite à Gants

Les propriétés thermo-physiques ont été déterminées à différentes températures à l'aide d'une boîte à gants hermétique à température contrôlée. Elle se compose d'un congélateur commercial de volume de 400 litres, dont les dimensions internes sont de 120 cm de longueur, 48 cm de largeur et de 72 cm de hauteur (Figure. II-12).

Le couvercle est en plexiglas transparent de 40 mm d'épaisseur. À l'intérieur du congélateur, deux ventilateurs sont entraînés par des mini-moteurs de 11 watts pour agiter l'air et homogénéiser sa température. En fonction de la puissance de chauffage souhaitée, il est possible de mettre en service une ou plusieurs résistances chauffantes à la fois. Un thermomètre à contact, contrôlé par un régulateur électronique de température, est placé à l'intérieur de la boîte pour maintenir la température stable. L'incertitude absolue de la température de la boîte à gants thermo-régulée est de $\pm 1^\circ\text{C}$.



Figure. II- 12: Boite à gant hermétique régulée en température de 15°C à 80°C.

II.2.3. Dispositif expérimental : CT-Mètre

Les mesures des paramètres thermo-physiques (conductivité thermique, chaleur spécifique, diffusivité thermique et effusivité thermique) des différents échantillons ont été réalisées à l'aide d'un appareil de mesure appelé CT- METRE (Figure. II-13). Il est basé sur l'association d'un élément chauffant et d'un capteur de température (tous deux associés dans la même sonde à anneau). Son principe de fonctionnement consiste à mesurer l'élévation de la température subie par le capteur au cours d'une période de chauffage choisie en fonction du matériau étudié [41]. La sonde anneau est constituée d'un fil résistif et d'un thermocouple dans un support isolant en Kapton. Elle est positionnée entre deux échantillons identiques du matériau à caractériser. Cette méthode est utilisée suivant les critères suivants :

- La conductivité est déterminée entre 0,02 à 5 $W \cdot m^{-1}K^{-1}$;
- La température de mesure varie de 20°C à 80°C ;
- Les échantillons sont de dimension : 70 × 70 × 50mm.



Figure. II- 13: Appareil de mesure des paramètres thermo-physiques CT-Mètre

II.2.3.1. Principes de mesure

Cet appareil est constitué :

- D'un centre de commande qui permet de régler les différents paramètres (puissance de chauffage, temps de chauffage, etc.) et d'interpréter les mesures. Cet organe peut être relié à un ordinateur afin d'acquérir les points de mesure.
- D'une sonde anneau souple, constituée d'un élément chauffant de 30 mm de diamètre, et destinée à être placée entre deux échantillons plans qui permet de mesurer l'élévation de la température (Figure. II-13).

Un flux de chaleur est injecté dans l'anneau chaud et l'élévation de température générée localement est mesurée au cours du temps grâce à un thermocouple couplé à la sonde. Cette variation de température est directement reliée à la conductivité thermique par la relation suivante [124] :

$$\Delta T = \frac{(\text{Ln}(t)+A) q}{4\pi \lambda}, \quad [\text{II. 12}]$$

avec :

- ΔT : la différence de température entre le début et la fin de l'essai (K) ;
- q : le flux linéique injecté ($W.m^{-1}.K^{-1}$) ;
- λ : la conductivité thermique du matériau ($W.m^{-1}.K^{-1}$) ;
- t : le temps (s) ;
- A : la constante qui regroupe les termes relatifs à la diffusivité du matériau et à la résistance de contact.

La détermination de la conductivité thermique se fait par régression linéaire de la courbe $\Delta T = f(\text{Ln}(t))$. Le coefficient de corrélation R^2 rend compte de l'ajustement du modèle aux résultats expérimentaux.

La puissance et le temps de chauffage sont ajustés de telle sorte qu'on obtienne une élévation de température suffisante ($> 10^\circ C$) et un coefficient de corrélation R^2 élevé. Afin de satisfaire les hypothèses du modèle de la sonde anneau, on s'assure que les dimensions des échantillons sont plus grandes que le volume de la sonde de mesure [93].

Le tableau.II-2, résume les caractéristiques mécaniques et électriques de l'unité de contrôle de l'appareil CT-METRE.

Tableau. II- 2: Caractéristiques mécanique et électriques de l'appareil CT- Mètre

<i>Caractéristiques</i>	<i>Valeurs (Unité)</i>
<i>Puissance délivrée pour la sonde anneau</i>	de 0 à 2,5 (W)
<i>Temps de chauffage</i>	400 (s)
<i>Temps de mesure</i>	500 (s)
<i>Résistance</i>	2,5 (Ω)
<i>Dimension du coffret</i>	400 × 145 × 260 (mm)
<i>Poids du coffret</i>	8(Kg)
<i>Alimentation secteur</i>	230V / 50 – 60 Hz

II.3. Méthodes de mesures des propriétés chimiques et minéralogiques

II.3.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)

La spectroscopie infrarouge à transformée de FOURIER (IRTF) est une technique d'analyse permettant de détecter les liaisons de certaines fonctions dans un échantillon par leur vibration d'élongation et/ou de déformation. Elle est basée sur l'absorption des ondes électromagnétiques dans le domaine infrarouge par les liaisons chimiques du matériau analysé [125]. Son principe de fonctionnement peut être illustré comme suit :

- Le faisceau lumineux issu d'une source proche d'IR est envoyé sur un disperser, qui fournit le spectre de cette lumière ;
- Après la traversée du disperser, il y a irradiation de l'échantillon à analyser. Deux modes possibles : réflexion ou transmission suivant que le faisceau incident se réfléchit ou traverse l'échantillon.
- Réception du faisceau réfléchi ou transmis sur des capteurs pour la conversion en un signal.
- Le signal subi ensuite une série de transformation dite de transformée de FOURIER, qui conduit à un diagramme identique à celui obtenu par la spectroscopie infrarouge conventionnelle.

Nos échantillons de schistes ont été analysés à l'aide d'un appareil Infrarouge à transformée de FOURIER de type VERTEX 70 (Figure. II-14) comprenant :

- un système d'acquisition basé sur un ADC delta-sigma de 24bits
- un préampli intégré et son détecteur de type Digi.Teet.TM.
- une gamme spectrale est de 400-4000 cm^{-1} (domaine d'infrarouge).

- une station de travail (ordinateur) munie d'un logiciel "OPLUS 6.5" pour l'acquisition et le traitement des données.
- disque de type *KBr*, pour l'enregistrement des spectres.

L'échantillon sous forme de poudre (une masse d'environ de 0,5mg) a d'abord été mélangé avec *KBr* sec puis broyé et enfin pastillé à l'aide d'une presse standard.



Figure. II- 14: Spectroscopie infrarouge à transformée de FOURRIER

II.3.1. Analyse thermique en simultanée ATG/ATD

L'analyse thermique est un ensemble de techniques permettant de mesurer la dépendance de la température à n'importe quelle propriété intrinsèque d'une substance. Ainsi, toutes les transformations thermiques pouvant faire changer un système donné, vont s'effectuer avec altération de l'une ou plusieurs de ses propriétés.

En fonction de la propriété physico-chimique intrinsèque à mesurer, on distingue les techniques thermiques regroupées dans le Tableau.II-3 [1].

Tableau. II- 3: Principales techniques d'analyse thermique

<i>Propriété</i>	<i>Technique</i>	<i>Abréviation</i>
<i>Masse</i>	<i>Thermogravimétrie</i>	<i>TG</i>
<i>Température</i>	<i>Analyse thermique différentielle</i>	<i>ATD</i>
<i>Chaleur</i>	<i>Calorimétrie différentielle à balayage</i>	<i>DSC</i>
<i>Déformation</i>	<i>Analyse thermomécanique</i>	<i>TMA</i>
<i>Dimension</i>	<i>Analyse thermodilatométrique</i>	<i>TDA</i>

II.3.1.1. Mode de programmation de la température

Lors de l'analyse thermique, le régime de la température peut inclure plusieurs modes de programmation, en fonction de la propriété à mesurer. Le programme de la température dépend généralement du temps (t) et des facteurs influençant l'échantillon. Il s'exprime de la manière suivante :

$$\beta = \frac{\partial T}{\partial t} . \quad [\text{II. 13}]$$

Dans ce cas, on distingue deux modes : le mode dynamique ou mode non-isotherme dans lequel la température varie d'une façon linéaire ($\beta = \text{cste}$) et le mode isotherme où $\beta = 0$. Dans certains cas, on utilise une combinaison de ces deux modes d'analyse qu'on appelle mode quasi-isotherme [1]. La Figure .II-15, montre les divers modes de programmation de la température.

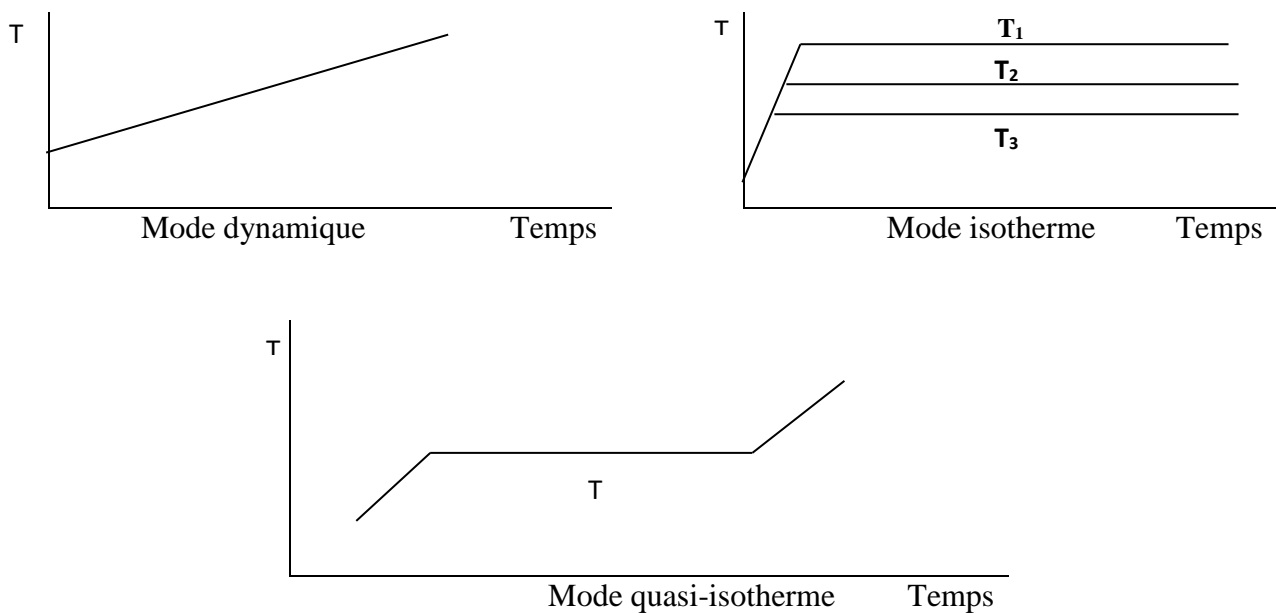


Figure. II- 15: Modes de programmation de la température en analyse thermique [1].

II.3.1.2. Appareillage

Les expériences d'analyse thermique ont été réalisées à la plateforme d'analyse de la Faculté des Sciences de Rabat, sur un appareil *LABSYSTM EVO* (1F) de marque SETARAM, (Figure II-16). C'est un appareil *ATG* couplé à un dispositif *ATD* qui fonctionne en simultanée. Il est composé d'une structure intégrante :

- Une microbalance *ATG* associée à un capteur *ATD* (module de pesée).
- Un thermocouple sensible qui mesure la température du système (température de l'échantillon et de la référence).
- Un four à résistor métallique pouvant monter jusqu'à 1600°C.
- Un ordinateur multitâche qui permet de piloter les différents modules et d'enregistrer les résultats.
- Une circulation d'eau (2 litres/min) qui est maintenue en permanence dans le four de l'appareil pendant l'essai et le refroidissement.
- Un circuit de gaz de balayage (N₂, Ar et Air, etc.) est aussi présent afin de protéger l'intérieur du four et aussi de travailler dans des conditions atmosphériques particulières [1].

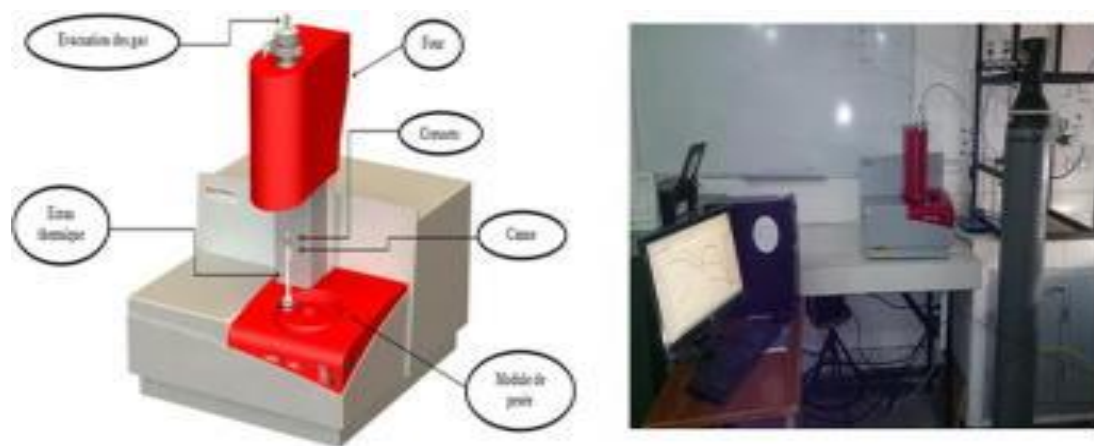


Figure. II- 16: Appareil (ATG/ATD) Lab System Evo (SETARAM)

II.3.1.3. Protocole opératoire

Lors de l'analyse thermique pondérale (Thermogravimétrie), la variation de la masse se distingue sur le thermogramme soit par une perte ou gain du poids. Cette variation de la masse est généralement exprimée en pourcentage. En analyse thermique différentielle (ATD), c'est la variation de la température entre l'échantillon examiné et une référence (ΔT) qui est mesurée. Dans la plupart des cas, la référence est prise en utilisant un creuset vide. Si ΔT est positive la réaction est dite exothermique si elle est négative, la réaction est donc endothermique.

Le paramètre de température est un facteur important lors de l'analyse car elle permet de déterminer avec exactitude les maxima des transformations observées sur les échantillons examinés. Il est donc nécessaire d'étalonner au préalable l'appareil si l'on observe des

inadéquations concernant les valeurs des principaux paramètres recueillis ou lors de l'installation d'une des pièces de rechange, comme la canne *ATD*[1].

II.3.2. Analyse par Microscope électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM en anglais) représente une percée majeure dans l'étude de la microstructure. C'est une technique de microscopie électronique basée sur le principe des interactions électrons-matière, capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon pouvant atteindre quelques nanomètres. Elle permet aussi d'effectuer une analyse chimique à l'aide d'un détecteur EDS.

En microscopie optique classique, la lumière visible réagit avec l'échantillon et les photons réfléchis sont analysés par des détecteurs ou par l'œil humain.

En microscopie électronique, le faisceau lumineux est remplacé par un faisceau d'électrons primaires qui vient frapper la surface de l'échantillon et les photons réémis sont remplacés par tout un spectre de particules ou rayonnements.

II.3.2.1. Interactions électrons-matière

Le principe de microscopie électronique à balayage consiste en un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines spectres de particules. : Électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, électrons Auger ou rayons X (Figure. II-17). Ces particules sont analysées par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en deux dimensions de la surface.

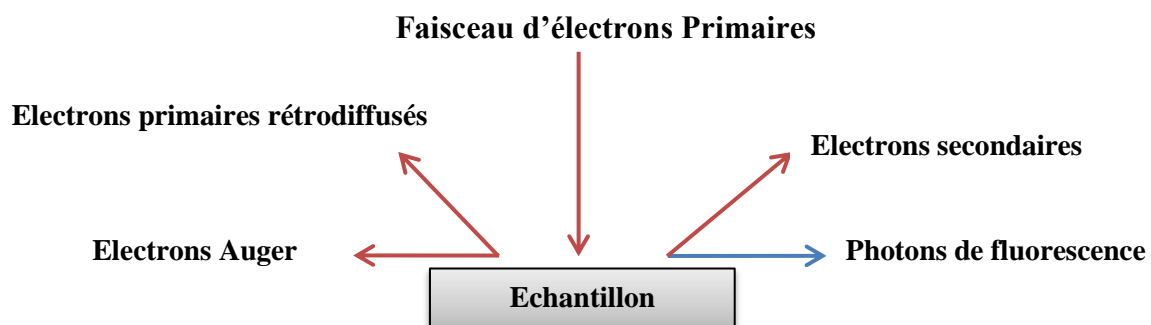


Figure. II- 17: Principe des interactions électrons-matière

Ces différentes particules ou rayonnements (Figure II-17) apportent différents types d'informations sur la matière dont est constitué l'échantillon :

- Les électrons secondaires permettent d'obtenir des renseignements sur la topographie de l'échantillon.
- Les électrons rétrodiffusés sont responsables du contraste de phase et permettent de mesurer l'homogénéité chimique d'un échantillon.
- Les électrons Auger et les rayons X permettent d'obtenir des informations sur la nature chimique de l'atome.

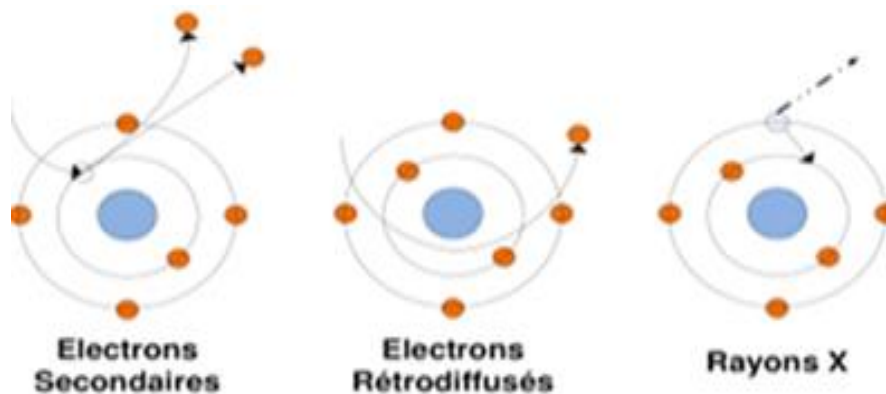


Figure. II- 18: Principe rayonnement pour le MEB

La spectroscopie par dispersion en énergie des rayons X (EDS) donne une information semi-quantitative sur le contenu chimique, cette technique développée par Castaing est basée sur l'analyse de l'énergie des rayons X émis lors de la désexcitation d'un atome, chaque émission correspond à une transition électronique entre deux niveaux énergétiques de l'atome.

Le traitement des rayons X en fonction de son énergie, permet d'attribuer chaque photon détecté à un élément chimique (analyse qualitative).

Les logiciels informatiques qui gèrent l'acquisition permettent alors une très bonne convolution des différentes raies observées liées à la présence de plusieurs éléments.

II.3.3. Le Microscope électronique à Balayage : JEOL JSM IT- 100

II.3.3.1. Modes de fonctionnement

- Le JEOL JSM IT-100 est un microscope électronique à balayage de multi applications, avec une résolution de 3,7 nm, qui fonctionne en quatre modes : JSM-IT100 (HV) : haut vide HV (High Vacuum).
- JSM-IT100 (LV) : bas vide et à pression contrôlée LV (Low Vacuum)

- JSM-IT100 (A) : HV et analytique (High Vacuum+EDS Standard : spectroscopie à dispersion d'énergie)
- JSM-IT100 (LA) : LV et analytique (Low Vacuum + EDS Standard)

La version analytique est disponible grâce à la spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS, EDX) avec un nouveau détecteur SDD (sans azote) de dernière génération entièrement intégrée dans le logiciel tactile du MEB.

II.3.3.2. Caractéristiques

Les caractéristiques de JEOL JSM IT 100 sont détaillées dans le tableau suivant :

Tableau. II- 4: Caractéristiques du JEOL JSM IT-100

Grandissement	De $\times 5$ à $\times 300000$
Tension d'accélération	À partir de 500V
Résolution	3,7nm à 20kV, 15nm à 1Kv
Détecteurs	Détecteur d'électrons secondaires type Everhart Thornley Détecteur d'électrons rétrodiffusés : multi-segments BSED
Mode Pression Variable	Standard
Platine	Goniométrique eu centrique X=80mm, Y=40mm, Z=5mm-48mm, R=360° (continu), Tilt -10/+90°
Taille de l'échantillon	Jusqu'à 150mm de diamètre
Informatique	Ordinateur tactile grand écran
Résolution max des images	5120×3840
EDS	SDD intégré (Dans la version "LA")

II.3.3.3. Composantes de JEOL JSM IT- 100

Le JSM-IT 100 est un microscope électronique à balayage constitué de trois parties : Unité centrale (Figure. II-19) contient la partie électronique, la chambre à échantillon et la colonne électronique. Il est muni d'autres composantes :

- Pompe à rotation (Figure. II-20) branché à l'unité centrale pour créer le vide au niveau de la colonne électronique et la chambre à échantillon.
- Partie informatique (Figure II-21) qui contient un moniteur pour traiter les signaux provenant du détecteur EDS et un ordinateur qui contient le Logiciel Intouch qui fait fonctionner l'appareil.



Figure. II- 19: Partie informatique



Figure. II- 20: Pompe à rotation



Figure. II- 21: Unité centrale du MEB

II.3.3.4. Paramètres d'observation

Pour avoir des images MEB de bonne qualité il faut trouver les meilleurs paramètres d'observation qui dépendent essentiellement de type de l'échantillon, comme le montre la Figure. II- 22. Les 7 paramètres sont :

1. **Mode d'imagerie** : L'image se produit soit à l'aide des électrons secondaires SED soit à l'aide des électrons rétrodiffusés RED ou les deux à la fois.
2. **Tension d'accélération** qui peut y aller jusqu'à 20 KeV.
3. **Distance de travail** (Work distance) c'est la distance entre la sonde des e⁻ et la surface de l'échantillon.
4. **Spot size ou probe curent** se paramètre nous indique le diamètre du faisceau électronique.
5. **Pression** au niveau de la chambre et la colonne électronique (HV, LV).
6. **Le grandissement** qui peut atteindre 300000 fois.
7. **Les coordonnées** (X, Y, Z, θ , ϕ) de l'échantillon.



Figure. II- 22: Paramètres d'observation

II.3.4. Microanalyse par dispersion d'énergie des Rayons X (EDX)

A l'aide de l'analyse EDS, on peut déterminer la nature des éléments chimiques de la surface de l'échantillon comme le montre la Figure. II-21 (analyse qualitative), on peut aussi effectuer une analyse quantitative pour déterminer le pourcentage massique et atomique de chaque élément chimique à la surface de l'échantillon (Figure. II-23).

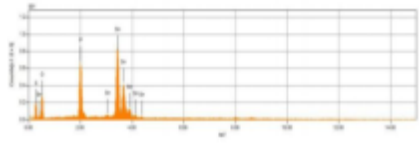
<i>Image</i>	<i>Formule</i>	<i>Masse %</i>	<i>Atome%</i>
	S	13%	20%
	C	60%	57%
	O	20%	17%
	Sn	7%	6%
	Total	100.00	100.00

Figure. II- 23: Exemple du spectre des énergies des rayons X dispersé

II.3.5. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X sur poudre (DRX) est une technique d'analyse, considérée à nos jours comme l'une des plus puissantes techniques analytiques pour l'identification et la détermination qualitative et quantitative des phases cristallines présentes dans un échantillon solide ordonné. Cette technique a été largement utilisée pour caractériser les mélanges solides hétérogènes tels que les schistes bitumineux [126, 127]. Elle est basée sur la diffraction des rayons X par la matière. La méthode générale consiste à bombarder l'échantillon avec des rayons X, et à analyser l'intensité des ces rayons X qui sont diffusés selon l'orientation dans l'espace.

Les rayons X diffusés interfèrent entre eux et l'intensité présente donc des maxima dans certaines directions, dites de diffraction qui peuvent être déterminés par la loi de BRAGG. On enregistre alors l'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation 2θ du faisceau (Fig. II-24). La formule de BRAGG s'exprime de la manière suivante :

$$2 d_{hkl} \sin \alpha = n_d \lambda_l, \quad [\text{II. 14}]$$

avec :

- n_d : L'ordre de la diffraction ;
- λ_l : La longueur d'onde du faisceau de rayons X ;
- d : La distance entre deux plans réticulaire (hkl) ;
- α : L'angle d'incidence des rayons X.

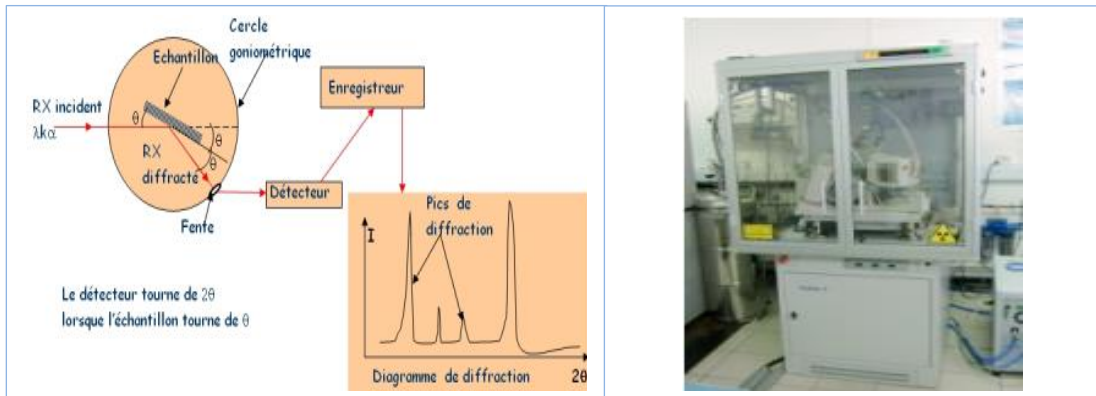


Figure. II- 24: Principe de la diffraction des rayons X **Figure. II- 25: Diffractomètre X'PERT-PRO**

L'analyse de nos échantillons en poudre a été réalisée à température ambiante à l'aide d'un diffractomètre de type X'PERT-PRO (Figure. II-25), muni d'un goniomètre Panalytical PW 3050/60 et équipé essentiellement de :

- Une anticathode de cuivre de longueur d'onde ($\lambda_{K\alpha} = 1,54060 \text{ \AA}$), fonctionnant à une tension de 40 kV avec un courant d'environ 45 mA et montée en configuration θ/θ Bragg Brentano.
- Un codage optique permettant la lecture directe de la position angulaire sur le bras du goniomètre.
- Un détecteur X'Celerator associé à un monochromateur secondaire.
- Un domaine angulaire 2θ d'acquisition fixé pour l'analyse (5 à 70°) avec un temps de comptage fixé à 0,06 (2θ).
- Un porte-échantillon spinner (Vitesse de rotation de : 4 *tr/min*).
- Un ordinateur muni d'un logiciel d'acquisition "Data collection" et un logiciel "X'Pert High Score" pour le traitement des données de l'analyse.

L'identification des différentes phases s'effectue par dépouillement des diffractogrammes et leur comparaison avec des fichiers de référence de la banque de données (Joint Committee Powder Diffraction Files (JCPDF)).

CONCLUSION

Dans ce chapitre nous avons présenté plusieurs techniques trouvées dans la littérature et qu'on a utilisées pour la caractérisation expérimentale des trois couches *M, X et Y* des

schistes bitumineux de la région de TIMAHDIT et ce, dont le but de faire des analyses : petro physique, chimique, minéralogique et thermique de ces schistes.

La partie suivante sera réservée à la présentation de l'ensemble des résultats obtenus le long de notre étude expérimentale.

PARTIE III :
ÉTUDES EXPERIMENTALES

CHAPITRE I : ÉTUDE EXPERIMENTALE DES COUCHES DE SHISTES BITUMINEUX

Dans le présent chapitre, nous présentons les résultats expérimentaux de l'étude des échantillons de schistes bitumineux préparés dans notre Laboratoire. Premièrement nous mettons en évidence la composition et la minéralogie des échantillons via les méthodes d'analyse : Diffraction $RX(DRX)$, Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier ($IRTF$) et Microscopie Electronique à Balayage (MEB) généralement associée à la microanalyse par Énergie Dispersive de Rayons X ($MEB - EDX$). Les techniques d'analyse thermique ATG/ATD ont également été utilisées pour l'étude de la dégradation de la matière organique (MO) contenue dans les schistes bitumineux et aussi pour l'étude de la cinétique thermique.

Deuxièmement, présente les propriétés pétro-physiques des trois couches M , X et Y à la température ambiante.

Troisièmement est consacrée aux propriétés thermo-physiques des trois couches de schistes bitumineux M , X et Y à différentes températures variant de 20°C à 60°C .

I. Étude Minéralogique et Chimique

I. 1. Échantillonnage

L'étude développée dans le présent travail concerne les échantillons de schistes bitumineux, prélevés au gisement de TIMAHDIT. Ces échantillons ont été caractérisés par plusieurs techniques physiques afin de les étudier plus en détail dans le cas du stockage thermique.

I. 2. Collecte des échantillons

Afin d'étudier le comportement pétro-physique, thermo-physique, chimique et minéralogique de la roche, des blocs de masse de 2 à 4 kg ont été prélevés dans les différentes couches du gisement (Fig. III-1). Ces échantillons ont été prélevés en mars 2017, puis l'analyse a été effectuée en avril 2017 au Laboratoire de l'Université de Lorraine de l'École Nationale Supérieure de Géologie à Nancy (France), et au Laboratoire

Thermodynamique et Énergétique de l'Université Mohammed V de la Faculté des Sciences de Rabat.

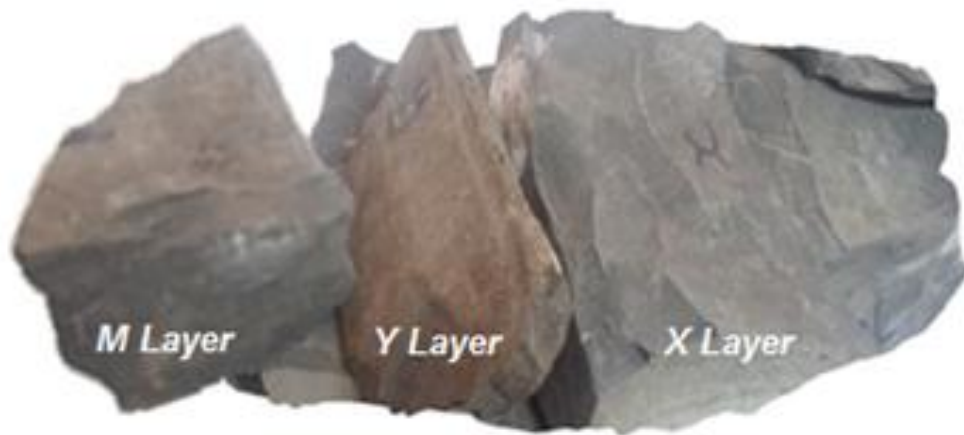


Figure. III- 1: Echantillons des couches M, Y et X de schiste bitumineux du gisement de TIMAHDIT [22].

I. 2. 1. Préparation des échantillons

A l'aide d'une scie électrique refroidie à l'eau, des échantillons de dimensions $5,0\text{ cm} \times 3,5\text{ cm} \times 5,0\text{ cm}$ ont été obtenus en coupant les blocs de roche des trois couches *M, X et Y*. Pour l'étude du schiste à l'état sec, cinq échantillons par couche ont été séchés sous ventilation dans une étuve électrique à une température constante de 75°C , pendant 48 heures. 15 échantillons ont ainsi été préparés pour les tests.

I. 3. Résultats expérimentaux d'analyse par diffraction des rayons X (DRX)

Nous avons analysé par diffraction des rayons X, les poudres pour les trois couches *M, X, et Y* des schistes bitumineux de la région du TIMAHDIT.

I. 3. 1. Analyse diffraction des rayons X pour la couche M

L'analyse minérale d'un échantillon de la couche M montre qu'elle est constituée principalement du Quartz (SiO_2), du Calcite CaCO_3 et du Dolomite ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) (Fig.III-2). Toutefois, la présence de feldspaths n'est pas exclue en raison de sa faible teneur dans l'échantillon.

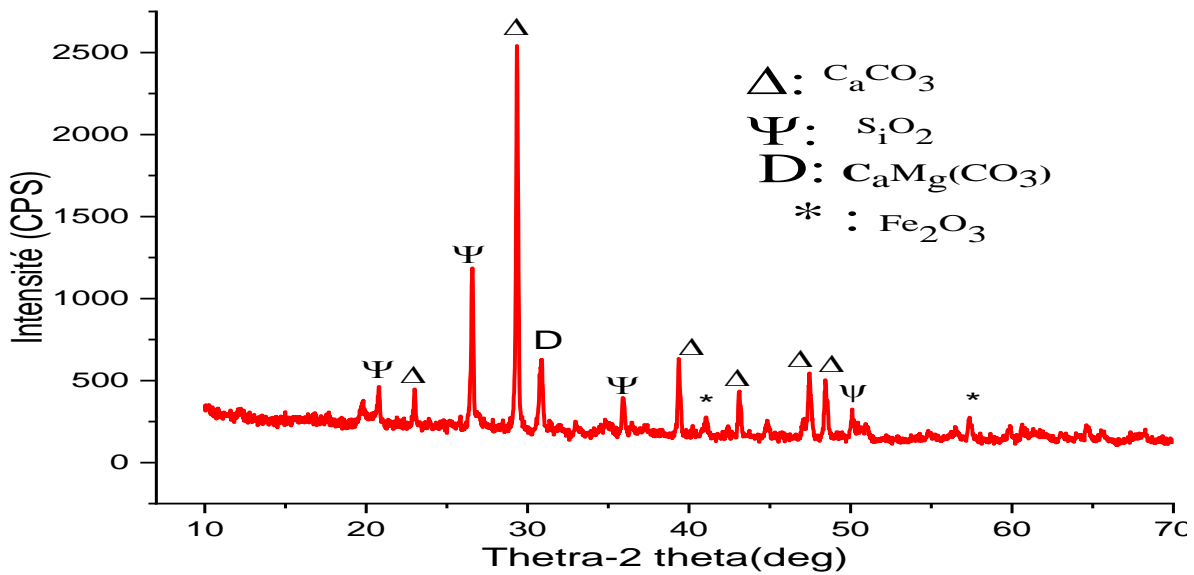


Figure. III- 2: Analyse minéralogique qualitative par diffraction des rayons X d'un échantillon de la couche M des schistes bitumineux de TIMAHDIT

I. 3. 2. Analyse diffraction des rayons pour la couche X

La Figure III-3 représente le diagramme **DRX** des schistes bitumineux de la couche **X** de la région de TIMAHDIT. Ainsi, on note des fractions minérales appréciables constituées principalement de la Calcite C_aCO_3 , et du Quartz (S_iO_2). Toutefois, la présence du Dolomite ($C_aM_g(CO_3)_2$), d'Oxyde de fer ($F_e_3O_3$) et de la Pyrite (F_eS_2) n'est pas exclue en raison de sa faible teneur dans l'échantillon.

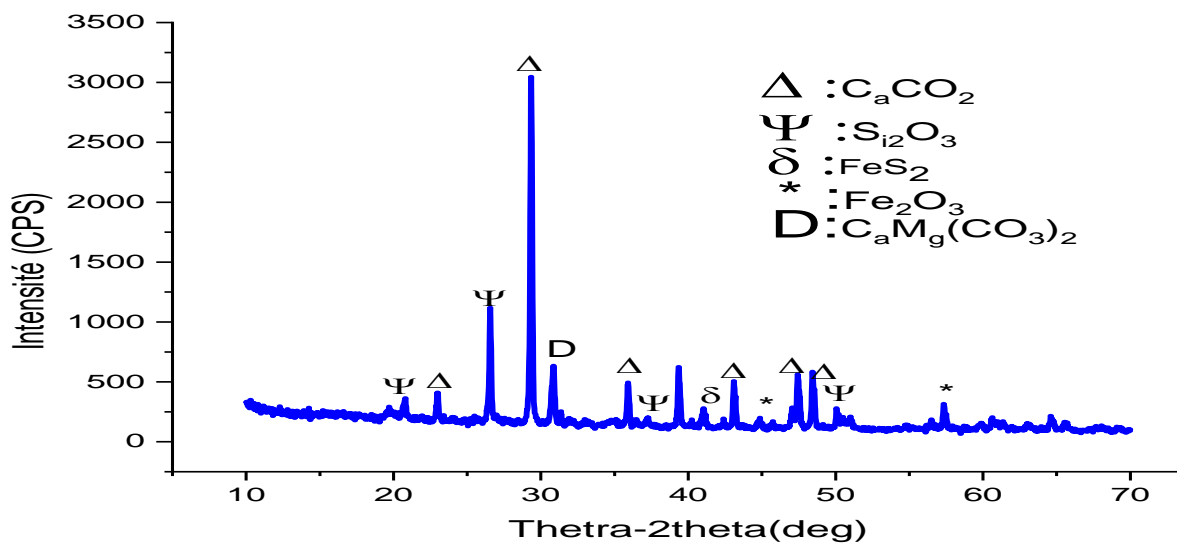


Figure. III- 3: Analyse minéralogique qualitative par diffraction des rayons X d'un échantillon de la couche X des schistes bitumineux de Timahdit

I. 3. 3. Analyse diffraction des rayons pour la couche Y

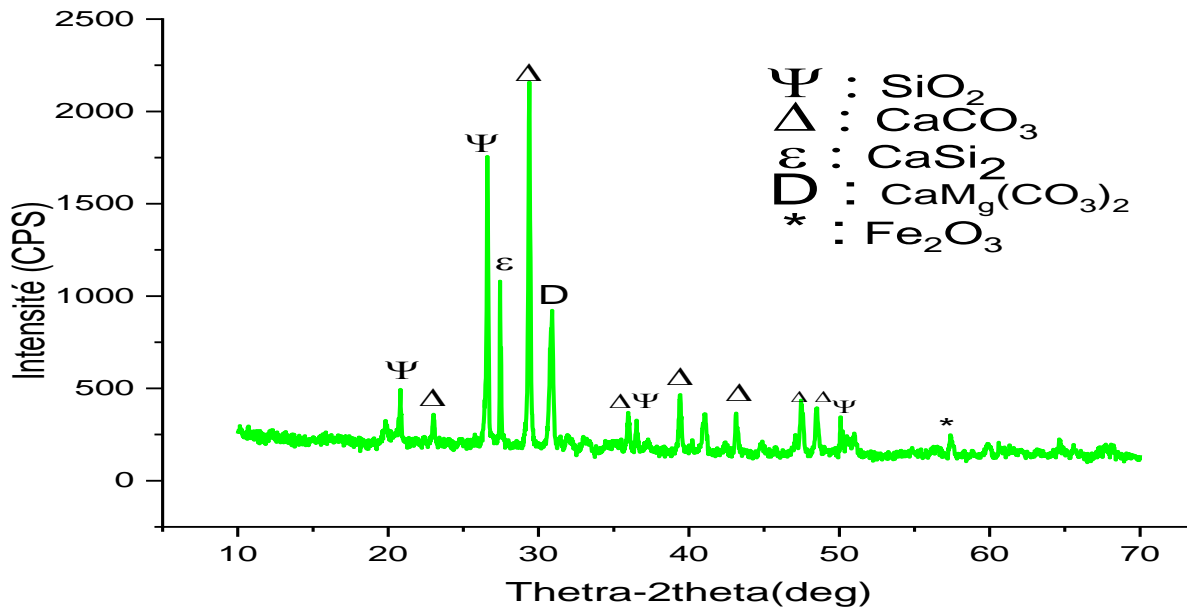


Figure. III- 4: Analyse minéralogique qualitative par diffraction des rayons X d'un échantillon de la couche Y des schistes bitumineux de TIMAHDIT

La Figure. III-4 représente le diagramme *DRX* des schistes bitumineux de la couche Y. Les fractions minérales appréciables sont constituées principalement de la Calcite (CaCO_3), du Quartz (SiO_2), du Dolomite ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) et de Siliciure de Calcium (CaSi_2). Toutefois, la présence de Kaolinite $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ n'est pas exclue en raison de sa faible teneur dans l'échantillon. Ceci est dû probablement à la présence de la Matière Organique (*MO*) amorphe dans les échantillons [128-129].

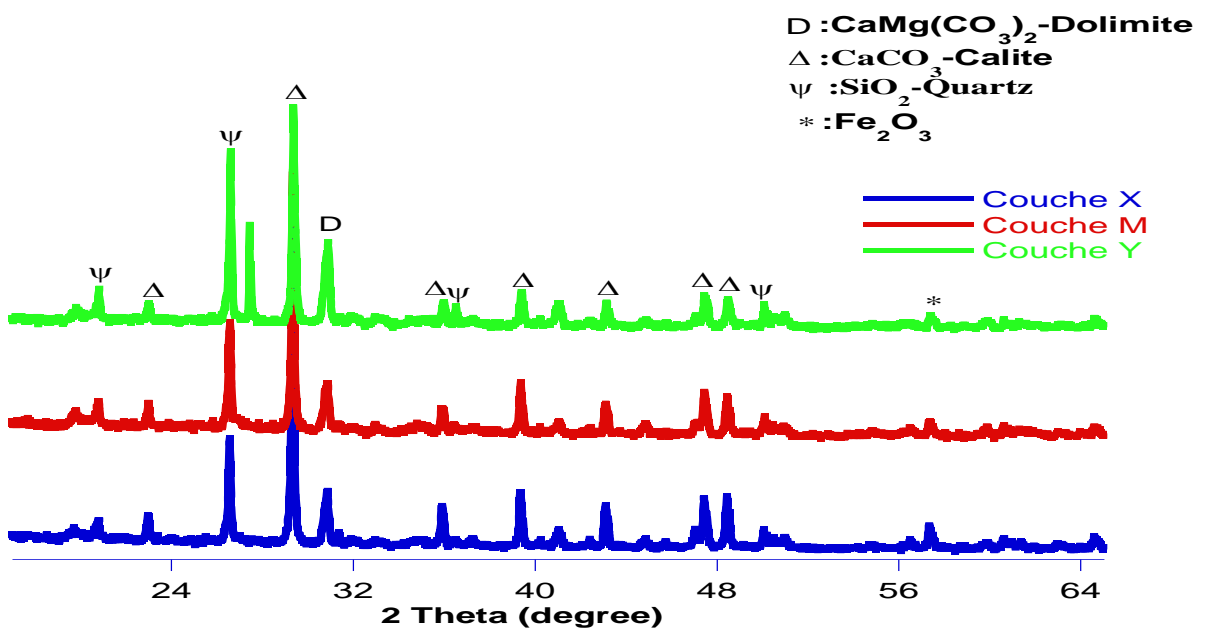


Figure. III- 5: Analyse minéralogique qualitative par diffraction des rayons X pour les trois couches M, X et Y des schistes bitumineux de la région du TIMAHDIT

Le dépouillement du diagramme *DRX* pour les trois échantillons des couches *M, X et Y* (Fig.III-5) montre que le schiste bitumineux traité est formé principalement de Calcite (C_aCO_3) (phase majoritaire), du Quartz (SiO_2), de dolomite ($C_aM_g(CO_3)_2$) avec une faible présence d'Alumine (Al_2O_3) ou bien d'Aluminosilicate, de la Pyrite (FeS_2), d'Oxyde de Fer (Fe_2O_3), et des minéraux argileux sous forme du Kaolinite $Al_2Si_2O_5(OH)_4$.

I.4. Résultats expérimentaux de l'analyse par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (*IRTF*)

La spectroscopie infrarouge est un moyen de caractérisation et d'identification des groupements moléculaires ainsi présents dans les trois couches étudiées. L'appareil utilisé dans cette étude est un Spectromètre à Transformée de Fourier *ATR*. Le domaine spectral étudié s'étend de 4000 cm^{-1} à 412 cm^{-1} avec une résolution de $0,964233\text{ cm}^{-1}$. Les Figures suivantes illustrent les résultats de l'analyse par spectroscopie *IRTF* des échantillons pour les couches *M, X et Y*.

Le spectre *IRTF* ainsi obtenu montre une multitude de bandes d'absorption due à la matrice minérale et aux différents groupements fonctionnels organiques de la MO incorporée dans la matrice minérale [1].

I. 4. 1. Analyse par Spectroscopie pour la couche M

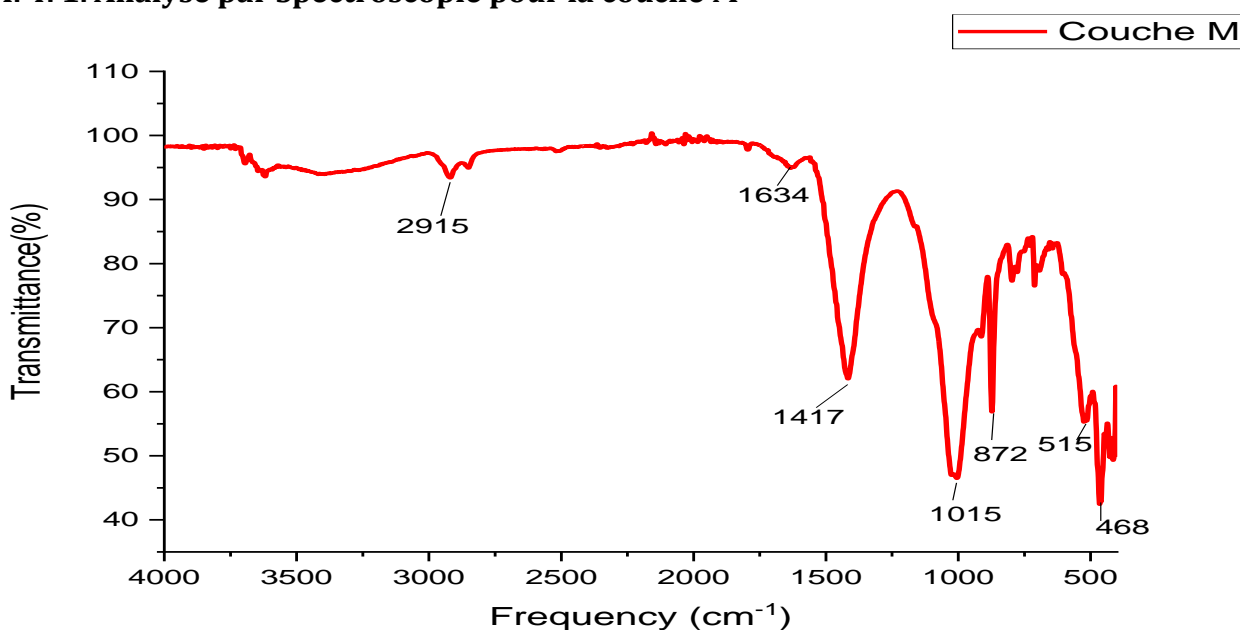


Figure. III- 6: Spectre IRTF de la couche M de schistes bitumineux de TIMAHDIT

La figure. III-6 représente deux zones importantes du spectre :

- La zone d'empreintes [402-1500 cm^{-1}], correspondant aux bandes IR qui sont attribuées aux déformations dues aux vibrations des liaisons simples : $C - O$, $C - N$, $C - Cl$, $C - F$, $C - I$, $C - Br$, $C - C$ à des intensités inégales dans tous les échantillons de la couche M. On observe :
 - Une bande fine à 1417 cm^{-1} d'une transmittance de 62% correspondant à la vibration de la liaison $C - O$.
 - Une deuxième bande à 1015 cm^{-1} d'une transmittance de 47% relative à la vibration de la liaison $C - C$.
 - Autres bandes, situées à 872 cm^{-1} de transmittance de 56%, à 515 de transmittances 55% et à 486 cm^{-1} de transmittance 44%, correspondant à la liaison $C - Cl$.
- La zone de diagnostic du même échantillon « couche M » est caractérisée par :
 - Des bandes de vibration d'élongation d'une double liaison, d'une triple liaison ou bien des liaisons de type : $C = N$, $C \equiv C$, $H - N$ et $O - H$,
 - Une bande située à 1634 cm^{-1} d'une transmittance de 94% correspondant à la vibration de la liaison $C = C$,
 - Une autre bande à 2914 cm^{-1} d'une transmittance de 93% correspondant à la vibration de la liaison $C - H$.

I. 4. 2. Analyse par Spectroscopie pour la couche X

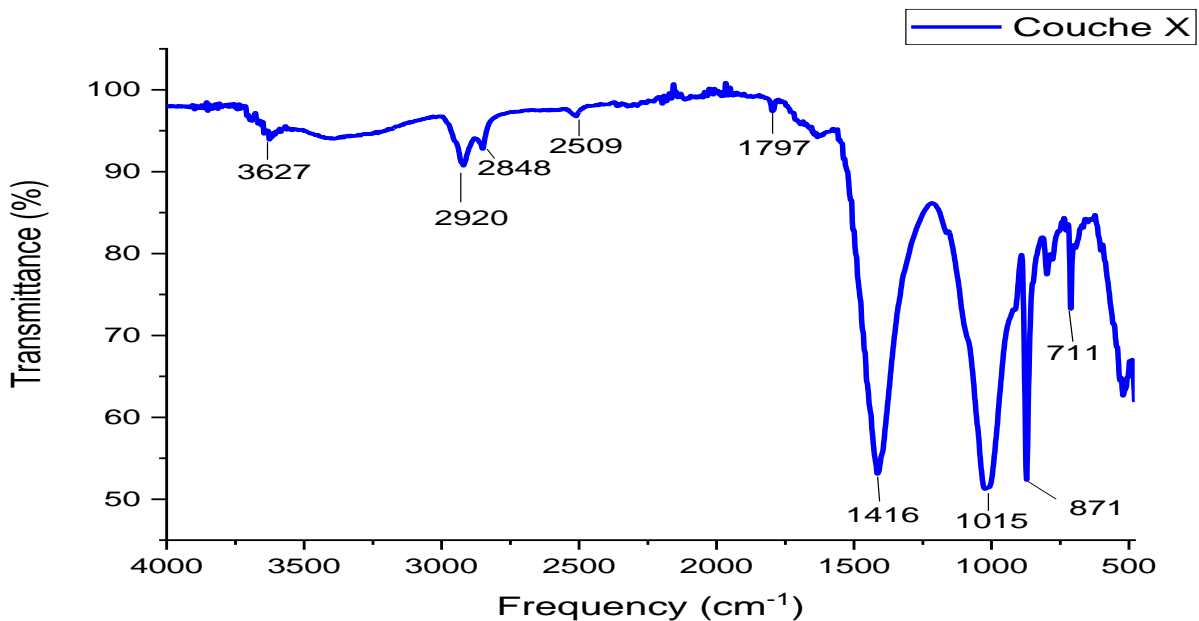


Figure. III- 7: Spectre IRTF de la couche X de schistes bitumineux de TIMAHDIT

La Figure.III-7 représente l'analyse du spectre *IRTF*, de l'échantillon de la couche *X* des schistes bitumineux. On observe deux zones :

- La zone d'empreintes [400-1500 cm^{-1}] qui présente plusieurs bandes d'adsorption suivantes :
- Une bande fine à 1416 cm^{-1} dans la plage de 1481-1330 cm^{-1} et d'une transmittance de 3% attribuable à la liaison $C - O$.
- Une bande fine vers 1015 cm^{-1} dans la plage de 1074 - 957 cm^{-1} et d'une transmittance de 51% correspondant à la vibration de la liaison $C - C$.
- Deux bandes à 871 cm^{-1} et à 711 cm^{-1} situées dans la plage de 852-882 cm^{-1} et 662-747 cm^{-1} et de transmittance, respectivement, de 52% et 37%, relatives à la vibration de la liaison $C - Cl$.
- La zone de diagnostique [1500-4000 cm^{-1}] qui présente plusieurs bandes :
- Une bande à 1797 cm^{-1} située dans la plage [1827-1750] et d'une transmittance de 97%, relative à la vibration des liaisons $C = O$,
- Une bande d'une pique de 2509 cm^{-1} située entre [2566-2153] et d'une transmittance 96% due à une vibration de liaison $C \equiv O$,
- Deux bandes vers 2848 cm^{-1} et 2920 cm^{-1} sur les intervalles [2886-2840] et [2886-2955] cm^{-1} avec, respectivement, des transmittances de 96% et 90% correspondant au même type de vibration de liaison $C - H$,
- Une bande vers 3627 cm^{-1} située dans la plage [3550-3649] cm^{-1} , et d'une transmittance de 94% correspondant à la vibration des liaisons $N - H, O - H$.

I. 4. 3. Analyse par Spectroscopie pour la couche Y

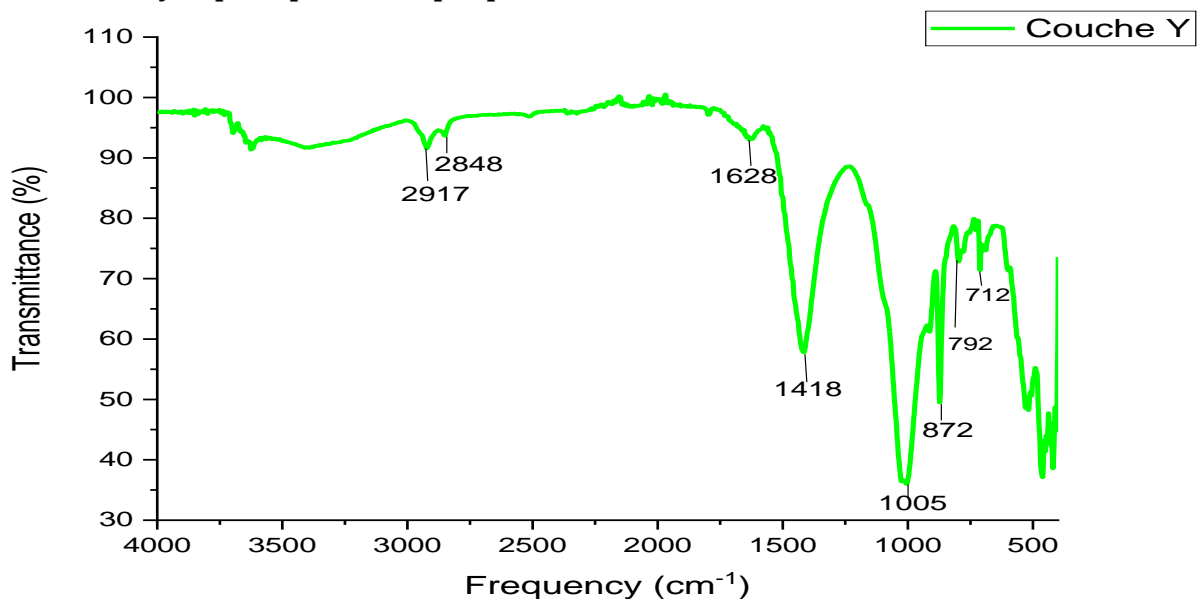


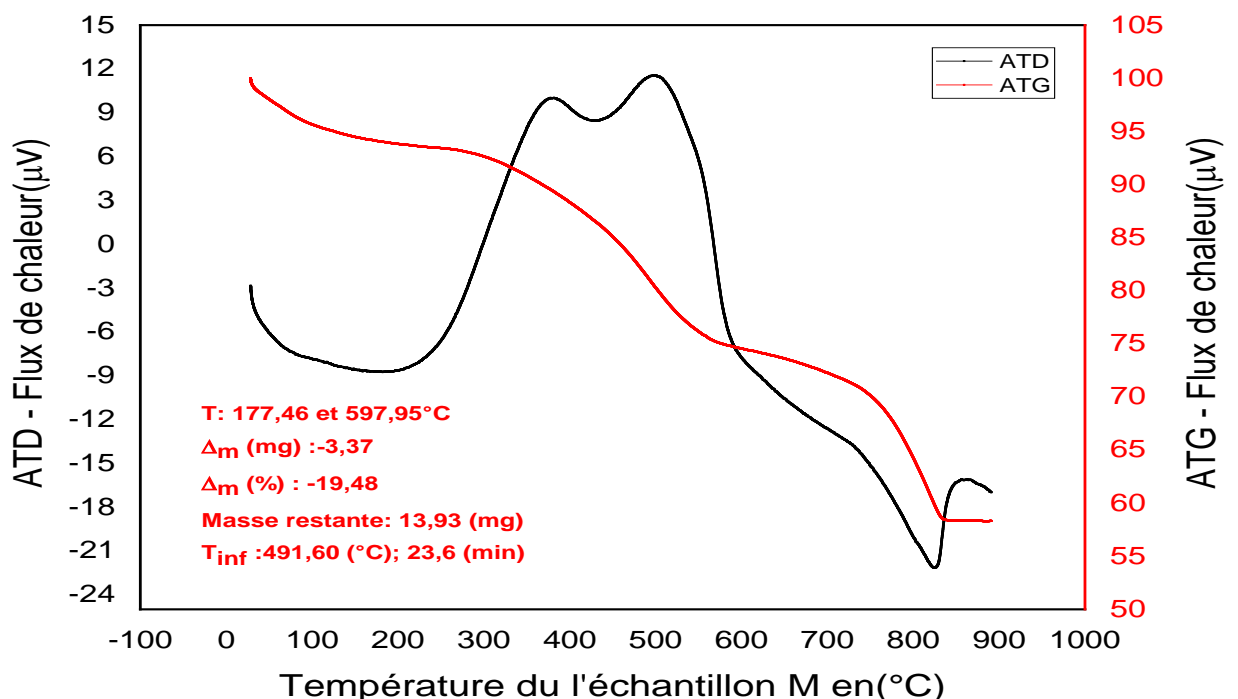
Figure. III- 8: Spectre IRTF de la couche Y de schistes bitumineux de TIMAHDIT

La figure. IV-8 représente le spectre IRTF de l'échantillon de la couche Y des schistes bitumineux de la région TIMAHDIT. On observe aussi deux zones différentes :

- La zone d'empreintes [400-1500cm⁻¹] qui présente plusieurs bandes d'adsorption suivantes :
- Une bande vers 1418 cm⁻¹ située dans la plage [1358-1474] et d'une transmittance de 57%, attribuable aux vibrations des liaisons C – C, C – N,
- Une bande vers 1005 cm⁻¹ située dans la plage [1056-966] cm⁻¹ avec une transmittance de 36% qui est attribuable à la vibration de la liaison C – C,
- Des bandes vers 872 cm⁻¹, 712 cm⁻¹, 796 cm⁻¹ sur l'intervalle [880- 699] cm⁻¹ avec des transmittances de 93%, relatives à la vibration de la liaison C – Cl.
- Deux bandes vers 2917cm⁻¹ et 2848 cm⁻¹ sur l'intervalles [3006-2700], respectivement, des transmittances de 91% et 93% correspondant au même type de vibration de liaison C ≡ O.

I.5. Résultats expérimentaux d'analyse thermique en simultanée ATG/ATD

L'appareil utilisé dans nos expériences est un LABSYSTEM EVO (1F) de marque SETARAM (Figure. IV-9), qui permet d'effectuer les analyses en simultanée (ATG/DTG et ATD). La Figure. IV-9 présente l'analyse thermique en simultanée ATG/DTG/ATD des échantillons de schistes, réalisée sous un atmosphère d'air synthétique s'écoulant avec un débit de 40 ml/min et de vitesse de chauffe de 20°C.min⁻¹, ce qui permet de chauffer les échantillons étudiés de la température ambiante jusqu'à 1000 °C.



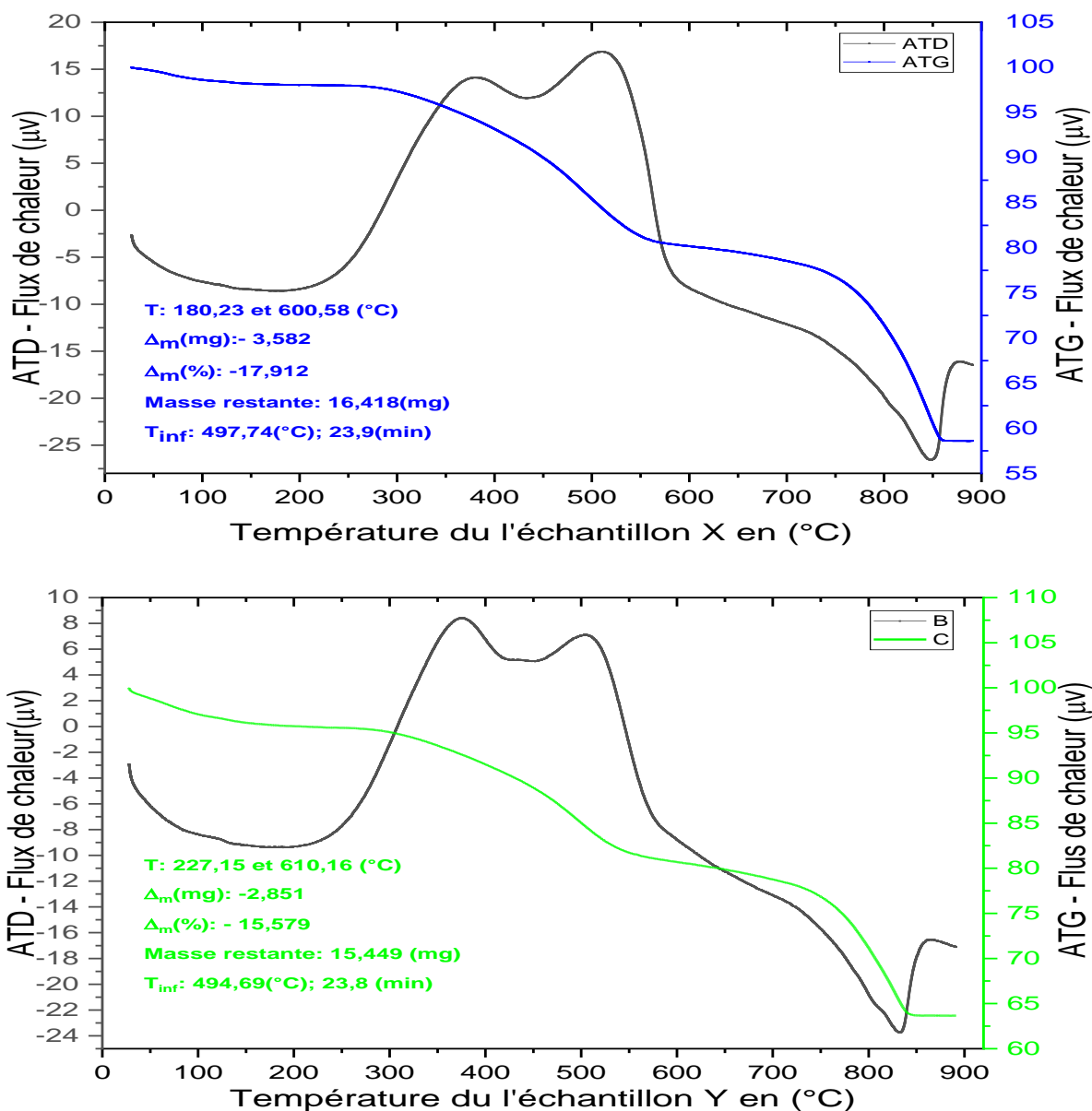


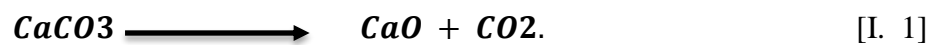
Figure. III- 9: Analyse thermique ATG et ATD pour les couches M, X et Y des schistes bitumineux de TIMAHADIT à $20^{\circ}\text{C min}^{-1}$

Les profils thermiques obtenus pour les trois échantillons de schistes sont similaires et montrent trois pertes de masse bien distinctes :

- La première située entre l'ambiante et 240°C et correspond au départ de l'eau de l'humidité ainsi qu'aux composés légers et très volatiles contenus dans les schistes étudiés. Les pourcentages de perte de masses enregistrés ont été de 6,5%, 2% et 4.5% pour les schistes issus des couches *M, X et Y*, respectivement.
- La deuxième perte importante de masse est enregistrée dans l'intervalle de température $[240^{\circ} - 650^{\circ}]$ et se présente sous forme de deux paliers, dont chacun est accompagné d'un pic exothermique enregistré sur la courbe *ATD*. Ces deux pertes correspondent très probablement à la décomposition du bitume et du kérogène contenu

dans les schistes. Le bitume, qui est une matière organique extractible et moins lié à la matrice minérale du schiste, se décompose en premier, suivi du kérogène (une macromolécule organique complexe et non-extractible avec les solvants organiques usuels). Les pertes de masses enregistrées ont été d'environ 20%, 17,5% et 15,6% pour les schistes issus des couches *M, X et Y*, respectivement.

- La troisième et dernière perte de masse est observée entre les températures 650°C et 870°C, elle est accompagnée d'un pic endothermique intense en *ATD* (Figure. IV-9). Ce pic correspond très probablement à la décomposition des carbonates présents dans les échantillons étudiés, selon la réaction (1) :



I. 6. Analyse des résultats obtenus par Microscope Electronique à Balayage (*MEB*) et par microanalyse chimique par (*EDX*)

Les résultats des analyses sont illustrés dans les images obtenues par Microscopie Electronique à Balayage *MEB* et par analyse microchimique *EDX* pour les trois échantillons des couches *M, X et Y* des schistes bitumineux. Ces derniers ont été enregistrés sous vide (HV : High vacuum), avec un faisceau d'électrons accéléré par une tension de 20kV. Dans ces conditions, il semble qu'il était nécessaire de recourir à une métallisation des échantillons avant l'observation, puisque ces derniers sont des isolants électriques. De même, la détection a été opérée en mode électron secondaire, ce qui donne accès uniquement à des informations de type topologiques. Une observation en mode électrons rétrodiffusés permettra d'obtenir des informations plus chimiques puisque les échantillons étudiés sont des matériaux relativement assez hétérogènes [1].

Les Figures (III-13 ; III-17 ; II-21) représentent des images prises par la méthode de *MEB* pour les trois échantillons des couches *M, X et Y* des schistes bitumineux de la région de TIMAHDIT avec trois mesures différentes d'agrandissement : ($\times 10000 - 1\mu\text{m}$) ; ($\times 2500 - 10\mu\text{m}$) et ($\times 50000 - 5\mu\text{m}$). Les mesures sont réalisées à la Faculté des Sciences de RABAT-MAROC.

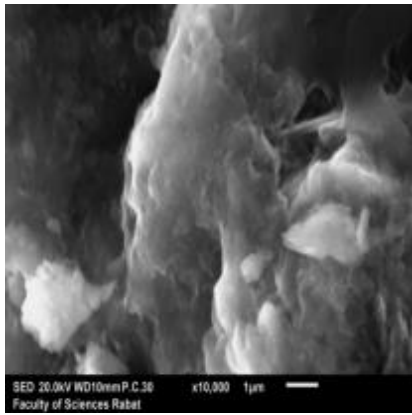


Figure. III- 10: Image du MEB pour la couche M (*10000-1μm)

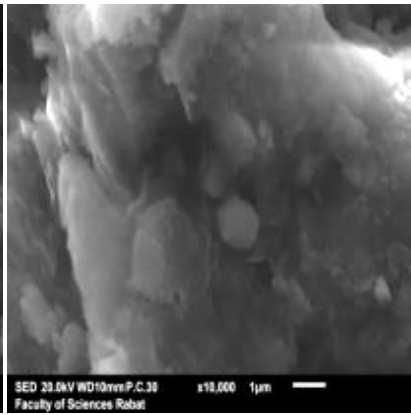


Figure. III- 11: Image du MEB pour couche X (*10000-1μm)

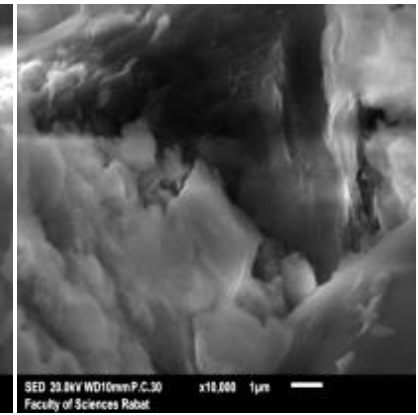


Figure. III- 12: Image du MEB pour la couche Y (*10000-1μm)

Figure. III- 13: Image du MEB pour les trois couches M, X et Y des schistes bitumineux avec un grandissement 10000, 1μm à Faculté des sciences Rabat

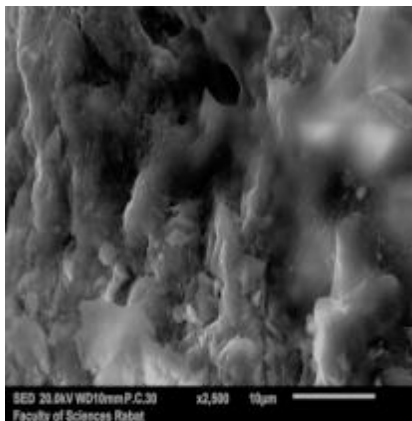


Figure. III- 14: Image du MEB pour la couche M (*2500-10μm)

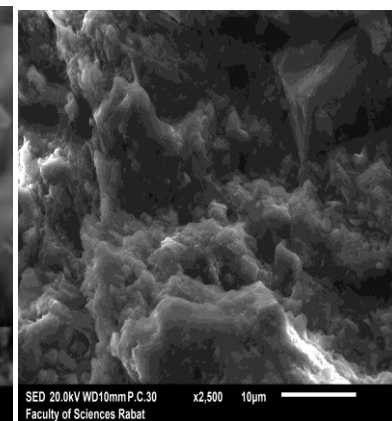


Figure. III- 15: Image du MEB pour la couche X (*2500-10μm)

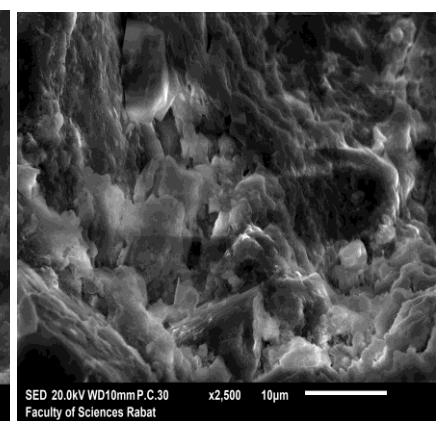


Figure. III- 16: Image du MEB pour la couche Y (*2500-10μm)

Figure. III- 17: Image du MEB pour les trois couches M, X et Y des schistes bitumineux avec un grandissement 2500, 10 μm à Faculté des sciences Rabat

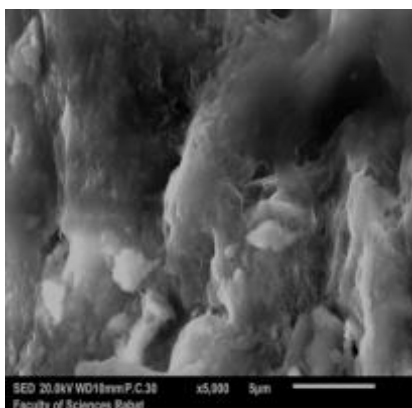


Figure. III- 18: Image du MEB pour la couche M (*5000-5μm)

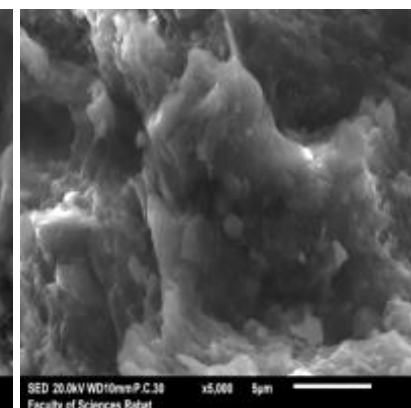


Figure. III- 19: Image du MEB pour la couche X (*5000-5μm)

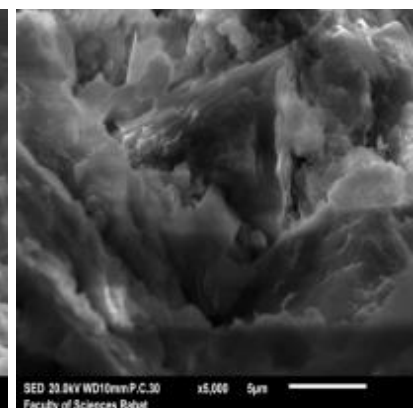


Figure. III- 20: Image du MEB pour la couche Y (*5000-5μm)

Figure. III- 21: Image du MEB pour les trois couches M, X et Y des schistes bitumineux avec un grandissement 5000, 5 μm à Faculté des sciences Rabat

I. 6.1. Analyse des résultats obtenus par microscopie *MEB* – *EDX* pour la couche *M*

L’observation des résultats obtenus montrent que les différentes couches se présentent sous la même Morphologie : des feuilles et des blocs.

La roche des schistes bitumineux de la couche M sur différentes positions étudiées est principalement composée de l’Azote avec des pourcentages allant de 1,08% à 4,5%, en présence de traces de Sodium de 1,15%, de Silicium (allant de 3,37 à 5,99%), d’Aluminium (allant de 1,53% à 3,94%) et du Soufre de 1,36% .

Ces analyses montrent une forte teneur en Oxygène (allant de 22,66% à 48,97%), et de Carbone (allant de 37,93% à 60,07%). Les spectres obtenus sont rigoureusement identiques pour les cinq positions. Les résultats sont répertoriés dans le tableau .III-1.

Tableau. III- 1: La microanalyse de la composition chimique pour cinq positions du couche M par EDX

Atome en % Position EDS _(M) % > 1%	C	N	O	Al	Si	Na	S
Position 1	37,93	1,08	48,97	3,94	5,99	-	-
Position 2	53,45	4,50	34,44	1,53	3,37	-	-
Position 3	48,05	1,6	40,25	2,53	5,08	-	-
Position 4	60,07	3,46	22,66	2,46	4,63	1,15	1,36
Position 5	42,92	1,68	45,89	2,33	4,59	-	-

Sur la figure.III-32, sont représentées les images de *MEB* et d’*EDX* pour cinq positions d’un échantillon de la couche *M* des schistes bitumineux de la région de TIMAHDIT

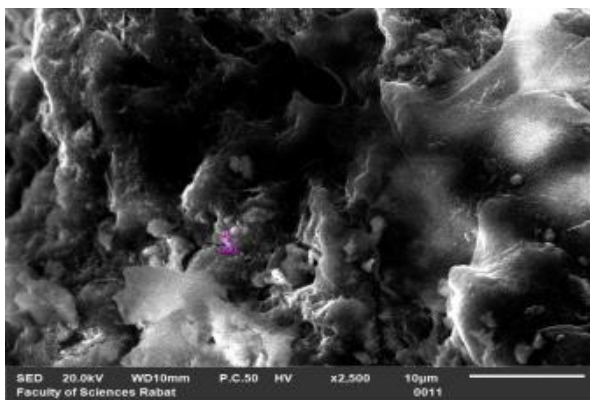


Figure. III- 22: Image de *MEB* couche M (Position 1)

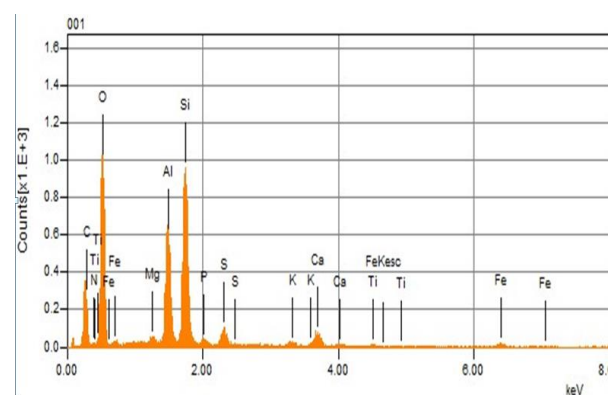


Figure. III- 23: Image d’*EDX* couche M (Position 1)

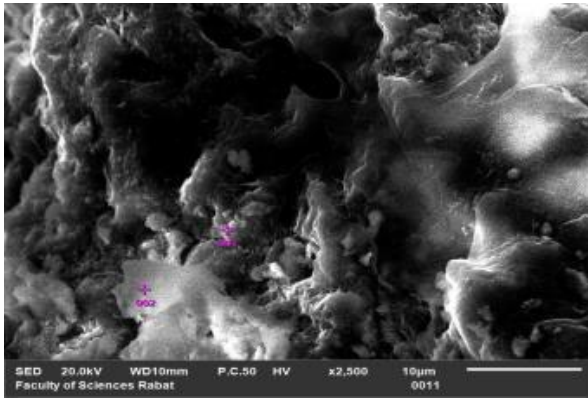


Figure. III- 24: Image de MEB couche M (Position 2)

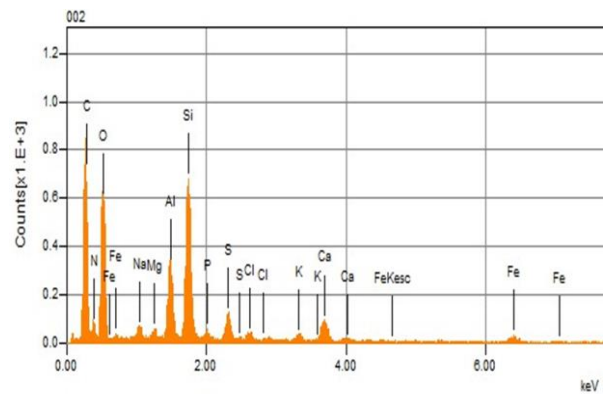


Figure. III- 25: Image d'EDX couche M (Position 2)

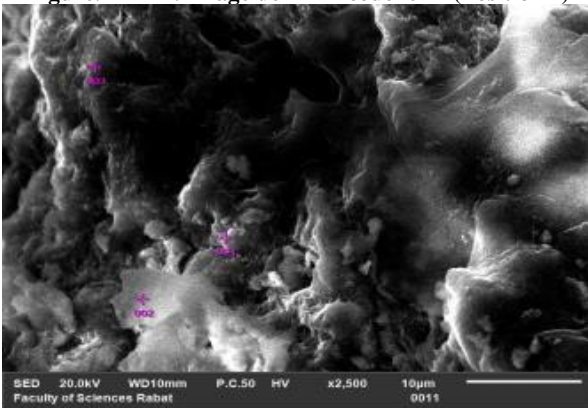


Figure. III- 26: Image de MEB couche M (Position 3)

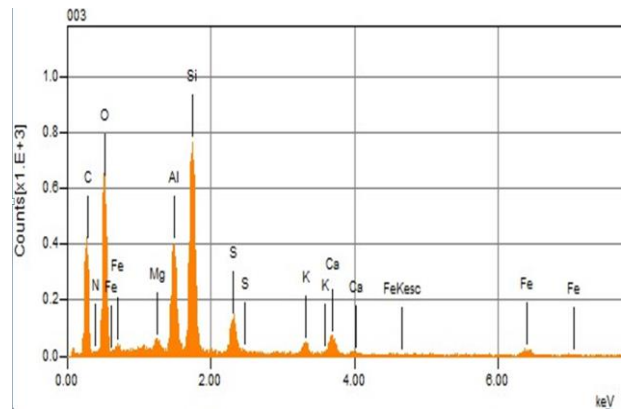


Figure. III- 27: Image d'EDX couche M (Position 3)

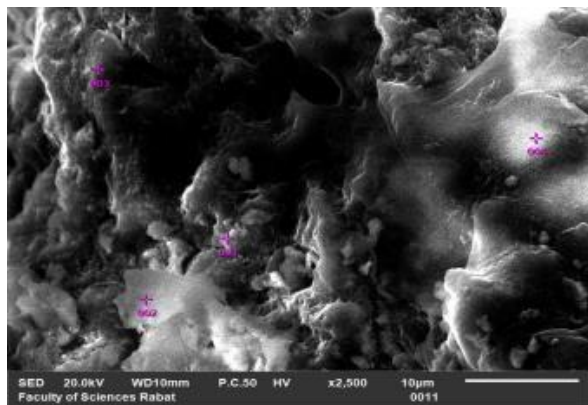


Figure. III- 28: Image de MEB couche M (Position 4)

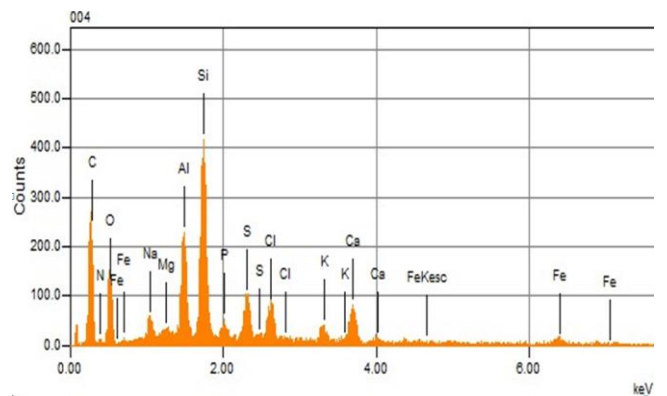


Figure. III- 29: Image d'EDX couche M (Position 4)

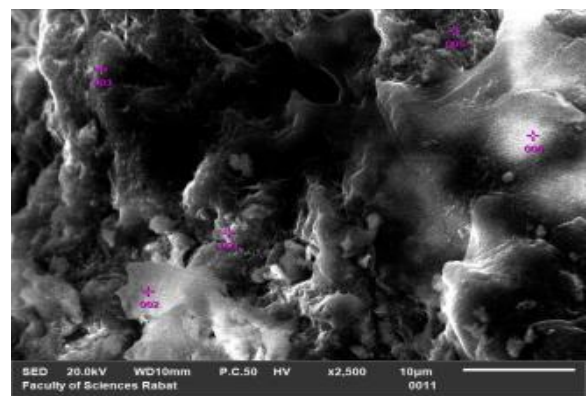


Figure. III- 30: Image de MEB couche M (Position 5)

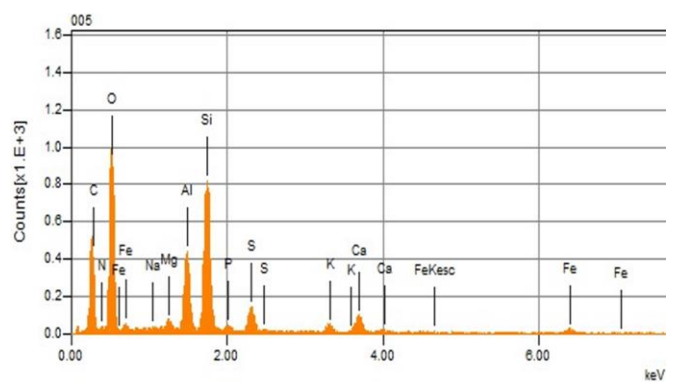


Figure. III- 31: Image d'EDX couche M (Position 5)

Figure. III- 32: Images de MEB et EDX pour les cinq positions de la couche M

L'examen de la topographie de surface de l'échantillon de la couche *M* des schistes bitumineux de TIMAHDIT, montre qu'elle est constituée de particules de tailles hétérogènes. Les images montrent l'existence des zones en feuillets et des zones lisses. L'analyse chimique par EDX indique que les particules de faibles dimensions sont assignées à la Silice tandis que les grosses particules sont dues à la présence en surface des formes argileuses.

Les figures (III-32 : 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30 et 31) montrent que la zone est de type feuillets avec l'existence d'argile, de gains de Quartz, de Feldspaths qui contient des (*Al et Si*) avec une faible concentration de Calcium sans détermination des concentrations du (*C, O et N*). Alors que la zone massive contient du Silicium et de Calcium (*S, Na*). Donc on peut dire que ce sont des **Aluminosilicates**.

I. 6.2. Analyse des résultats obtenus par microscopie *MEB* – *EDX* pour la couche *X*

La roche des schistes bitumineux de la couche *X* sur différentes positions étudiées est principalement composée de l'Azote avec des pourcentages allant de 1,19% à 2,71%, en présence de traces de Calcium (allant de 1,01% à 6,26%), de Silicium (allant de 1,18% à 1,65%), de Soufre (allant de 1,88% à 10,31%), de Magnésium (allant de 2,43% à 6,2%), et de Fer de 5,85%. Ces analyses montrent une forte teneur en Oxygène (allant de 24,91% à 62,29%), et de Carbone (allant de 27,22% à 53,36%). Les spectres obtenus sont rigoureusement identiques pour les cinq positions. Les résultats sont répertoriés dans le tableau. III-2.

Tableau. III- 2; La microanalyse de la composition chimique pour les cinq positions du couche *X* par EDX

Atome en % Position EDS % > 1%	C	N	O	Ca	Si	Fe	S	Mg
Position 1	34,89	-	51,07	6,26	1,49	-	1,88	2,43
Position 2	47,83	2,71	43,24	1,5	1,65	-	-	-
Position 3	53,05	1,19	24,91	1,92	1,54	5,85	10,31	-
Position 4	53,36	1,42	41,02	1,01	1,18	-	-	-
Position 5	27,22	-	62,29	3,02	-	-	-	6,2

La Figure. III-43 montre un micrographe de microscopie *MEB* de la surface d'un échantillon de la couche *X* des schistes bitumineux de la région de TIMAHDIT pour chaque position ainsi qu'une microanalyse générale par *EDX*.

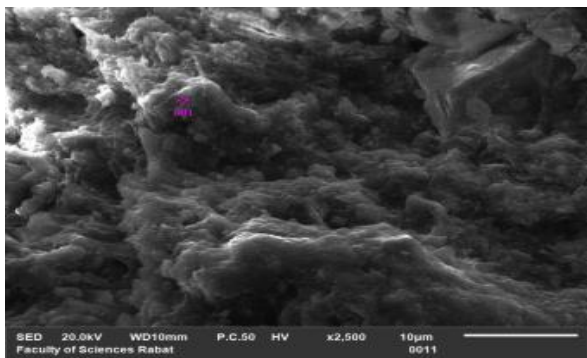


Figure. III- 33: Image de MEB couche X (Position 1)

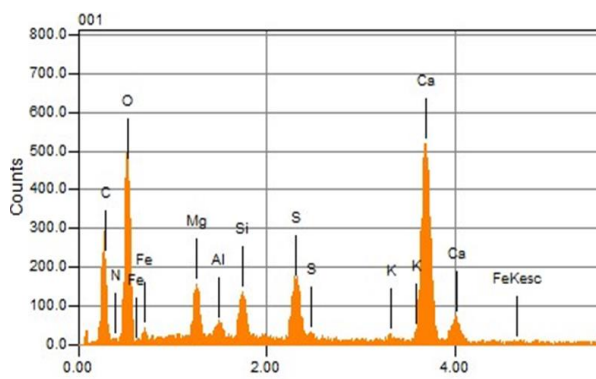


Figure. III- 34: Image d'EDX couche X (Position 1)

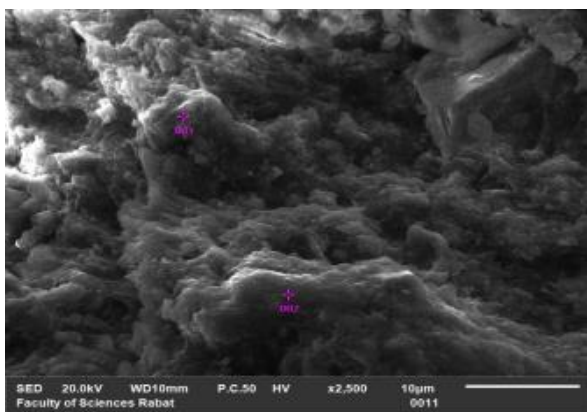


Figure. III- 35: Image de MEB couche X (Position2)

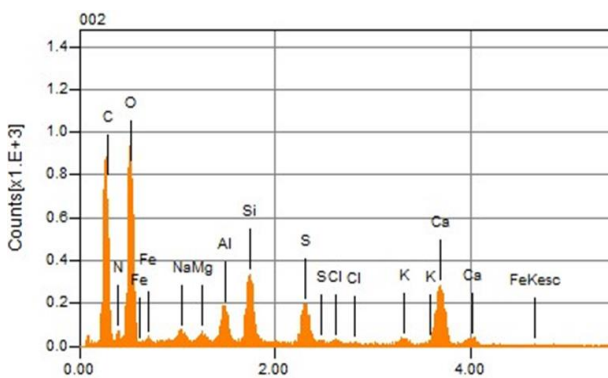


Figure. III- 36: Image d'EDX couche X (Position 2)

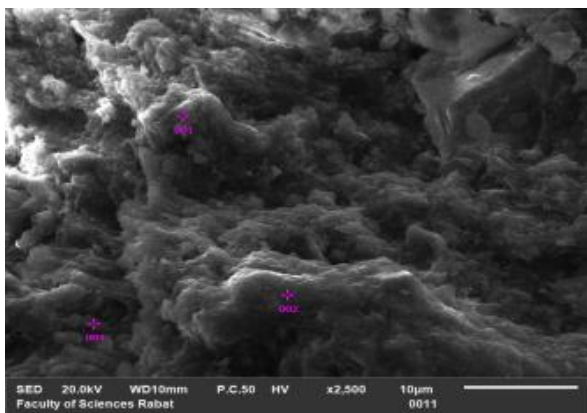


Figure. III- 37: Image de MEB couche X (Position 3)

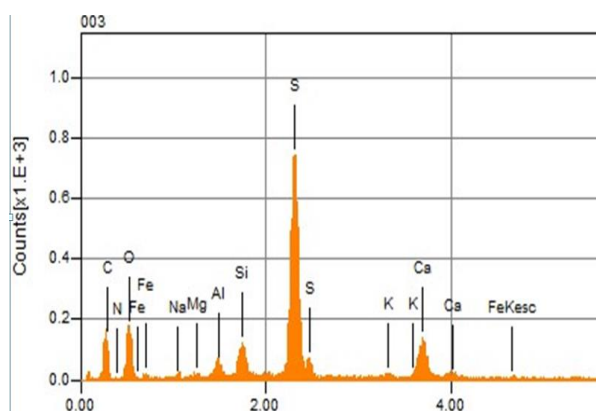


Figure. III- 38: Image d'EDX couche X (Position 3)

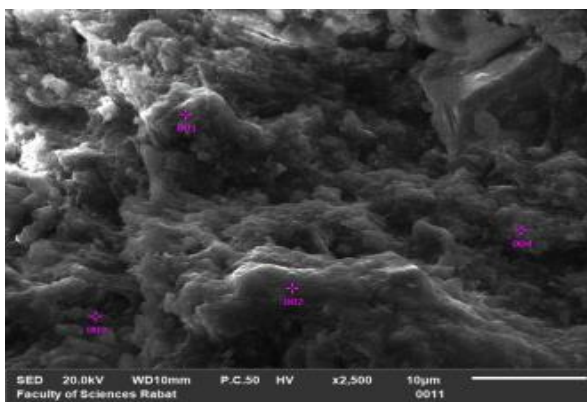


Figure. III- 39: Image de MEB couche X (Position 4)

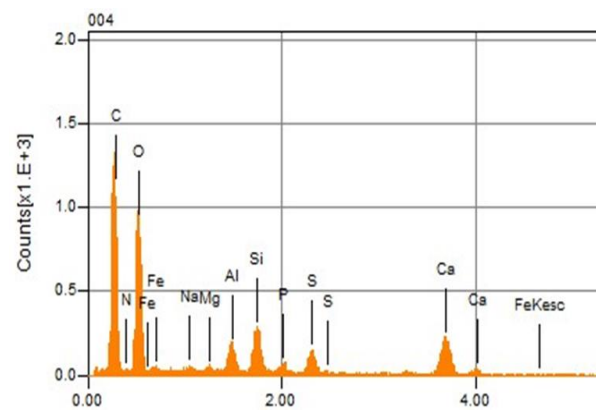


Figure. III- 40: Image d'EDX couche X (Position 4)

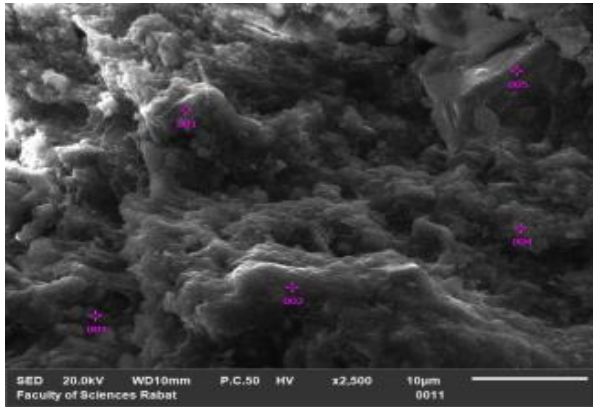


Figure. III- 41: Image de MEB couche X (Position 5)

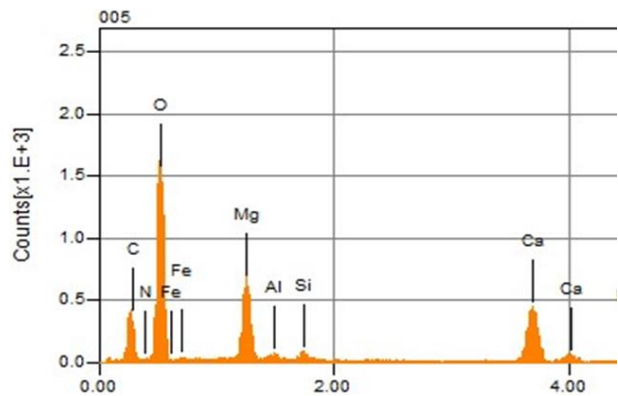


Figure. III- 42: Image d'EDX couche X (Position 5)

Figure. III- 43: Images de MEB et EDX pour les cinq positions de la couche X

L'examen de la topographie de surface de l'échantillon de la couche X des schistes bitumineux de TIMAHDIT et l'analyse chimique par EDX (Fig.III-43 : 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41 et 42) montrent la présence de Calcite, d'Argiles, de Dolomite, de Pyrite, ils contiennent aussi du Calcium et du Silicium (*Ca et Si*) avec une faible concentration de Soufre sans détermination des concentrations du Carbone, d'Oxygène et d'Azote (*C, O et N*). Alors que la zone Massive contient du Fer et du Magnésium (*Fe, Mg*). Donc, on peut dire que ce sont de type Calcium Silicide. On peut conclure que les Zones riches en Calcium, Soufre et Oxygène sont caractéristiques de la présence des phases de Sulfate de Calcium.

I. 6. 3. Analyse des résultats obtenus par microscopie MEB – EDX pour la couche Y

La roche des schistes bitumineux de la couche Y sur différentes positions étudiées est principalement composée de Calcium avec des pourcentages allant de 1,25% à 7,42%, en présence des traces de Silicium (allant de 1,16% à 19,69%), d'Aluminium (allant de 1,00% à 1,49%), de Magnésium de 6,11%.

Ces analyses montrent une forte teneur en Oxygène (allant de 49,9% à 64,85%), et de Carbone (allant de 17,08% à 30,88%). Les spectres obtenus sont rigoureusement identiques pour les cinq positions. Les résultats sont répertoriés dans le tableau .III–3.

Tableau. III- 3: Microanalyse de la composition chimique pour les cinq positions du couche Y par EDX

Atome en % Position EDS % > 1%	C	O	Ca	Si	Mg	Al
Position 1	30,88	59,00	3,26	-	6,11	-
Position 2	17,08	61,86	-	18,48	-	1,49
Position 3	27,12	64,36	7,44	-	-	-
Position 4	27,48	49,9	1,25	19,69	-	1,0
Position 5	26,2	64,85	7,42	1,16	-	-

La Figure. III-54 montre une micrographie de microscopie *MEB* de la surface d'un échantillon de la couche *Y* des schistes bitumineux de la région de TIMAHDIT pour les cinq positions ainsi qu'une microanalyse générale par *EDX*.

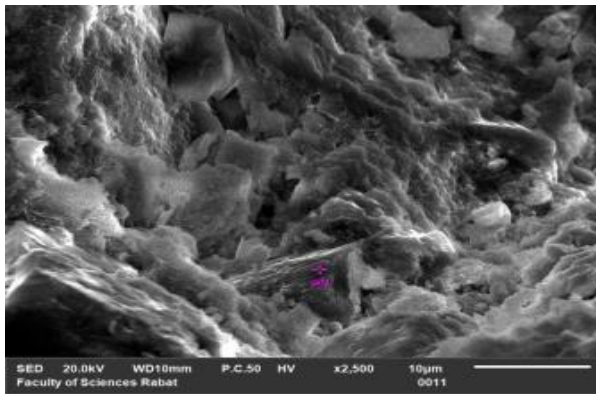


Figure. III- 44: Image de MEB couche Y (Position 1)

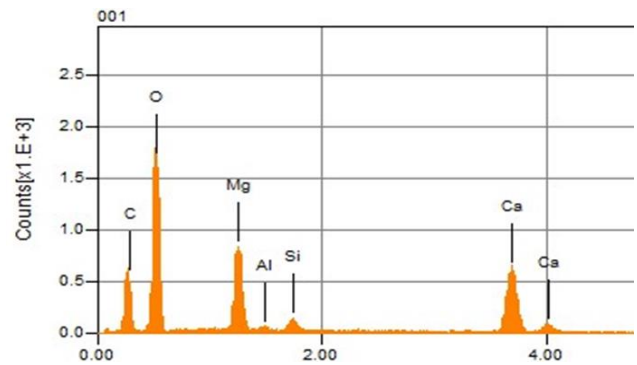


Figure. III- 45: Image d'EDX couche Y (Position1)

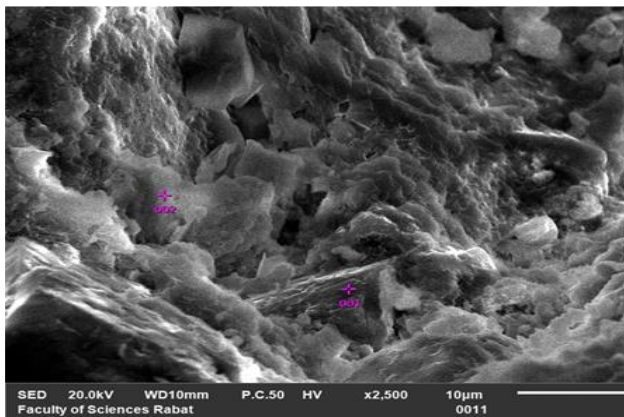


Figure. III- 46: Image de MEB couche Y (Position 2)

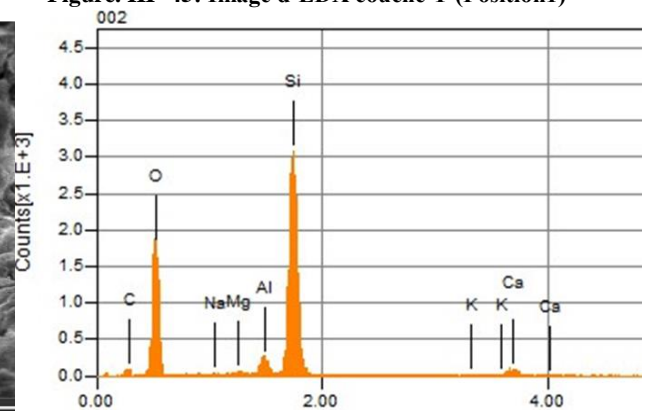


Figure. III- 47: Image d'EDX couche Y (Position2)

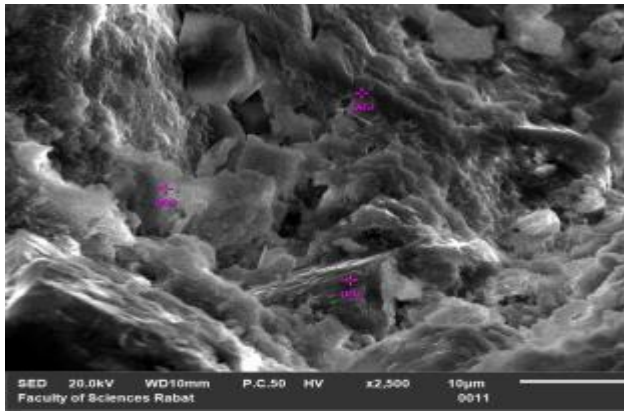


Figure. III- 48: Image de MEB couche Y (Position 3)

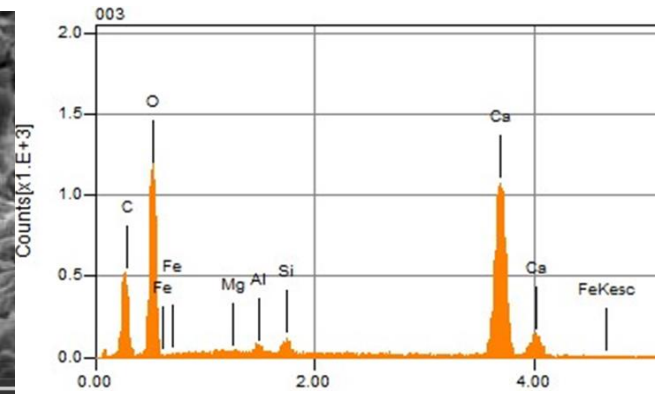


Figure. III- 49: Image d'EDX couche Y (Position3)

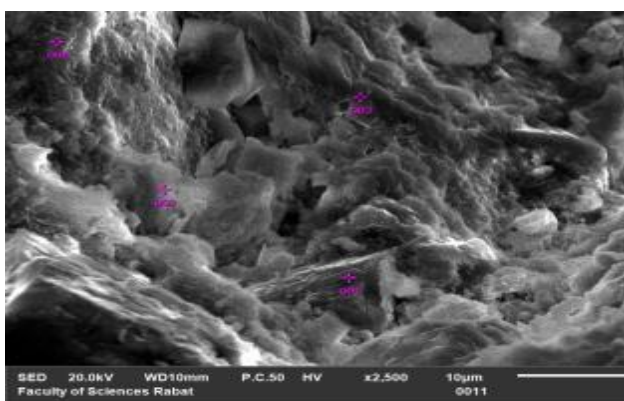


Figure. III- 50: Image de MEB couche Y (Position 4)

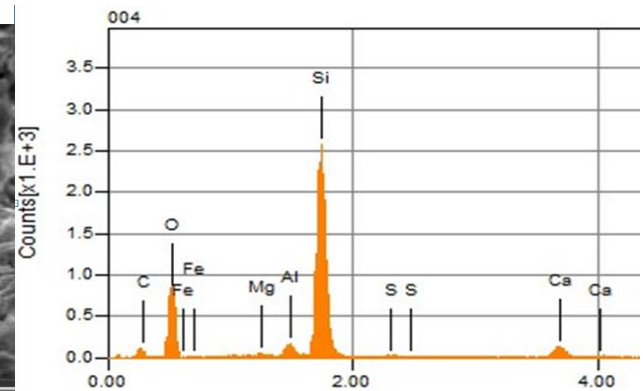


Figure. III- 51: Image d'EDX couche Y (Position4)

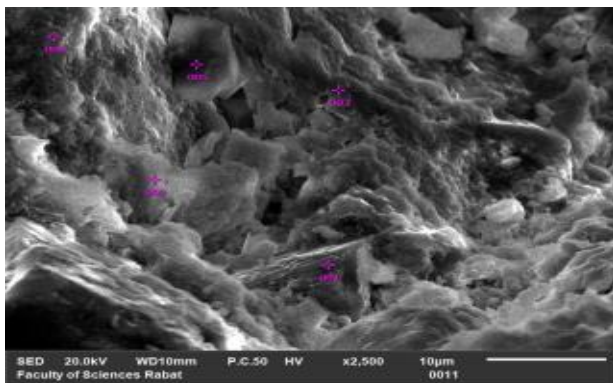


Figure. III- 52: Image de MEB couche Y (Position 5)

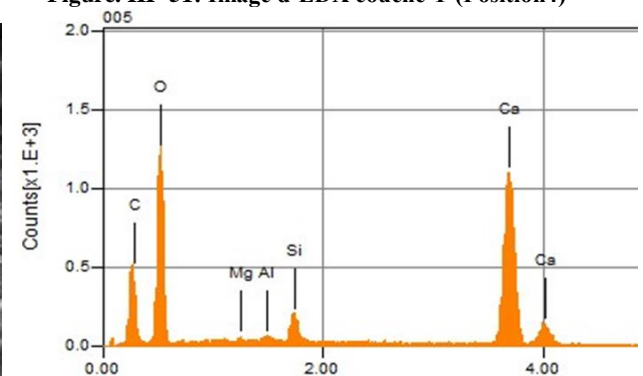


Figure. III- 53: Image d'EDX couche Y (Position 5)

Figure. III- 54: Images de MEB et EDX pour les cinq positions de la couche Y

L'examen de la topographie de surface des échantillons de la couche Y des schistes bitumineux de TIMAHDIT et l'analyse chimique par EDX des figures (III-54 : 44, 45, 46, 47, 48, 49, 50, 51, 52 et 53) montrent la présence de Dolomite, de Kaolinite, de Calcite et de Quartz. Ils contiennent aussi du Calcium et du Silicium (*Ca et Si*) avec une faible concentration de Soufre sans détermination des concentrations du Carbone, d'Oxygène et d'Azote (*C, O et N*). Alors que la zone Massive contient de l'Aluminium et du Magnésium (*Al et Mg*). Donc on peut dire que ce sont des disiliciures de Calcium ($CaSi_2$). La

présence d'un grain de Quartz caractéristique par sa géométrie hexagonale sur l'image est confirmée par la dominance des éléments Si et O du motif SiO_2 du quartz sur les spectres de microanalyse de la couche Y.

Le tableau III- 4 représente les résultats d'analyse chimique par EDX Moyen pour les trois couches des schistes bitumineux : M, X et Y

Tableau. III- 4: Analyse chimique par EDX (moyen) pour les couches M, X et Y

Atome % EDS_{moy} : % > 1%	C	N	O	Al	Si	Ca	Mg
Couche M	47,14	2,27	39,83	2,16	4,72	1,05	-
Couche X	43,25	1,49	47,23	-	2,34	2,32	-
Couches Y	30,69	-	56,19	1,22	5,90	3,88	1,41

D'après les résultats de l'analyse chimique par EDX (tableau (III - 4)) et des Figures de EDX (III-55) et (II-56), on note, pour la couche M, l'existence des éléments (*Fe, K, Cl, S, P, Mg, Na*) en faible concentration inférieur à 1% de la masse et la présence des éléments *Al, Si, Ca* avec une concentration importante .

Pour la **couche X**, les Figures (III-57) et (III-58) montrent qu'il y a une faible concentration de (*Fe, K, S, P, Al, Mg, Na*) avec une concentration importante de *Si et Ca*.

Pour la **couche Y**, les Figures (III-59) et (III-60) montrent qu'il y a une faible concentration du Fer, du Potassium et du Soufre (*Fe, K, S*) et d'importants pourcentages de *Al, Mg, Si et Ca*.

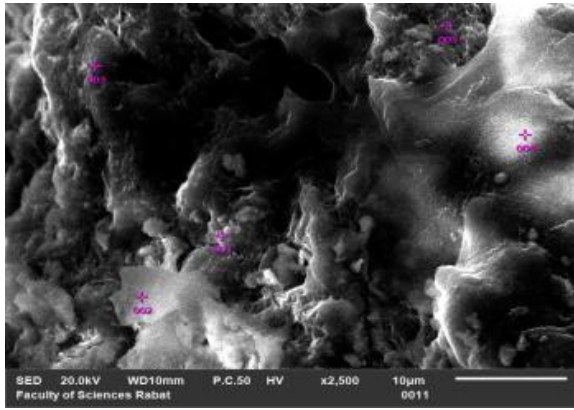


Figure. III- 55: Image de MEB de la couche M

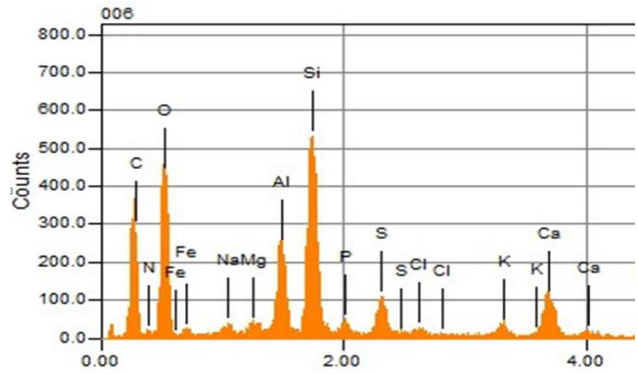


Figure. III- 56: Image d'EDX de la couche M

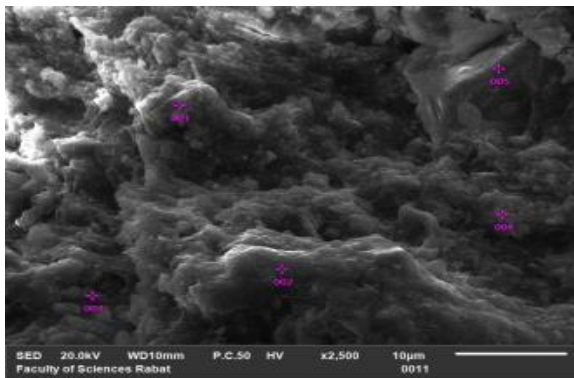


Figure. III- 57: Image de MEB de la couche X

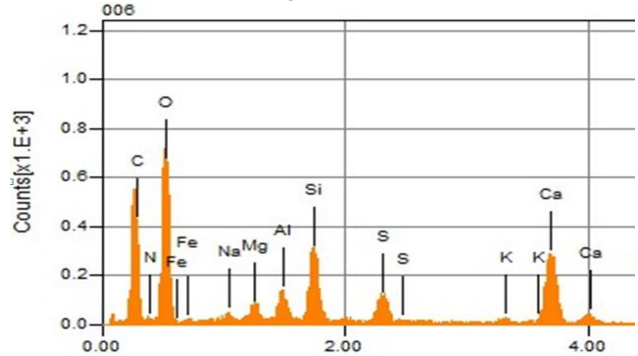


Figure. III- 58: Image d'EDX de la couche X

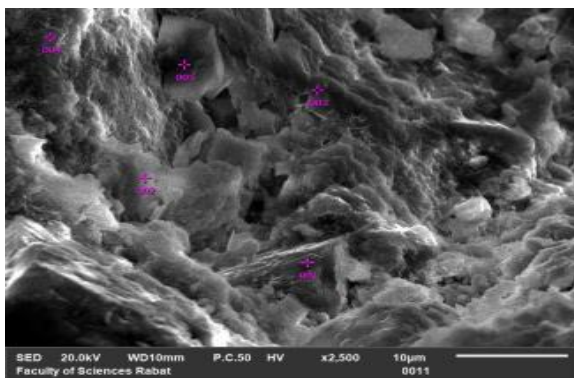


Figure. III- 59: Image de MEB de la couche Y

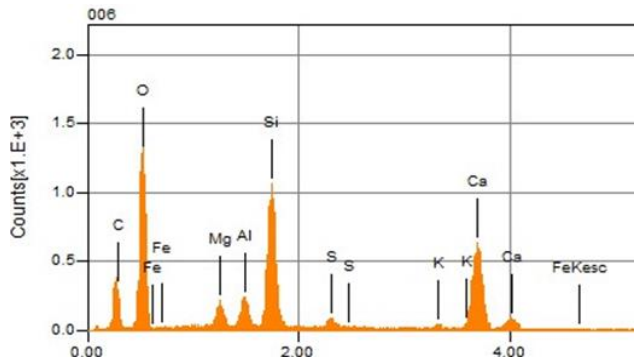


Figure. III- 60: Image d'EDX de la couche Y

Figure. III- 61: Images du MEB et EDX pour les trois couches M,X et Y

Le spectre des rayons X (Figure. III-61) montre les nombres des rayons X détectés en fonction de son énergie puisque chaque élément chimique est caractérisé par les rayons X avec une énergie bien déterminée. Donc, le spectre nous a permis d'avoir une analyse qualitative c'est-à-dire le type des éléments chimiques ainsi présents.

Le calcul des intégrales des pics de chaque élément nous donne la quantité des éléments dans la matière, on parle ainsi d'une analyse quantitative.

Conclusion

Dans cette étude, la composition minérale et minéralogique des cendres de schiste bitumineux de TIMAHDIT a été suivie par diffraction des rayons $X(DRX)$ et leur morphologie par Microscope Electronique à Balayage (MEB). La caractérisation physico-chimique des schistes bitumineux de TIMAHDIT a été effectuée par une série de techniques analytiques et montre la présence de la MO incorporée dans une matrice minérale. La matière minérale se compose principalement de la Calcite ($CaCO_3$), de la Dolomite ($CaMg(CO_3)_2$) et du Quartz (SiO_2). La matière organique est formée d'hydrocarbures légers (aliphatiques) et d'un mélange complexe constitué du kérogène. Cette caractérisation physico-chimique nous a permis de déterminer le traitement approprié en vue d'une valorisation de ces schistes.

I. 7. Propriétés chimiques

En raison de la multitude de propriétés intrinsèques des différentes couches qui composent les roches de schiste bitumineux, il est presque impossible à première vue de détecter leurs limites floues ou d'établir l'ordre de leur superposition dans la roche. Les analyses chromatographiques [1] ont abouti à la classification des couches par ordre croissant de leur teneur en MO (tableau III-5). La couche T se classe après les couches M, X et Y .

Tableau. III- 5: Classification des couches en fonction de la teneur en Matière Organique [1, 22].

<i>Les couches</i>	<i>M</i>	<i>X</i>	<i>Y</i>
<i>Matière organique (%)</i>	15,5	18,5	21,6

Les analyses des couches Y et M ont montré que dans la matière organique (MO) le pourcentage de SiO_2 est 32.3% pour la couche Y et 31.9% pour la couche M ; celui de CaO est de 39,2% pour Y et 41,4% de M ; celui de Al_2O_3 est de 7,9% de Y et 7,6% de M et pour Fe_2O_3 : 3,4% couche Y et 2,2% pour la couche M [130,131]. Cela montre que la couche Y contient plus de matière organique que la couche M , à l'exception de la molécule de .

I.8. Propriétés Pétro-physiques

I.8.1. Caractérisation du réseau poreux par la Porosité d'injection de Mercure

La mesure de la porosité par injection de mercure nous permet d'avoir des informations sur l'architecture du réseau poreux connecté des matériaux. À travers cette étude, nous pouvons déterminer les différentes classes de pores ou de seuils d'accès [55, 132], ainsi que la détermination des porosités totales, libres et piégées.

les caractéristiques du réseau poreux, le volume, la taille et la connectivité des formes contribuent largement aux propriétés du réservoir [133-139].

La connaissance des répartitions de la taille des pores est indispensable pour un meilleur contrôle des phénomènes de transport et de transfert ayant lieu au sein des milieux poreux [140]. Dans le présent travail, nous présenterons les résultats des faciès schisteux les plus caractéristiques sur le plan pétrolier, qui seront illustrés dans des graphiques de corrélation et dans les tableaux. L'ordre de classement des échantillons sur les graphiques est basé sur le classement des couches des schistes bitumineux *M, X et Y*.

En se basant sur la classification de la référence [141] (Fig. III-62), nous remarquons que la totalité des microfaciès montrent la présence des micropores (Tableau. III-6).

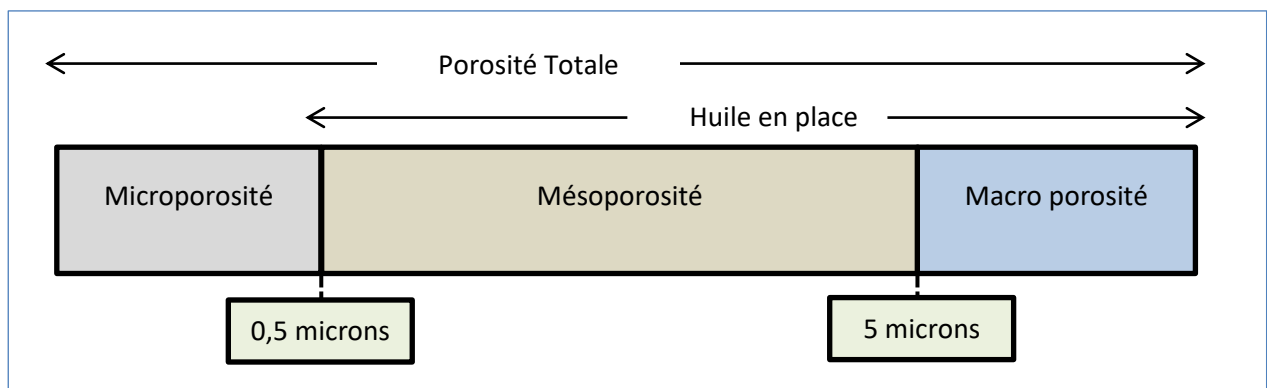


Figure. III- 62: Classification des pores [146]

Les Figures III-63 ; III-64 ; III-65 montrent l'évolution des diamètres des seuils d'accès en fonction de la porosité totale, nous remarquons que :

- Pour la couche « M », la porosité total (PT : 10.29%) et la porosité piégée (PP : 7.4%) sont relativement élevées par rapport à la porosité libre (PL : 89) dans tous les faciès.
- Pour la couche « X », la porosité total (PT : 11.94%) et la porosité piégée (PP : 7.65%) sont relativement élevées par rapport à la porosité libre (PL : 4.29).
- Pour la couche « Y », la porosité total (PT : 13.83%) et la porosité piégée (PP : 8.85%) sont relativement élevées par rapport à la porosité libre (PL : 4.98).

I. 8. 2. Les faciès des schistes bitumineux de la couche M

Le diamètre moyen des pores, ou seuils d'accès (d_m), est le point d'inflexion de la première courbe d'injection. Il est défini comme le seuil de percolation [132]. Le diamètre moyen des faciès qui appartient à la couche M est de l'ordre de $0,01\mu\text{m}$ (Fig. III-63). Les diamètres du début et de la fin d'injection ont été déterminés à partir des graphiques présentés dans la figure III-64 (respectivement d_1 et d_2). À partir des diamètres, nous avons pu déterminer l'étalement ou la distribution de la porosité (E_p).

Pour les faciès schisteux de la couche M, les courbes d'injection (Fig. III-63) montrent une porosité distribuée pour les seuils d'accès variant entre $0,05$ et $46,9\mu\text{m}$ définissant ainsi des micropores [141] et montrant un étalement de l'ordre de $34,4\mu\text{m}$. La porosité est contrôlée par des seuils d'accès (les diamètres moyens : d_m) autour de $0.01\mu\text{m}$.

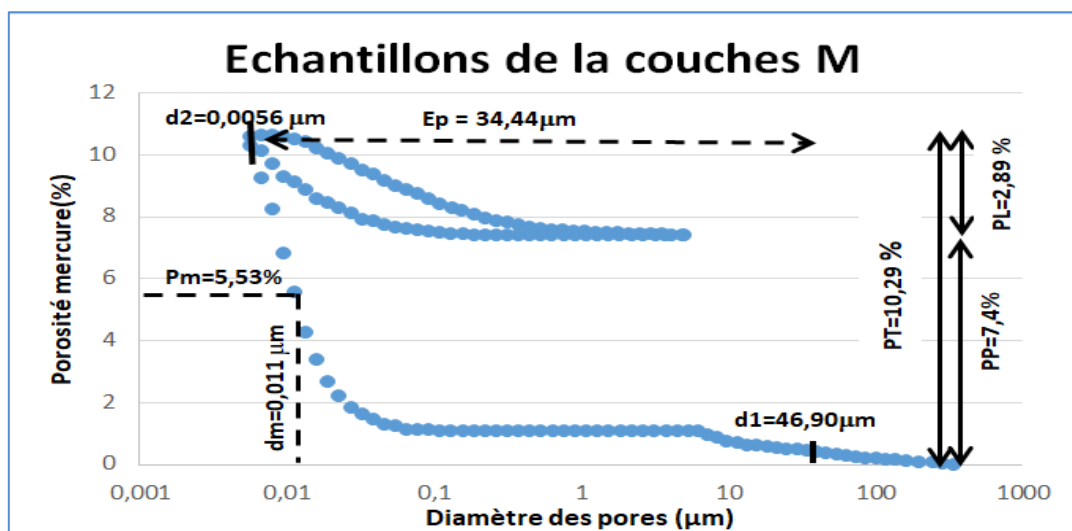


Figure. III- 63: Caractérisation du réseau poreux des faciès des schistes bitumineux couche M

Avec d_1 : Diamètre du début d'injection ; d_2 : Diamètre de la fin d'injection ; d_m : Diamètre moyen ; PT : Porosité Totale ; PL : Porosité Libre ; P_m : Porosité moyenne ; E_p : Etalement de la porosité

I. 8. 3. Les faciès des schistes bitumineux de la couche X.

Les seuils d'accès moyens (d_m) des faciès de la couche X des schistes bitumineux est $0,013\mu m$ (Fig. III-64). En se basant sur les résultats obtenus par injection de mercure (Fig. III-65), nous remarquons que la porosité totale est contrôlée par des seuils d'accès variant entre $0,05$ et $1,09\mu m$ et par un seuil de percolation (d_m) de l'ordre de $0,01\mu m$. Ces valeurs montrent que les pores des schistes bitumineux de la couche X correspondent à des micropores [141] avec un faible étalement de la porosité (E_p) de l'ordre de $1,08\mu m$.

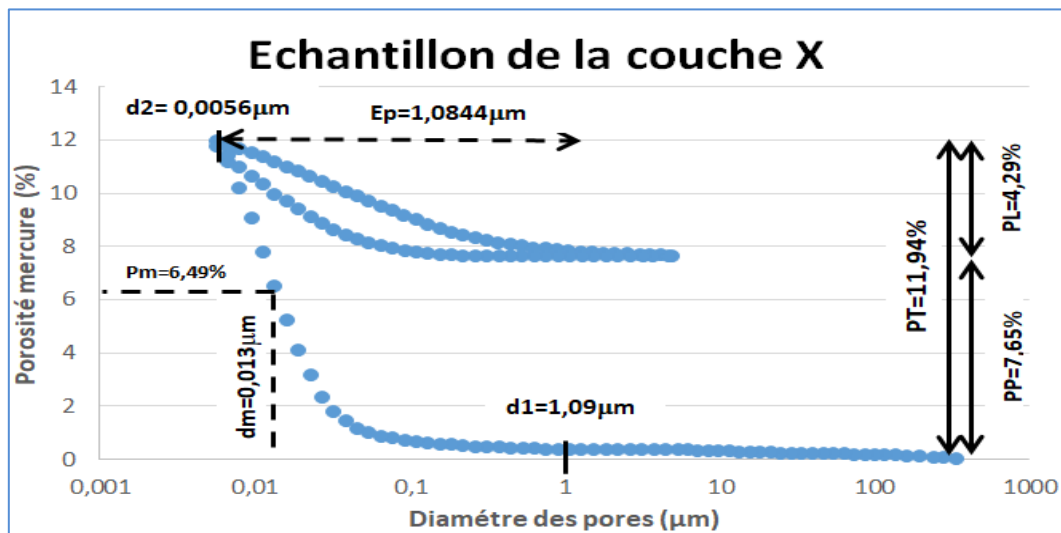


Figure. III- 64: Caractérisation du réseau poreux des faciès des schistes bitumineux couche X

Avec d_1 : Diamètre du début d'injection ; d_2 : Diamètre de la fin d'injection ; d_m : Diamètre moyen ; PT : Porosité Totale ; PL : Porosité Libre ; P_m : Porosité moyenne ; E_p : Etalement de la porosité

I. 8. 4. Les faciès des schistes bitumineux de la couche Y.

Les seuils d'accès moyens (d_m) des faciès de la couche Y des schistes bitumineux est de $0,023\mu m$ (Fig. III-65). La courbe d'injection de mercure (Fig. III-65) montre une porosité distribuée pour des seuils d'accès variant entre $0,056$ et $87,094\mu m$, et une porosité contrôlée pour des seuils de percolation autour de $0,023\mu m$ (le diamètre d'accès moyen définissant ainsi des pores de type micropores, avec un large étalement de la porosité de l'ordre de $E_p = 87,088\mu m$). Les résultats obtenus par injection de mercure sont représentés sur la figure (III-65) pour les différents échantillons.

Il est important de souligner que les courbes en échelle logarithmique, représentent le volume cumulé de mercure injecté en fonction de la distribution des rayons d'accès des pores.

Nous précisons également que ces analyses ne fournissent pas directement la taille des pores, mais celle de leurs accès [55,142-145]. Afin d'appréhender ces paramètres, des tests de saturation par injection de mercure ont été effectués sur certains échantillons des schistes bitumineux.

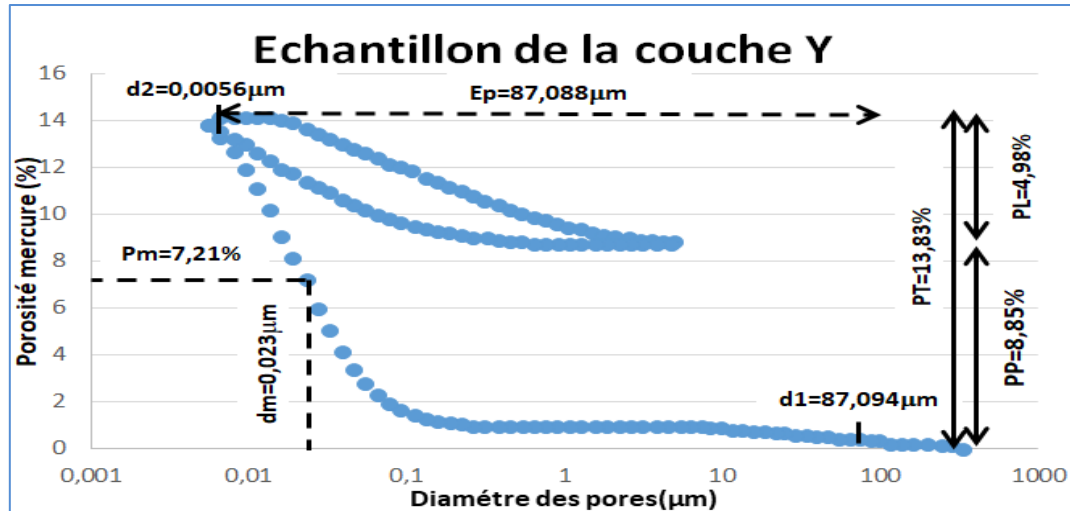


Figure. III- 65: Caractérisation du réseau poreux des faciès des schistes bitumineux couche Y.

Avec d_l : Diamètre du début d'injection ; d_2 : Diamètre de la fin d'injection ; d_m : Diamètre moyen ; PT : Porosité Totale ; PL : Porosité Libre ; P_m : Porosité moyenne ; E_p : Etalement de la porosité

D'après les graphiques illustrés dans les figures III-63, III-64, III-65 qui montrent l'évolution des diamètres des seuils d'accès en fonction de la porosité totale, nous remarquons que la porosité piégée (PP) est relativement élevée par rapport à la porosité libre (PL) dans les trois couches. Nous remarquons que l'étalement de la distribution des pores diminue lorsque l'homogénéité de la granulométrie des sédiments augmente.

I. 8. 5. Synthèse sur les caractéristiques du réseau poreux des faciès des schistes bitumineux pour les trois couches M, X et Y.

Les analyses de la porosité par injection de mercure effectuées sur plusieurs faciès des schistes bitumineux ont permis de définir plusieurs types de pores au sein de ces derniers avec diamètres des seuils d'accès correspondant à des micropores. Les diamètres des seuils d'accès moyens (les seuils de percolation) sont compris $0,011\mu m$ pour les faciès de la couche M, $0,013\mu m$ pour la couche X et $0,023\mu m$ pour les faciès de la couches Y.

D'une manière générale, les pores percolant ont des tailles et des formes différentes qui évoluent le long de l'écoulement. À travers ces évolutions, on peut définir une distribution de taille des pores percolant. D'après les échantillons étudiés et en basant sur les travaux

antérieurs et déjà publiés [55], nous pouvons constater que lorsque le faciès est bien classé et homogène, la distribution des seuils d'accès (étalement de la porosité : E_p) est faible et inversement, cette distribution est importante si le faciès est hétérogène [55].

Pour les schistes bitumineux qui appartiennent aux trois couches *M, X et Y*, nous remarquons que la porosité piégée est partiellement élevée par rapport à la porosité libre, ceci montre qu'il y a une forte hétérogénéité dans les formes de la porosité pouvant être liée à l'hétérogénéité de la granulométrie (mauvais classement) des faciès [55]. En effet, la porosité piégée correspond à la porosité qui reste occupée par le fluide non mouillant (le mercure) lors d'une absorption. L'importance et surtout la localisation de ces pores piégés peuvent être expliquées par les irrégularités géométriques du milieu poreux. Ce sont les pièges qui correspondent à des évasements mal interconnectés ou non impliqués dans les propriétés du transfert [55].

Tableau. III- 6: Résultats de la porosité par injection de Mercure

<i>Couche</i>	<i>PT (%)</i>	<i>PP (%)</i>	<i>PL (%)</i>	<i>d₁ (μm)</i>	<i>d₂ (μm)</i>	<i>E_p (μm)</i>	<i>d_m (μm)</i>
<i>M</i>	10,29	7,4	2,89	46,90	0,0056	34,44	0,011
<i>X</i>	11,94	7,65	4,29	1,09	0,0056	1,0844	0,013
<i>Y</i>	13,83	8,85	4,98	87,094	0,0056	87,088	0,023

I. 8.6. Relation entre la Perméabilité/ Porosité

Les relations porosité/perméabilité et porosité/surface spécifique ne sont pas des relations simples, en effet, outre le volume, elles font intervenir notamment, la taille, la forme, et la connectivité. Ainsi, pour essayer d'établir ces relations, les échantillons ont été regroupés en utilisant les critères géométriques définis à partir de l'injection de mercure ; puis, à partir des groupes identifiés, les relations entre porosité, perméabilité et la Matière Organique ont pu être analysées.

Le tableau III-7 résume les résultats obtenus de la perméabilité, de la porosité et de la matière organique pour les trois couches *M, X et Y*.

Tableau. III- 7: Résultats de la porosité par injection de mercure et Perméabilité

<i>Couche</i>	<i>Matière Organique (%)</i>	<i>Porosité par Mercure(%)</i>	<i>Perméabilité (mD)</i>
<i>M</i>	15,5	10 .29	$8,41.10^{-2}$
<i>X</i>	18,5	11.94	-
<i>Y</i>	21,6	13.83	$1,6736.10^{-2}$

En ce qui concerne la perméabilité de la couche *X*, nous avons constaté que l'échantillon est imperméable car aucun débit n'a été observé sous différentes pression alors probablement a cause de volume élémentaire représentatif(VER). Par contre pour les échantillons *M et Y*, nous avons constaté des débits dont les perméabilités sont $8,41.10^{-2} mD$ et $1,6736.10^{-2} mD$.

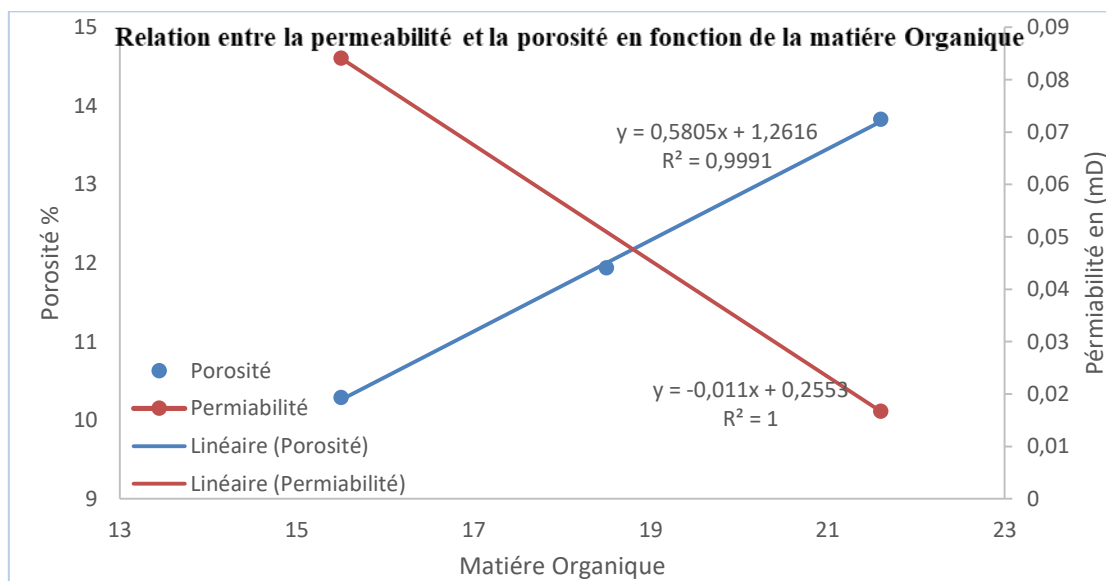


Figure. III- 66: Relation entre la perméabilité et la porosité en teneur de la matière organique

Les résultats obtenus montrent que la perméabilité des couches *M et Y* est décroissante avec l'augmentation de la matière organique contrairement à la porosité par injection de mercure qui est proportionnelle à l'augmentation des matières organiques. Nous avons utilisé les équations et les coefficients de détermination R^2 , pour mesurer la qualité de la prédiction d'une régression linéaire telle que :

$$y_n = 0,5805x + 1,2616 ; \text{ avec un coefficient } R^2 = 0,991 \quad [I. 2]$$

$$y_k = -0,011x + 0,2366 ; \text{ avec un coefficient } R^2 = 0,5631 \quad [I. 3]$$

D'après les valeurs données par le tableau III-10, le classement de la porosité $n\%$ et de la perméabilité k est le suivant :

$$n\%(couche M) < n\%(couche X) < n\%(couche Y)$$

$$k(couche Y) < k(couche M)$$

Ce classement montre que la perméabilité diminue sensiblement avec la *MO* sans oublier que la couche *X* ne donne pas de débit (figure III-66).

La relation entre les variations de porosité et les variations de perméabilité n'est pas simple à établir, et l'augmentation de porosité ne correspond pas systématiquement à une augmentation de perméabilité. De façon générale, si le développement du volume poreux se traduisait par une augmentation homogène des diamètres des pores et de leurs seuils d'accès dans tout le système, la perméabilité du matériau et sa capacité de stockage s'en trouverait améliorées [52]. D'un autre côté, si l'augmentation de porosité correspondait à la seule augmentation du diamètre des pores (diamètre d'accès constant), l'impact sur la perméabilité serait limité : c'est uniquement la capacité de stockage, et par conséquent le volume poreux mesuré par injection de mercure qui varierait.

D'une manière générale, la perméabilité décroît avec l'augmentation progressive de la porosité. Et comme la porosimétrie par injection de mercure montre une augmentation des diamètres d'accès depuis la couche *M* jusqu'à la couche *Y* ; on peut en conclure que la tortuosité influe sur les propriétés de transport du milieu [52].

I.9 Propriétés Acoustiques

Le protocole expérimental réalisé au sein du Laboratoire pétro-physique en France et qui est basé sur l'utilisation de la méthode d'essai ultrasons UTM : « Proceq Pundit Lab » décrit ci-dessus, nous a permis de déterminer les propriétés acoustiques telles que la vitesse *des ondes P* (V_p) et la vitesse des ondes *S* (V_s) et leurs rapports $\frac{V_p}{V_s}$ pour les trois couches *M*, *X* et *Y*. Les résultats obtenus après traitement de cinq échantillons sont donnés en moyenne et sont présentés dans le tableau (III-8) ci-dessous.

Tableau. III- 8: Propriétés acoustiques des couches *M*, *X* et *Y*.

<i>Les couches</i>	<i>Vitesse du Compression</i> V_p (m. s ⁻¹)	<i>Vitesse du cisaillement</i> V_s (m. s ⁻¹)	<i>Le rapport</i> V_p/V_s
<i>M</i>	1733 ± 33	918 ± 29	1,89 ± 0,10
<i>X</i>	1364 ± 20	788 ± 12	1,73 ± 0,05
<i>Y</i>	986 ± 13	653 ± 6	1,51 ± 0,03

I. 9.1 Variations des vitesses des ondes sismiques en fonction de la teneur en MO

La figure III- 67, qui représente les variations des vitesses V_P et V_S en fonction de la teneur en matière organique des couches , X et Y , confirme qu'en passant de la couche M à la couche Y , les vitesses V_P et V_S diminuent. La pente de diminution des valeurs de V_P est plus importante que celle des valeurs de V_S .

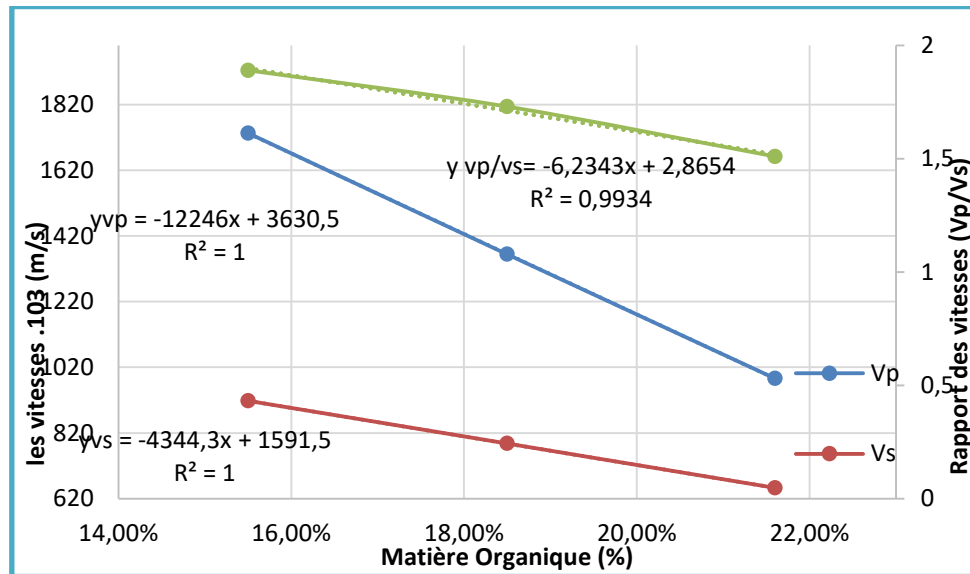


Figure. III- 67: Vitesses V_P , V_S et V_P/V_S en fonction de la teneur en matière organique des couches

De plus, bien que les résultats obtenus montrent que, pour une couche donnée, la vitesse de compression (onde P) est toujours supérieure à celle du cisaillement (onde S), les différences entre les vitesses de l'onde P en passant d'une couche à l'autre ne sont pas les mêmes que pour l'onde S. Nous avons utilisé les équations et les coefficients de détermination R^2 , pour mesurer la qualité de la prédiction d'une régression linéaire telle que :

$$y_{VP} = -12246x + 3630,5, \text{ (Coefficient de corrélation } R^2 = 1), \quad [I. 4]$$

$$y_{VS} = -4344,3x + 1591,5, \text{ (Coefficient de corrélation } R^2 = 1), \quad [I. 5]$$

$$y_{\left(\frac{V_P}{V_S}\right)} = -6,2343x + 2,865, \text{ (Coefficient de corrélation } R^2 = 0,993). \quad [I. 6]$$

Il nous semble donc que le rapport des vitesses $\frac{V_P}{V_S}$, qui est un facteur adimensionnel, pourrait être plus déterminant comme paramètre de prédiction de la teneur en MO des couches plutôt que les vitesses V_P et V_S , considérées séparément. En effet, dans les vitesses V_P et V_S sont contenues les variations d'origine acoustique (liées aux modules K et μ) mais aussi celles

d'origine minérale (liées à la densité ρ de la couche). Le rapport $\frac{V_P}{V_S}$ élimine les variations d'origine minérale et reflète mieux que V_P et / ou V_S le caractère acoustique de la couche. D'après les valeurs données par le tableau III-8, le classement des rapports $\frac{V_P}{V_S}$ sont les suivants :

$$\frac{V_P}{V_S}(\text{couche } M) > \frac{V_P}{V_S}(\text{couche } X) > \frac{V_P}{V_S}(\text{couche } Y).$$

Ce classement montre que le rapport $\frac{V_P}{V_S}$ diminue sensiblement avec la MO et un coefficient de détermination $R^2 = 0,993$ (voir figure III- 67). Le rapport $\frac{V_P}{V_S}$ peut donc être utilisé comme indicateur de la teneur en matière organique contenue dans les couches.

I. 10. Relation entre le rapport $\frac{V_P}{V_S}$ et la porosité

Le tableau III-9 résume les résultats du rapport de vitesse $\frac{V_P}{V_S}$ et de la porosité en fonction de la matière organique pour les trois couches M, X et Y .

Tableau. III- 9: Propriétés physiques des couches M, X et Y

<i>Les couches</i>	<i>Porosité par Mercure (%)</i>	<i>Rapport de la vitesse ($\frac{V_P}{V_S}$)</i>
<i>M</i>	10,29 ± 0,1	1,89 ± 0,10
<i>X</i>	11,94 ± 0,1	1,73 ± 0,05
<i>Y</i>	13,83 ± 0,1	1,51 ± 0,03

Les résultats de la porosité obtenus montrent que les valeurs les plus élevées correspondent à la couche Y , alors que les valeurs les plus basses sont obtenues pour la couche M . Les valeurs obtenues pour la couche X sont intermédiaires. D'autre part, le rapport des vitesses de propagation $\frac{V_P}{V_S}$ donne des valeurs élevées pour la couche M et des faibles valeurs obtenues pour la couche Y tandis que les valeurs de la couche X reste toujours intermédiaire.

I. 10.1 Relation entre le rapport $\frac{V_P}{V_S}$ et la Porosité en fonction de la teneur en MO

La figure III-68 montre le rapport de vitesse et les variations de porosité en fonction de la teneur en matière organique des couches M, X et Y .

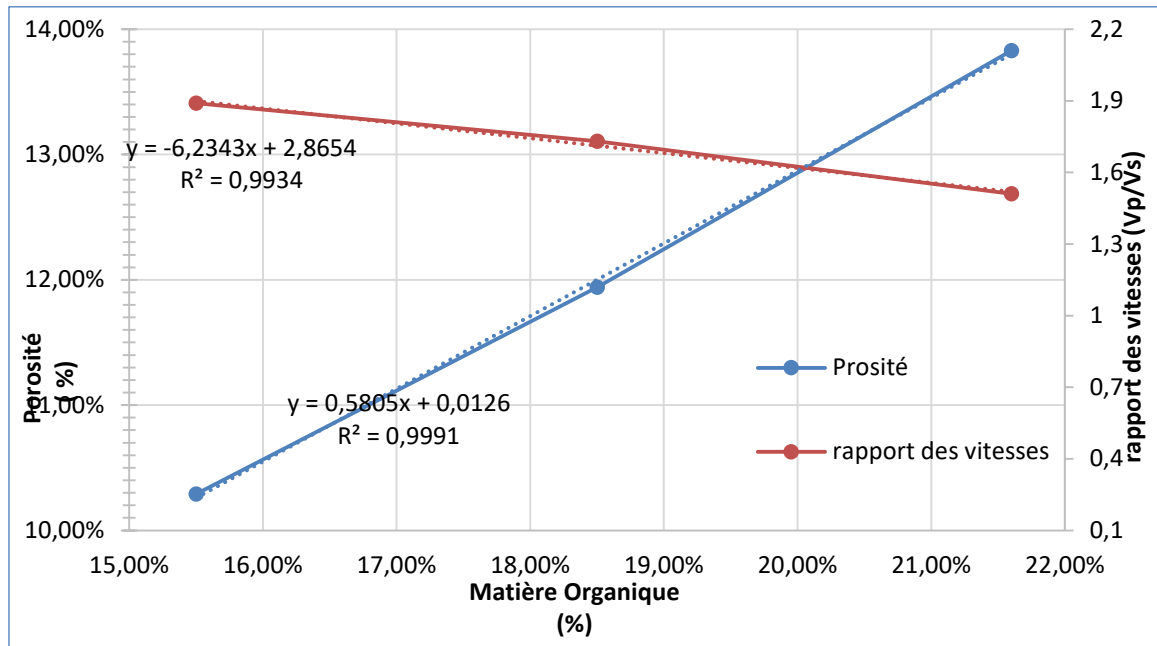


Figure. III- 68: Variation la porosité et du rapport des vitesses en fonction de la matière organiques

On remarque sur la figure III-68 qu'en passant de la couche M à la couche Y, le rapport des vitesses $\frac{V_p}{V_s}$ diminue tandis la porosité augmente.

Les équations et les coefficients de détermination R^2 ; pour le rapport des vitesses $\frac{V_p}{V_s}$ est le suivant:

$$y(v_p/v_s) = -6,2343x + 2,865, \quad \text{avec un coefficient} \quad R^2 = 0,993 \quad [\text{I. 4}]$$

La porosité augmente avec la teneur en matière organique selon l'équation suivante :

$$y(\text{porosité}) = +0,5805x + 0,0126, \quad \text{avec un coefficient} \quad R^2 = 0,999 \quad [\text{I. 5}]$$

On peut observer qu'il existe une relation linéaire entre le rapport des vitesses $\frac{V_p}{V_s}$ et la porosité avec une corrélation pour les trois couches M, X et Y du schiste bitumineux en fonction de la matière organique.

I.11. Propriétés Thermo-physiques

I. 11.1 Étude Des Propriétés Thermiques à Température ambiante

La détermination des propriétés thermo-physiques, en utilisant la méthode Scanner (TCS) réalisée au Laboratoire pétro-physique à l'Université de Lorraine en France, pour les

trois couches des schistes bitumineux de la région du TIMAHDIT, Les résultats obtenus après traitement de cinq échantillons sont regroupés sur le tableau (III-10).

Tableau. III- 10: Propriétés thermiques des couches M, X et Y

<i>Les couches</i>	<i>Conductivités λ (W. m⁻¹ K⁻¹)</i>	<i>Diffusivités D (m² .s⁻¹)</i>
<i>M</i>	<i>0,84 ± 0,08</i>	<i>0,41 ± 0,04</i>
<i>X</i>	<i>0,82 ± 0,08</i>	<i>0,45 ± 0,04</i>
<i>Y</i>	<i>0,82 ± 0,08</i>	<i>0,46 ± 0,04</i>

On remarque sur ce tableau que la conductivité thermique ainsi que la diffusivité thermique sont identiques pour les couches *X* et *Y*.

I. 11.2. Relation entre les paramètres sismiques et thermo-physiques

Cette partie vise à mieux comprendre la réponse des paramètres pétro-physiques (vitesse de l'onde P, vitesse de l'onde S, conductivité thermique, Diffusivité thermique, Porosité, Perméabilité) appliqués aux échantillons étudiés.

Ces paramètres montrent des relations directes et indirectes qui nous permettent une meilleure compréhension des caractères réservoir des éléments carbonatés du Crétacé supérieur de la région de TIMAHDIT [61].

Le tableau III-11 résume les résultats des mesures des paramètres thermiques λ et D et les paramètres acoustiques V_p , V_s et $\frac{V_p}{V_s}$.

Tableau. III- 11: Propriétés thermiques et acoustiques des couches M, X et Y

<i>Les couches</i>	<i>Conductivités λ (W. m⁻¹ K⁻¹)</i>	<i>Diffusivités D (m² s⁻¹)</i>	<i>Vitesses du Compression V_p (m. s⁻¹)</i>	<i>Vitesses du cisaillement V_s (m. s⁻¹)</i>	<i>Le rapport V_p/V_s</i>
<i>M</i>	<i>0,84 ± 0,08</i>	<i>0,41 ± 0,04</i>	<i>1733 ± 33</i>	<i>918 ± 29</i>	<i>1,89 ± 0,10</i>
<i>X</i>	<i>0,82 ± 0,08</i>	<i>0,45 ± 0,04</i>	<i>1364 ± 20</i>	<i>788 ± 12</i>	<i>1,73 ± 0,05</i>
<i>Y</i>	<i>0,82 ± 0,08</i>	<i>0,46 ± 0,04</i>	<i>986 ± 13</i>	<i>653 ± 6</i>	<i>1,51 ± 0,03</i>

L'analyse des résultats obtenus confirme la pertinence de nos mesures en ce qui concerne les stabilités de la conductivité thermique λ et de la diffusivité thermique D qui, compte tenu des imprécisions de mesure, sont restées sensiblement constantes quelle que soit la couche étudiée. En effet, les résultats des études sur la teneur en CaO et SiO_2 des schistes

bitumineux de TIMAHDIT ont montré que le rapport $\frac{C_{aO}}{SiO_2}$ diminue de 1,29 pour la couche *M* à 1,21 pour la couche *Y* [130, 131]. Ceci est conforme avec les résultats obtenus par d'autres chercheurs qui ont montré que lorsque le rapport $\frac{C_{aO}}{SiO_2}$ augmente, la conductivité thermique et la diffusivité présentent des valeurs plus stables.

D'après les résultats que nous avons obtenus par mesure des paramètres thermiques, il apparait que les deux paramètres λ et D ne peuvent pas être utilisés comme indicateurs de la teneur en Matière Organique (*MO*).

Concernant les paramètres acoustiques V_p et V_s , les résultats obtenus montrent que les valeurs les plus élevées correspondent à la couche *M*, tandis que les valeurs les plus faibles sont obtenues pour la couche *Y*, les valeurs obtenues pour la couche *X* sont intermédiaires. Ceci nous amène à classer les vitesses d'onde P et S des couches respectivement comme suit :

$$V_p(\text{couche } M) > V_p(\text{couche } X) > V_p(\text{couche } Y)$$

et :

$$V_s(\text{couche } M) > V_s(\text{couche } X) > V_s(\text{couche } Y)$$

I.12. Étude Des Propriétés Thermiques à Température Variable

Nous présenterons les résultats expérimentaux de l'étude des propriétés thermiques relatives aux trois couches des schistes bitumineux : *X, Y et M* sous l'effet de la variation de la température.

Les propriétés thermiques intrinsèques du matériau étudiées dans ce travail sont : la conductivité thermique, la capacité thermique, la diffusivité thermique et l'effusivité thermique. Les mesures sont réalisées en régime transitoire, notamment sur la conductivité thermique et la capacité thermique massique, à l'aide d'un dispositif expérimental appelé CT-METRE. Ce dernier est relié à un ordinateur afin d'acquérir les points de mesure à différentes températures.

I.12.1. Relation entre la masse volumique et la Matière Organique (*MO*)

En raison des multitudes propriétés intrinsèques des différentes couches qui composent les schistes bitumineux, il est pratiquement difficile de détecter l'ordre de superposition des différentes couches dans la roche. Des analyses par chromatographie ont permis de confirmer que le taux de la matière organique (*MO*) est plus élevé dans la couche *Y* que dans les couches *M* et *X* [147,148].

Plusieurs études effectuées ont montré qu'on peut classer les couches par ordre croissant vis-à-vis de la teneur en MO et décroissant vis-à-vis de la masse volumique. (Tableau III-12). [123, 148, 149].

Les mesures de la masse volumique relative aux trois couches *M, X et Y* des schistes bitumineux de la région de TIMAHDIT ont été réalisées à température ambiante. Les résultats sont regroupés dans le Tableau III-12.

Tableau. III- 12: Classement des couches en fonction de la teneur en matière organique et de la masse volumique [100].

<i>Layer</i>	<i>M</i>	<i>X</i>	<i>Y</i>
<i>Matière Organique (%)</i>	15,5	18,5	21,6
<i>Masse Volumique ρ (kg /m3)</i>	2115	1911	1756

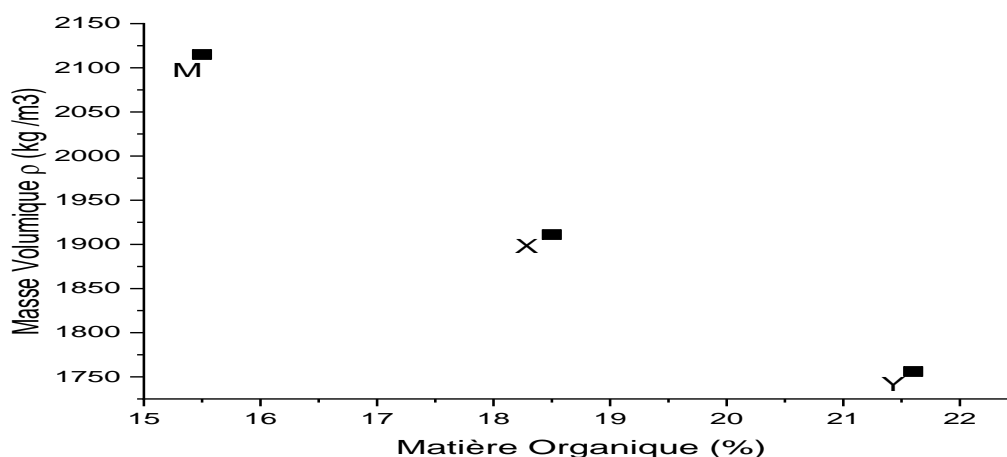


Figure. III- 69: Variation de la Masse volumique en fonction de la Matière Organique à trois couches des schistes bitumineux : X, Y et M

La figure III-69 illustre la variation de la masse volumique en fonction de la teneur de la matière organique. Sur cette figure, on constate que la masse volumique ρ décroît lorsque la matière organique croît. Il existe donc une corrélation négative entre la masse volumique et la matière organique. Cette variation signifie que l'augmentation de la compacité des couches supérieures par rapport à la profondeur de chaque couche [150].

I. 12. 2. Étude des propriétés thermo-physiques des couches de schistes

Dans les résultats qui suivent, nous allons présenter les mesures des propriétés thermo-physiques λ , D , E et C relatives aux trois couches *M, X et Y* à l'état sec pour les températures 20°C, 30°C, 40°C, 50°C et 60°C, selon les protocoles expérimentaux donnés plus haut.

Pour chaque paramètre thermo-physique, nous avons effectué les mesures sur cinq échantillons prélevés aléatoirement de la roche bitumineuse, puis nous avons calculé leur valeur moyenne.

I.12. 2.1. Conductivité thermique

Nous avons étudié la variation de la conductivité thermique des trois couches de schistes en fonction de la température pour les valeurs : 20°,30°,40°,50°,60°C. Ces résultats obtenus sont résumés dans le tableau III-13 ci-dessus et représentés dans la figure III-70.

Tableau. III- 13: la conductivité thermique en fonction de la température [100]

$\lambda_{(W/m.K)}/T(^{\circ}C)$	20°	30°	40°	50°	60°
$\lambda_{(M)}$	0,755 ± 0,037	0,725 ± 0,036	0,69 ± 0,034	0,695 ± 0,034	0,671 ± 0,033
$\lambda_{(X)}$	0,735 ± 0,036	0,693 ± 0,034	0,671 ± 0,033	0,665 ± 0,033	0,62 ± 0,031
$\lambda_{(Y)}$	0,699 ± 0,034	0,656 ± 0,032	0,597 ± 0,029	0,579 ± 0,028	0,56 ± 0,028

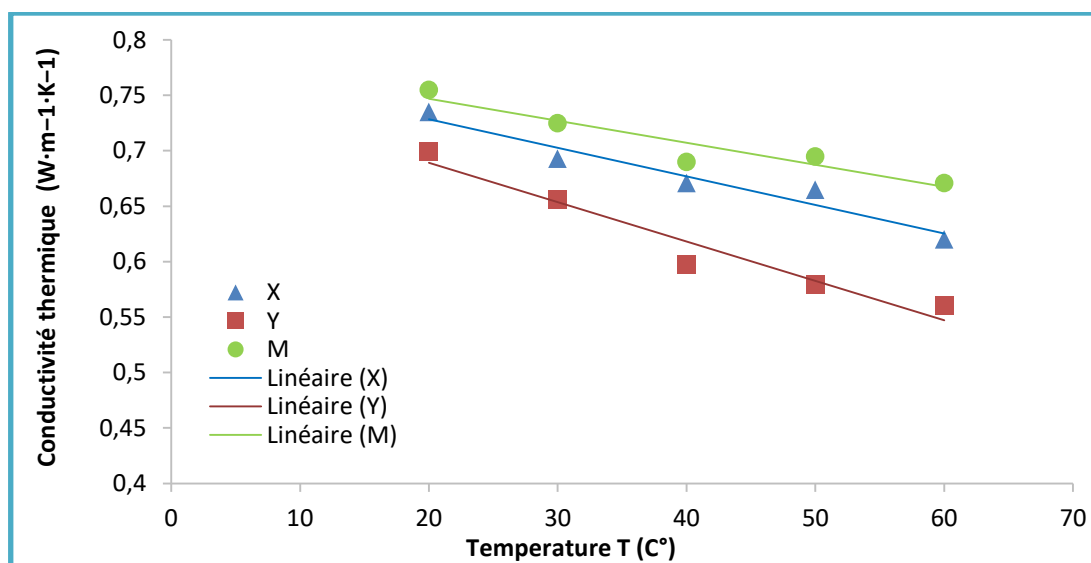


Figure. III- 70: Variation de la conductivité thermique en fonction de la température pour les trois couches des schistes bitumineux : X, Y et M

La figure III-70 illustre la variation de la conductivité thermique λ , en fonction de la température pour les couches de schistes bitumineux étudiées. Nous remarquons que la conductivité thermique diminue en fonction de la température pour les trois couches. Nous avons constaté également que les valeurs de la conductivité thermique λ de la couche *M* sont supérieures à celles des autres couches *X* et *Y*, suivant l'ordre :

$$\lambda_{(Y)} < \lambda_{(X)} < \lambda_{(M)}$$

On peut conclure que la masse volumique et la conductivité thermique varient dans le même sens lorsque le taux de la matière organique varie, ce qui explique l'influence de la Matière Organique sur les paramètres physiques.

Nous avons utilisé la régression linéaire pour déterminer les équations de la variation de la conductivité λ en fonction de la température pour chaque type des 3 couches avec les coefficients de corrélation R^2 :

$$y_{(Y)} = -0,0038x + 0,7755, \text{ avec un coefficient } R^2 = 0,905 \quad [\text{I.9}]$$

$$y_{(X)} = -0,0028x + 0,7913, \text{ avec un coefficient } R^2 = 0,9065 \quad [\text{I. 10}]$$

$$y_{(M)} = -0,0021x + 0,7942, \text{ avec un coefficient } R^2 = 0,8484 \quad [\text{I. 11}]$$

I.12. 2.2. Capacité thermique massique (chaleur spécifique)

La capacité thermique spécifique est un élément important permettant de caractériser les propriétés thermiques des matériaux (anciennement appelée chaleur massique ou chaleur spécifique). Cette grandeur représente la capacité du matériau à stocker la chaleur. La relation entre la capacité thermique massique et la capacité thermique volumique est :

$$c_m(\text{kJ/K.kg}) = \frac{c_v(\text{kJ/m}^3.\text{k})}{\rho(\text{kg/m}^3)}, \quad [\text{I. 12}]$$

avec :

- c_m : La capacité thermique massique ;
- c_v : La capacité thermique volumique ;
- ρ : La masse Volumique.

Sur le tableau III-14 nous avons représenté les résultats des mesures obtenus pour la capacité thermique volumique c_v en fonction de la température pour les trois couches des schistes bitumineux.

Tableau. III- 14: la capacité thermique Volumique en fonction de la température

$c_v(\text{kJ/K.m}^3)/T(^{\circ}\text{C})$	20°	30°	40°	50°	60°
$c_{v(M)}$	3295±164,75	3333±166,65	3428±171,4	3642±182,1	3726±186,3
$c_{v(X)}$	2939±146,95	2981±149,05	3158±157,9	3248±162,4	3311±165,55
$c_{v(Y)}$	2646±132,3	2700±135	2756±137,8	2802±140,1	2830±141,5

La figure III-71 montre la variation de capacité thermique volumique en fonction de la température des trois couches. Nous remarquons que la capacité thermique volumique

augmente lorsque la température augmente et ceci pour les trois couches M, X et Y . Nous constatons que la capacité thermique volumique c_v relative à la couche M est plus grande à celles des deux autres couches suivant le classement :

$$c_{v(M)} < c_{v(X)} < c_{v(Y)}$$

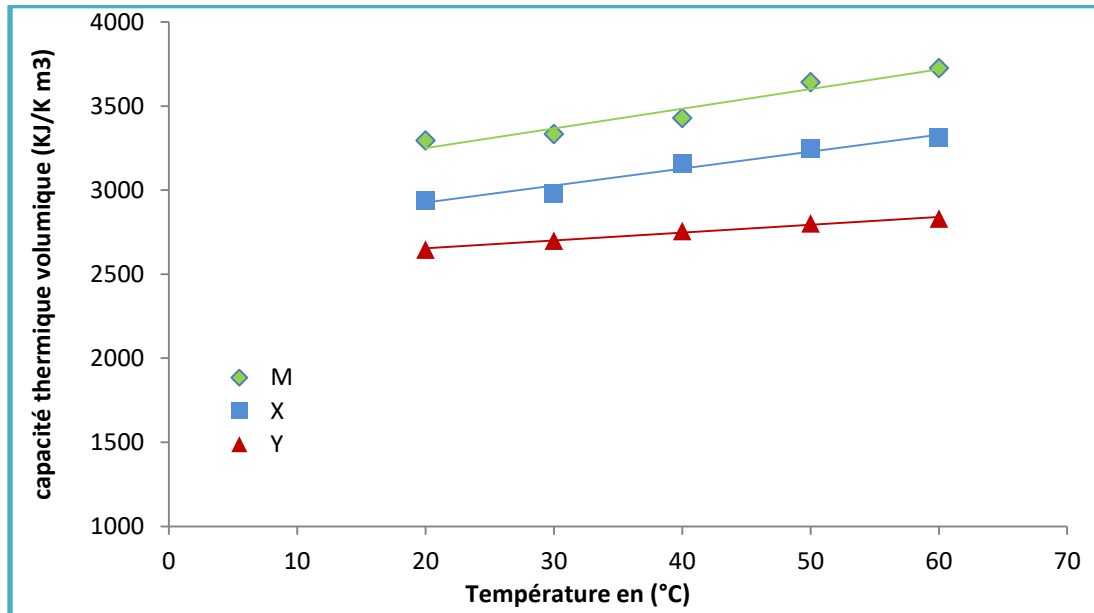


Figure. III- 71: Variation de la capacité thermique volumique en fonction de la température pour les trois couches des schistes bitumineux : X, Y et M

Nous avons déterminé les équations de corrélation de la variation de la capacité thermique volumique c_v en fonction de la température :

$$y_{(M)} = 11,71x + 3016,4 , \text{ avec un coefficient } R^2 = 0,944 \quad [\text{I. 13}]$$

$$y_{(X)} = 10,11x + 2723 , \text{ avec un coefficient } R^2 = 0,963 \quad [\text{I. 14}]$$

$$y_{(Y)} = 4,7x + 2558,8 , \text{ avec un coefficient } R^2 = 0,985 \quad [\text{I. 15}]$$

Sur le tableau III-15 nous avons représenté les résultats des mesures obtenus pour la capacité thermique massique c_m en fonction de la température pour les trois couches des schistes bitumineux.

Tableau. III- 15: la capacité thermique en fonction de la température [100]

$c_m(\text{J}/\text{K.kg})/T(^{\circ}\text{C})$	20°	30°	40°	50°	60°
$c_m(M)$	1558 ± 77,9	1576 ± 78,8	1621 ± 81,05	1722 ± 86,1	1762 ± 88,1
$c_m(X)$	1538 ± 76,9	1560 ± 78	1653 ± 82,65	1700 ± 85	1733 ± 86,65
$c_m(Y)$	1507 ± 75,9	1538 ± 76,9	1570 ± 78,5	1596 ± 79,8	1612 ± 80,6

La figure III-72 montre la variation de capacité thermique massique en fonction de la température des trois couches. Nous remarquons que la capacité thermique massique augmente lorsque la température augmente et ceci pour les trois couches *M*, *X* et *Y*. Nous constatons que la capacité thermique massique c_m relative à la couche *M* est plus grande à celles des deux autres couches suivant le classement :

$$c_{m(M)} < c_{m(X)} < c_{m(Y)}$$

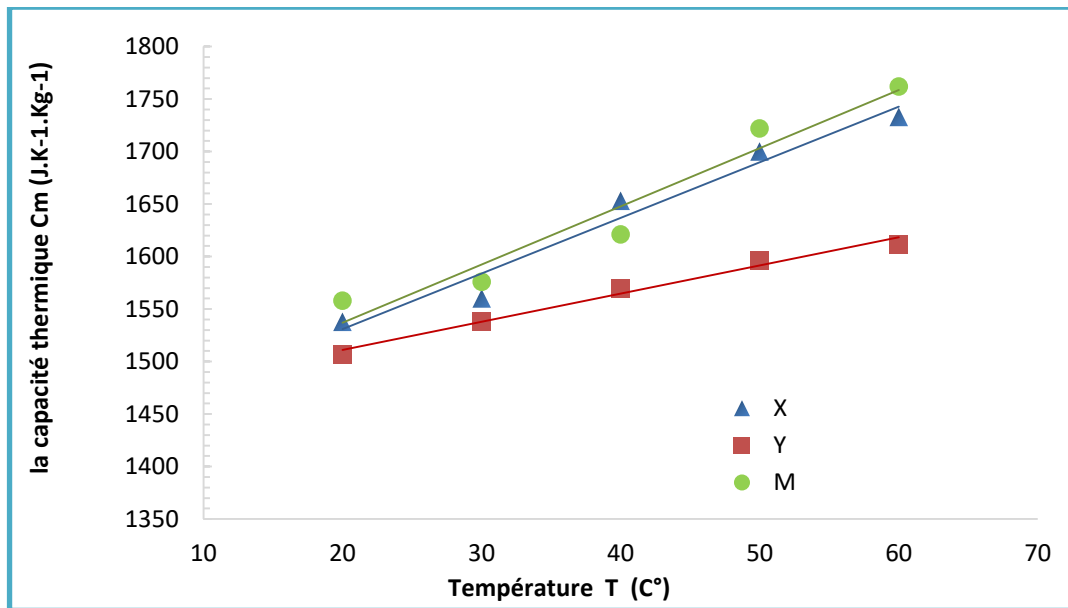


Figure. III- 72: Variation de la capacité thermique massique en fonction de la température pour les trois couches des schistes bitumineux : X, Y et M

Nous avons déterminés les équations de corrélation de la variation de la capacité thermique massique c_m en fonction de la température :

$$y_{(M)} = 6,20875 + 1393,3x, \text{ avec un coefficient } R^2 = 0,973 \quad [\text{I. 16}]$$

$$y_{(X)} = 5,861x + 1396,5, \text{ avec un coefficient } R^2 = 0,9656 \quad [\text{I. 17}]$$

$$y_{(Y)} = 2,9171x + 1445, \text{ avec un coefficient } R^2 = 0,9576 \quad [\text{I. 18}]$$

On peut en conclure que la capacité thermique massique de la couche *M* à accumuler de l'énergie thermique est beaucoup plus importante que les autres couches *X* et *Y*. Une augmentation de la température favorise une augmentation de la capacité thermique massique, ce qui signifie que le stockage d'énergie est plus important. La variation de la masse volumique ρ et de la capacité thermique massique c_m vari en sens inverse avec l'augmentation de la température.

I.12. 2.3. Diffusivité thermique

Nous avons déterminé la diffusivité thermique D à partir des résultats obtenus précédemment en utilisant l'équation suivante :

$$D = \frac{\lambda}{\rho \times c_m} \quad [I. 19]$$

Le tableau III-16, représente les variations de diffusivité thermique D avec le changement de température des couches M, X et Y .

Tableau. III- 16: Diffusivité thermique en fonction de la température [100]

$D_{(m^2s^{-1})} \cdot 10^{-07} / T(^{\circ}C)$	20°	30°	40°	50°	60°
$D_{(M)}$	2,291 ± 0,114	2,175 ± 0,108	2,012 ± 0,1	1,908 ± 0,095	1,800 ± 0,09
$D_{(X)}$	2,500 ± 0,125	2,324 ± 0,116	2,124 ± 0,106	2,046 ± 0,102	1,872 ± 0,093
$D_{(Y)}$	2,641 ± 0,132	2,428 ± 0,121	2,165 ± 0,108	2,065 ± 0,103	1,978 ± 0,098

La figure III-73 illustre l'évolution de D en fonction de la température pour les trois couches M, X et Y . Sur cette figure, on remarque que lorsque la température croît, les valeurs de la diffusivité décroissent, et ce pour les trois couches. On note aussi que les valeurs de la diffusivité thermique D relative à la couche Y sont plus importantes que celles des deux autres couches. Ceci est justifié par le fait que la vitesse de propagation de la chaleur dans la couche Y est plus rapide que dans les couches X et M .

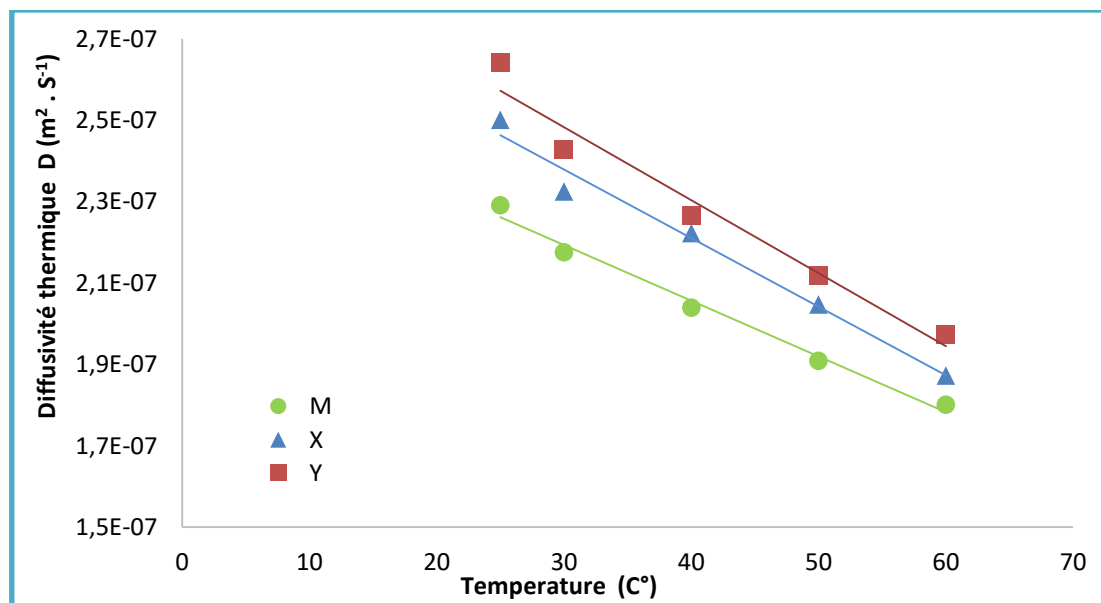


Figure. III- 73: Variation de la diffusivité thermique en fonction de la température pour les trois couches des schistes bitumineux : X, Y et M

Ainsi, on peut dresser le classement de la diffusivité des couches étudiées comme suit :

$$D_{(M)} < D_{(X)} < D_{(Y)}.$$

Nous avons déterminé aussi les équations de la régression linéaire avec les coefficients R^2 :

$$y_{(M)} = -1.10^{-9}x + 3.10^{-7} \quad , \quad \text{avec un coefficient } R^2 = 0,9875 \quad [\text{I. 20}]$$

$$y_{(X)} = -2.10^{-9}x + 3.10^{-7} \quad , \quad \text{avec un coefficient } R^2 = 0,9809 \quad [\text{I. 21}]$$

$$y_{(Y)} = -2.10^{-9}x + 3.10^{-7} \quad , \quad \text{avec un coefficient } R^2 = 0,9638 \quad [\text{I. 22}]$$

La masse volumique et la diffusivité thermique varient en sens inverse : c'est-à-dire lorsque la masse volumique augmente, la diffusivité diminue et ceux pour les trois couches.

I.12. 2.4. Effusivité thermique

L'effusivité thermique E est une grandeur qui décrit la capacité des matériaux à absorber (ou restituer) plus ou moins rapidement un apport de chaleur. Nous avons aussi calculé l'effusivité thermique E qui est donné par la relation suivante :

$$E = \sqrt{\rho \times \lambda \times c_m}$$

Le tableau III-17, regroupe les valeurs de l'effusivité thermique E pour les différentes températures des couches M , X et Y .

Tableau. III- 17: Effusivité thermique avec variation de la température [100]

$E \left(\frac{J}{K.m^{-2}S^{\frac{1}{2}}} \right) / T(^{\circ}C)$	20°	30°	40°	50°	60°
$E_{(M)}$	1577,29 ± 78,85	1554,54 ± 77,7	1538,05 ± 76,90	1590,977 ± 79,54	1581,318 ± 79,06
$E_{(X)}$	1469,77 ± 73,45	1437,33 ± 71,86	1423,37 ± 71,16	1469,824 ± 73,49	1432,931 ± 71,64
$E_{(Y)}$	1360,05 ± 68	1331,04 ± 66,55	1282,91 ± 64,14	1273,849 ± 63,69	1259,037 ± 62,95

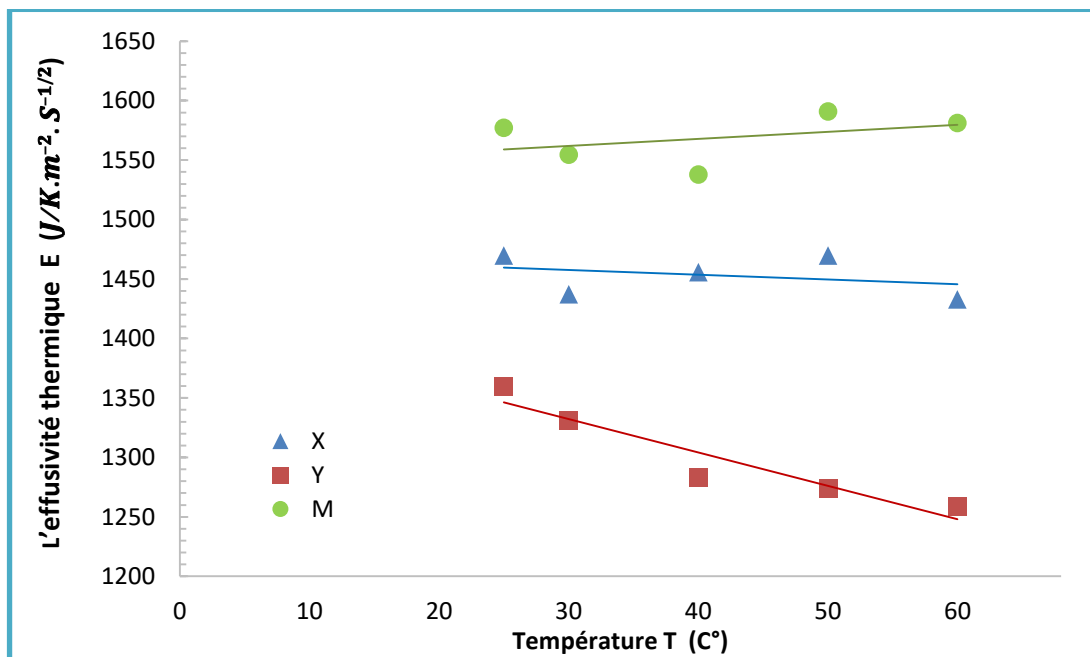


Figure. III- 74: Variation de l'effusivité thermique en fonction de la température pour les trois couches des schistes bitumineux : X, Y et M

La figure III-74 montre la variation de l'effusivité E , en fonction de la température pour les 3 couches M, X et Y de schiste bitumineux. Nous constatons que lorsque la température augmente l'effusivité thermique E diminue légèrement en fonction de la température T pour la couche Y , mais diminue sensiblement pour les couches X et M . La couche M a une effusivité plus importante que les deux autres couches, donc la couche M a la capacité d'échanger plus de la chaleur que les autres couches avec son environnement. Lorsqu'on passe de la couche M à la couche Y , l'effusivité thermique diminue de la façon suivante :

$$E_{(Y)} < E_{(X)} < E_{(M)}.$$

Suite aux résultats obtenus, on constate que les couches M, X et Y des schistes bitumineux de la région de TIMAHDIT présentent une hétérogénéité pour les valeurs des paramètres physiques. Ceci est témoin d'une dispersion très importante de la teneur en matière organique.

Conclusion

Les propriétés Petro-physiques des 15 échantillons ont été mesurées et analysées. Pour l'étude de la variations de ces propriétés à différents pourcentages de la teneur en matière organique de 15,5%, 18,5% et 21,6%, correspondant respectivement aux couches M, X et Y

des schistes bitumineux de Timahdit [1], nous avons utilisé les méthodes suivantes : TCS, UTM, porosité par injection du mercure et perméabilité. L'analyse des résultats obtenus a confirmé que, compte tenu des imprécisions de mesure, et quelle que soit la couche étudiée, la conductivité thermique λ et la diffusivité thermique D restent remarquablement stables, alors qu'en passant de la couche M à la couche Y, les vitesses V_P et V_S diminuent linéairement et les valeurs de V_P sont systématiquement supérieures à celles de V_S .

Les porosités montrent que les valeurs sont élevées par rapport à la matière organique et aussi la perméabilité réduite par l'augmentation de la teneur en MO.

Un examen de la variation du rapport $\frac{V_P}{V_S}$ en fonction du contenu en MO montre que cette variation est d'autant plus importante quand la teneur en MO est faible. En se référant à un travail antérieur [146], le rapport $\frac{V_P}{V_S}$ est plus élevé lorsqu'il dépasse 30% de la calcite. L'étude minéralogique des schistes bitumineux de TIMAHDIT [120,131] ont montré que les couches M et Y présentent, respectivement, des pourcentages de 41% et 39% de calcite. Ceci confirme nos résultats concernant la diminution significative de 1,89 à 1,51 du rapport $\frac{V_P}{V_S}$ entre les deux couches M et Y. Le rapport $\frac{V_P}{V_S}$ peut donc être utilisé comme indicateur de la teneur en matière organique des couches

Sur la base des résultats expérimentaux des propriétés thermo-physiques des trois couches de schistes bitumineux M, X et Y, on peut conclure que pour les trois couches étudiés, l'effusivité thermique D varie dans le même sens que la masse volumique ρ , la conductivité thermique λ et l'effusivité thermique E que l'augmentation de la température.

CHAPITRE II: ETUDE EXPERIMENTALE DES MORTIERS DE SHISTES BITUMINEUX

Pour étendre notre étude à la valorisation énergétique des déchets des matériaux de schistes bitumineux dans le domaine énergétique, nous nous sommes intéressés aux propriétés thermo-physiques du mortier constitué de déchets de schistes bitumineux et du ciment.

Le mortier réalisé au Laboratoire est conçu à partir du ciment et des déchets de schistes avec différents pourcentages allant de 0%, 10%, 20%, 30%, à 40%, . Le ciment seul à 0% est pris comme référence des propriétés thermo-physiques pour connaître l'évolution de la conductivité du mortier en fonction du pourcentage des schistes.

Ces échantillons sont nommés :Ech_{0,réf}, Ech_{10%}, Ech_{20%}, Ech_{30%}, Ech_{40%}.

Les valeurs de la diffusivité thermique et de l'effusivité thermique sont calculées à partir des équations empiriques données dans le deuxième chapitre en utilisant les résultats des mesures expérimentales des deux grandeurs la conductivité thermique et la chaleur spécifique à des températures variables.

I. Préparation des Éprouvettes du Mortier (Déchet des Schistes + Ciment)

À l'aide des moules galvanisées non oxydables de dimensions :118,4mm × 83,5mm × 55,7mm, on met le mélange eau-ciment-déchets des schiste avec des pourcentages de schistes différents de 0%, 10%, 20%, 30%, 40%, avec une quantité d'eau optimale (150 mL).Ces échantillons sont nommés Ech_{0,réf}, Ech_{10%}, Ech_{20%}, Ech_{30%}, Ech_{40%}. Deux paires de chaque échantillon sont préparées pour l'étude. Les éprouvettes sont soumises à un compactage régulier avec une masselotte de 500g dans une chambre thermostatée de 20°C et de 50% d'humidité relative. Elles sont ensuite séchées dans une étuve à 40°C pendant 72 heures. Les résultats sont résumés dans le tableau III-18 suivant.

Tableau. III- 18: Masse des matériaux pour chaque échantillon

<i>Echantillons</i>	<i>Pourcentage</i>		<i>Masse de Ciment (g)</i>	<i>Masse d'eau</i>		<i>Masse de déchet des schistes (g)</i>	<i>Masse totale (g)</i>
	Ciment (%)	Déchet des schistes (%)		(ml)	(g)		
<i>Ech 0,réf</i>	100	0	552,16	150	141,72	-	663,88
<i>Ech 10%</i>	90	10	469,944	150	141,72	52,216	663,88
<i>Ech 20%</i>	80	20	417,728	150	141,72	104,432	663,88
<i>Ech 30%</i>	70	30	365,512	150	141,72	156,648	663,88
<i>Ech 40%</i>	60	40	313,296	150	141,72	208,864	663,88

La Figure III-75 représente les échantillons sans compactage par contre la figure III-76 représente les échantillons avec un compactage de 500g.



Figure. III- 75: Echantillons sans compactage

Figure. III- 76: Echantillons avec compactage (500g)

Ensuite les échantillons sont classés suivant leurs références (Figure III-77 et Figure III- 78)



Figure. III- 77: Echantillons après séchage

Figure. III- 78: Echantillons après séchage

II.1. Influence du compactage sur la masse volumique

Après le séchage des matériaux, on mesure leurs dimensions avec le pied à coulisse (Figure III-79) puis on calcule leurs volumes et leurs masses (Figure III-80) et par suite on en déduit leurs masses volumiques.

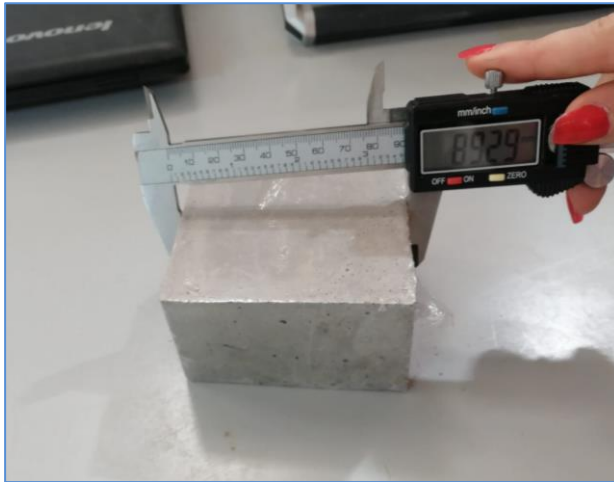


Figure. III- 79: Pied à coulisse pour mesurer le volume des échantillons



Figure. III- 80: Balance pour mesurer la masse des échantillons

Le tableau III-19 montre les résultats de la masse volumique des échantillons avec et sans compactage à une température de 20°C.

Tableau. III- 19: Masses volumiques des échantillons (avec et sans compactage)

Échantillons	Teneur en déchet des schists (%)	m (kg)	$V_c \cdot 10^{-4}$ (m ³)	ρ_c (kg/m ³)	Sans Compactage		$\Delta\rho$ (Kg/m ³)
					$V \cdot 10^{-4}$ (m ³)	ρ (Kg/m ³)	
			Avec Compactage		Sans Compactage		
<i>Ech</i> 0,réf	0	0,653	3,36	1955,089	3,49	1871,060	84,029
<i>Ech</i> 10%	10	0,645	3,37	1913,946	3,53	1827,195	86,751
<i>Ech</i> 20%	20	0,627	3,31	1894,259	3,4	1844,117	50 ,142
<i>Ech</i> 30%	30	0,650	3,49	1862,464	3,57	1820,590	41,874
<i>Ech</i> 40%	40	0,636	3,48	1827,586	3,58	1776,536	51,05

Les figures (III-81 et III-82) représentent la variation de la masse volumique en fonction de la teneur des déchets des échantillons avec et sans compactage à la température de 20°C.

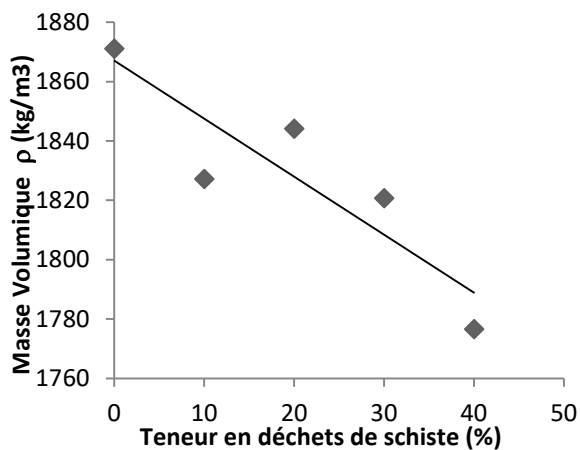


Figure. III- 81: Masse volumique des échantillons en fonction de leur teneur en schiste (Sans compactage)

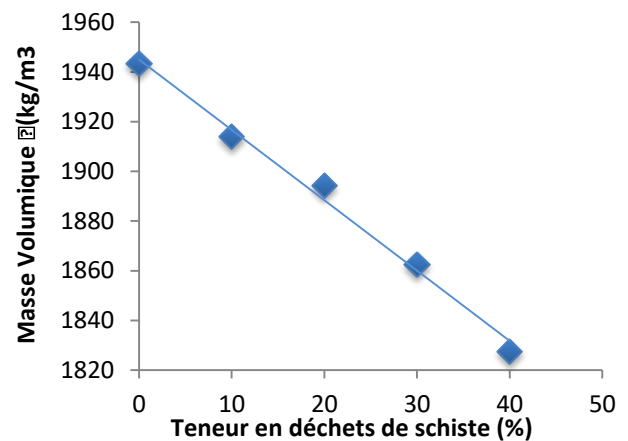


Figure. III- 82: Masse volumique des échantillons en fonction de leur teneur en schiste (Avec compactage)

On remarque que les valeurs de la masse volumique sans compactage sont dispersées par rapport à celles avec compactage. Ceci est dû à l'espace interstitiel entre différentes parties composant le mortier. L'effet du compactage est très clair d'après les graphes (Figure III-81) et (Figure III-82) ci-dessus. On remarque que la masse volumique des échantillons avec compactage est plus importante que sans compactage avec un taux d'augmentation de l'ordre de 4%. Le fait de réduire les vides fait augmenter la cohésion aux seins des échantillons.

Les équations de la régression linéaire avec compactage et sans compactage sont :

$$Y_{(sans\ compactage)} = -1,9551 x + 1867 , \text{ avec } R^2 = 0,7937 \quad [\text{II. 1}]$$

$$Y_{(avec\ compactage)} = -2,8321 x + 1945 , \text{ avec } R^2 = 0,9916. \quad [\text{II. 2}]$$

II.2. Influence du compactage sur les propriétés thermiques

Le but de cette partie expérimentale est d'étudier l'influence du taux de compactage sur les propriétés thermo-physiques des échantillons de mortiers (déchets des schistes bitumineux + ciment).

La compacité δ est égal au rapport entre la masse volumique de l'échantillon non compacté et la masse volumique compacté ; autrement dire ; c'est le taux de tassement, par contre le taux de compactage c'est le pourcentage de diminution du volume lors du compactage [151]. Il est donné par la relation suivante :

$$\delta = \frac{V_{AC}}{V_{SC}} , \quad [\text{II. 3}]$$

avec :

- δ : Etant la compacité ;
- V_{AC} : Est le volume compacté ;
- V_{SC} : Est le volume non compacter.

En effet, Le compactage est une réduction de volume de l'échantillon étudié due à la réduction des vides remplis d'air. Plus les grains du matériau seront resserrés les uns contre les autres, plus les propriétés mécaniques et thermiques seront améliorées.

Le compactage se distingue de la consolidation par le fait que le compactage est le tassement du matériau sous un effet dynamique, alors que la consolidation est l'effet du poids propre du matériau sur lui-même.

Le coefficient de compactage ou la compacité δ et la porosité n d'un matériau sont reliés par la relation suivante [41 ,151] :

$$\delta = 1 - n , \quad [\text{II. 4}]$$

avec :

δ : compacité,

n : porosité.

II.2.1. Relation entre conductivité thermique /masse volumique

Les mesures de la conductivité thermique à la température ambiante de 20 °C pour les échantillons des mortiers compactés : Ech_{0,réf}, Ech_{10%}, Ech_{20%}, Ech_{30%}, Ech_{40%} à différents pourcentages (0%, 10%, 20%, 30% et 40%) sont représentées dans le Tableau V-3. Les valeurs citées sont les moyennes obtenues sur cinq mesures réalisées en plaçant la sonde anneau entre deux échantillons identiques. L'incertitude de mesures est de 0.004 W/m .K.

Tableau. III- 20: Valeurs expérimentales de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique à la température ambiante

<i>Échantillons</i>	$\rho_{\delta}(\text{Kg}/\text{m}^3)$	$\lambda(\text{W. m}^{-1}. \text{K}^{-1})$
<i>Ech réf</i>	1955,089 ± 0,01	1,192 ± 0,059
<i>Ech 10</i>	1913,946 ± 0,01	1,165 ± 0,05
<i>Ech 20</i>	1894,259 ± 0,01	1,13 ± 0,056
<i>Ech 30</i>	1862,464 ± 0,01	1,103 ± 0,055
<i>Ech 40</i>	1827,586 ± 0,01	1,087 ± 0,054

La variation de la conductivité thermique en fonction de la teneur en schistes à la température ambiante est représentée sur les Figures : III-83 et III-84.

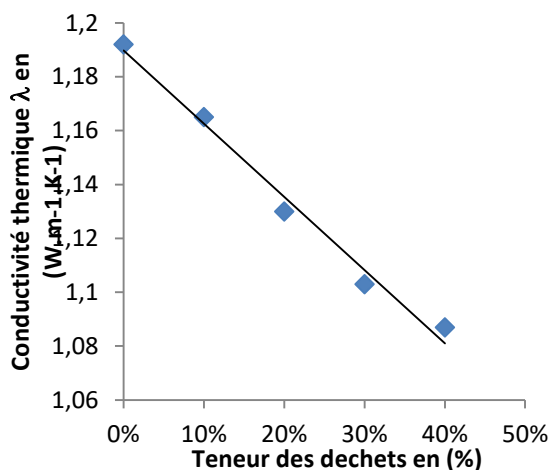


Figure. III- 83: Influence de la teneur des déchets à différents pourcentages sur la conductivité thermique à la température ambiante

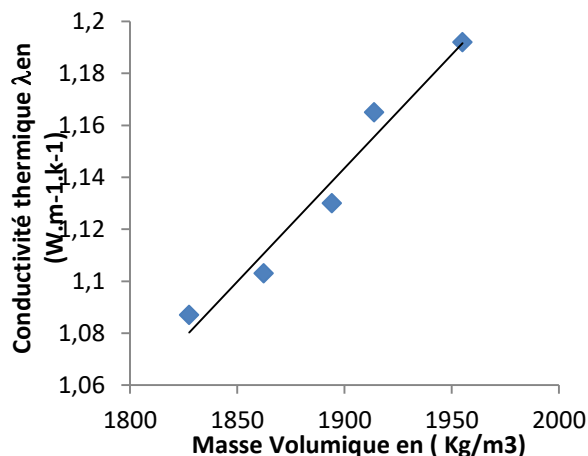


Figure. III- 84: Influence de la masse volumique à différents pourcentages sur la conductivité thermique à la température ambiante

La figure III-83 montre que la conductivité thermique de ces échantillons de mortiers diminue linéairement avec l'augmentation du pourcentage des déchets des schistes.

La conductivité thermique de l'échantillon de référence $Ech_{0,Réf}$ (Ciment) est passée d'une valeur de $1,192 W/m.K$ à la valeur de $1,087 W/m.K$ pour un taux d'incorporation des déchets des schistes en poudre de 40%. Le pourcentage de diminution de la conductivité thermique dans ce cas est estimé à 8,80%.

La Figure III-84 représente l'influence de la masse volumique à différents pourcentages sur la conductivité thermique à la température ambiante. On constate que la conductivité thermique augmente avec l'augmentation de la masse volumique.

La masse volumique de ces échantillons des mortiers diminue avec le pourcentage des déchets des schistes. La masse volumique de l'échantillon de référence $Ech_{0,Réf}$ est passée d'une valeur de $1955,089 kg/m^3$ à la valeur de $1827,586 kg/m^3$ pour un taux d'incorporation des déchets de schistes en poudre de 40%.

Les équations de la régression linéaire de la conductivité thermique en fonction du pourcentage des déchets des schistes pour les mortiers et en fonction de la masse volumique sont :

$$Y(\lambda/\% \text{ dechet}) = -0,272x + 1,189 \text{ avec } R^2 = 0,986 \quad [\text{II. 5}]$$

$$y_{(\lambda/\rho)} = -0,0009x + 0,516 \text{ avec } R^2 = 0,964 \quad [\text{II. 6}]$$

En effet, la conductivité thermique du mortier dépend essentiellement de sa masse volumique et de sa porosité.

À la suite de ce qui précède, on note que la conductivité thermique varie dans le même sens que la masse volumique quand le pourcentage des déchets en schistes dans le mortier augmente.

II. 3. Influence de la température sur les propriétés thermiques

La température est également un paramètre important qui a une influence sur les propriétés thermo-physiques (conductivité thermique, la capacité thermique, la diffusivité thermique et l'effusivité thermique).

L'étude de l'influence de la température sur la conductivité thermique des cinq échantillons de mortiers compactés ($Ech_{0,réf}$, $Ech_{10\%}$, $Ech_{20\%}$, $Ech_{30\%}$, $Ech_{40\%}$) a été réalisée au sein de notre Laboratoire à l'aide de l'appareil "CT METRE". Le dispositif utilisé a été développé par le *CSTB* (Centre Technique et Scientifique du Bâtiment) et il est conforme aux recommandations *ASTM D5930 – 97* et *AAC 11 – 3 RILEM* [152-153]. Les mesures sont effectuées cinq fois sur chaque échantillon et une valeur moyenne est donnée avec une précision de 5%. Les mesures sont faites à différentes températures ($20^{\circ}C$, $30^{\circ}C$, $40^{\circ}C$, $50^{\circ}C$), en utilisant une boîte à gants thermorégulée. La technique de mesure de la conductivité est décrite, brièvement, dans le chapitre précédent.

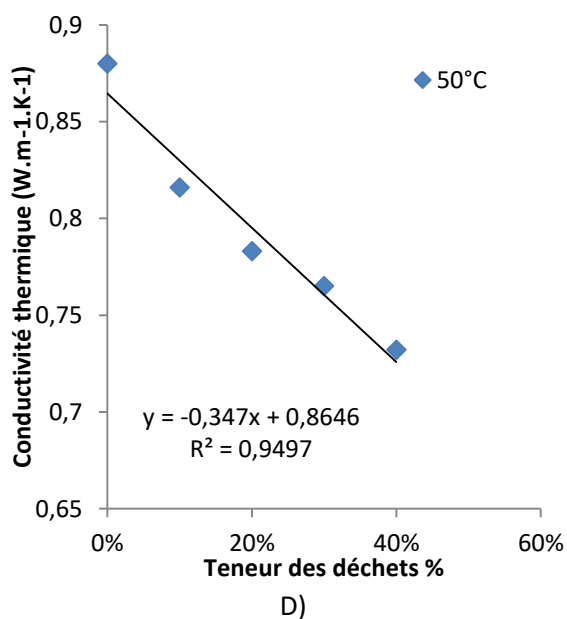
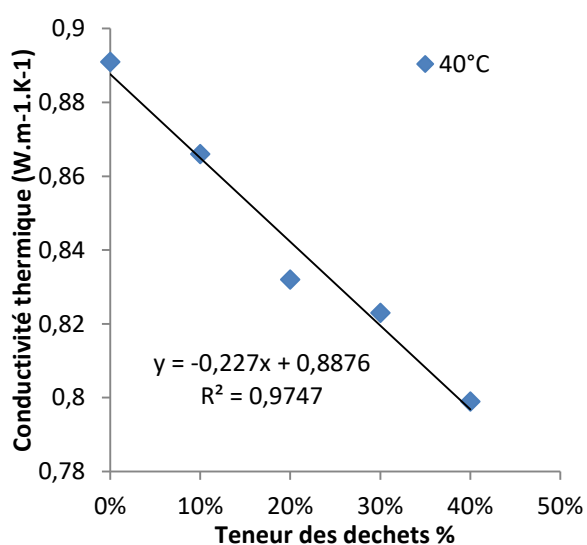
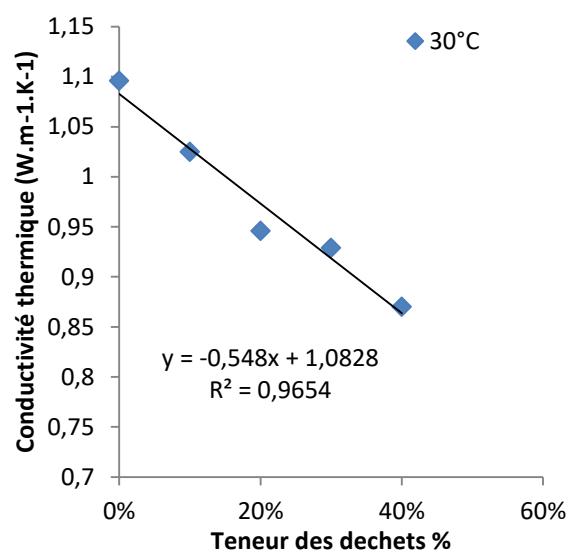
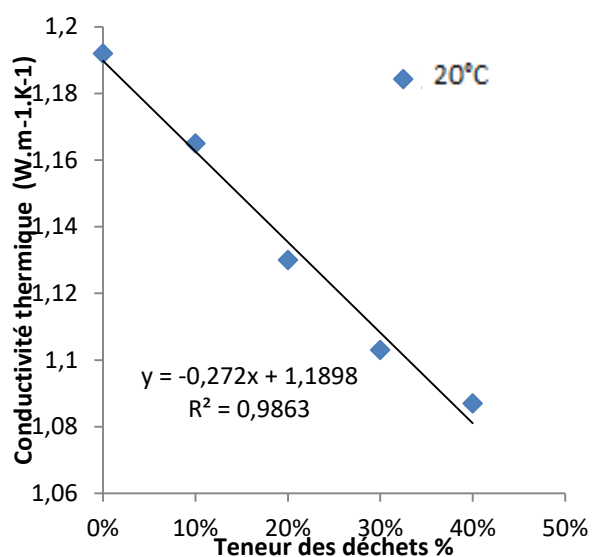
II. 3.1. Variation la conductivité thermique des mortiers

Le tableau III- 21 représente l'ensemble des résultats expérimentaux de la mesure de la conductivité thermique pour différents échantillons ($Ech_{0,réf}$, $Ech_{10\%}$, $Ech_{20\%}$, $Ech_{30\%}$, $Ech_{40\%}$) et à différentes températures de 20° , 30° , 40° , 50° et $60^{\circ}C$.

Tableau. III- 21: Résultats expérimentaux relatifs à l'influence de la température sur la conductivité thermique à différentes températures (20, 30, 40, 50 et 60°C).

Teneur des déchets des schistes	λ à (T=20°C)	λ à (T=30°C)	λ à (T=40°C)	λ à (T=50°C)	λ à (T=60°C)
<i>Ech_{réf}</i>	1,192 ± 0,059	1,096 ± 0,054	0,891 ± 0,044	0,880 ± 0,044	0,848 ± 0,042
<i>Ech₁₀</i>	1,165 ± 0,058	1,025 ± 0,051	0,866 ± 0,043	0,816 ± 0,040	0,803 ± 0,040
<i>Ech₂₀</i>	1,13 ± 0,056	0,946 ± 0,047	0,832 ± 0,041	0,783 ± 0,039	0,761 ± 0,038
<i>Ech₃₀</i>	1,103 ± 0,055	0,929 ± 0,046	0,823 ± 0,041	0,765 ± 0,038	0,741 ± 0,037
<i>Ech₄₀</i>	1,087 ± 0,054	0,87 ± 0,043	0,799 ± 0,039	0,732 ± 0,036	0,667 ± 0,033

Les courbes de la Figure III-85, ci-dessous, illustrent la variation de la conductivité thermique en fonction de la teneur des déchets des schistes dans les mortiers à différentes températures (20°, 30°, 40°, 50°, 60°C).



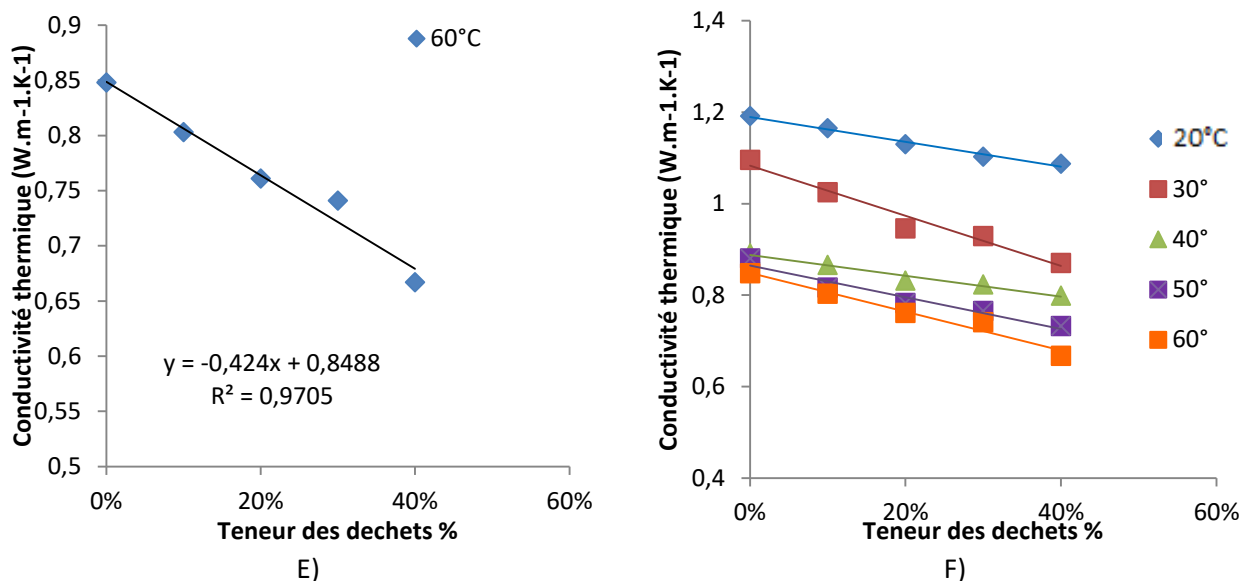


Figure. III- 85: Courbes illustrant l'influence de la teneur des déchets des schistes sur de la conductivité thermique à différentes températures de mesure

A) courbe à 20°C, B) courbe à 30°C, C) courbe à 40°C, D) courbe à 50°C, E) courbe à 60°C, F) courbes de variation de la conductivité thermique en fonction de la teneur de déchets des schistes et à différentes températures

Les résultats présentés dans la figure III-85, ci-dessus, montrent qu'à température constante, si le pourcentage de la teneur des déchets des schistes augmente la conductivité thermique diminue. Cette diminution est expliquée, d'une part, par la cimentation de la porosité inter-granulaire et intra-granulaire des déchets des schistes bitumineux.

En effet, l'addition de 40 % des déchets à 60°C, permet une diminution de la conductivité thermique 0,848 W/m.K à 0,667 W/m.K. Cette diminution de conductivité thermique a un taux de -21.34%. A 50°C, la conductivité thermique est passée de 0,880 W/m.K à 0,732W/m.K avec un pourcentage d'abaissement de -16,81%. A 40°C, la conductivité thermique est passée de 0,891W/m.K à 0,799W/m.K et présente un pourcentage diminution de -10.32%. A 30°C, la conductivité thermique est passée de 1,096W/m.K à 0,87W/m.K avec un pourcentage de décroissement -20,62%. A 22°C, la conductivité thermique est passée de 1,192W/m.K à 1,087W/m.K avec un pourcentage de décroissement de -8,80%.

Les équations de régression linéaire de la variation de la conductivité thermique en fonction du pourcentage des mortiers et en fonction de la température sont :

$$y_{(20^{\circ}c)} = -0,272x + 1,189 , \text{ avec } R^2 = 0,986. \quad [\text{II. 7}]$$

$$y_{(30^{\circ}c)} = -0,548x + 1,082 , \text{ avec } R^2 = 0,965. \quad [\text{II. 8}]$$

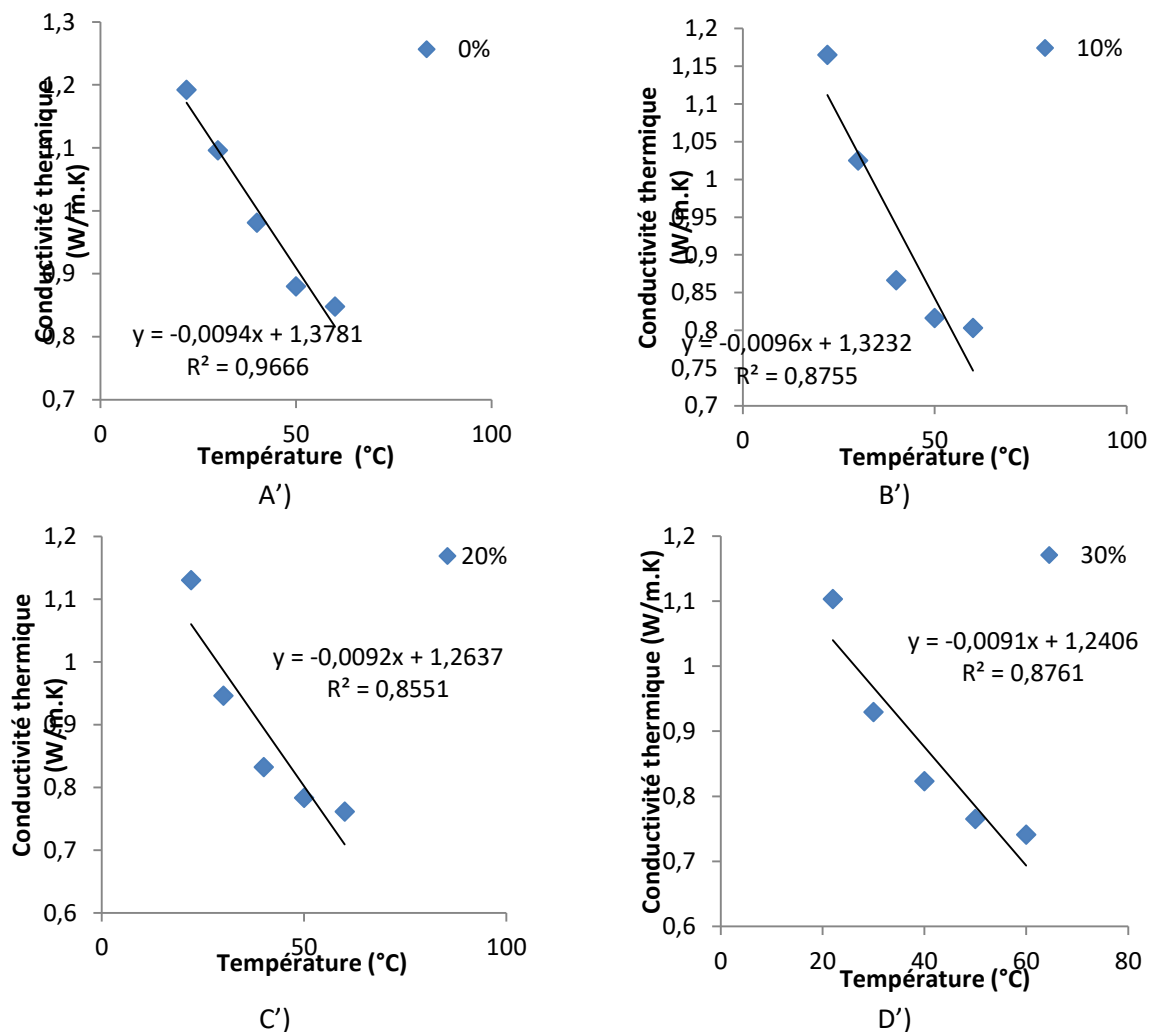
$$y_{(40^{\circ}\text{C})} = -0,227x + 0,887, \text{ avec } R^2 = 0,974. \quad [\text{II. 9}]$$

$$y_{(50^{\circ}\text{C})} = -0,347x + 0,864, \text{ avec } R^2 = 0,949. \quad [\text{II. 10}]$$

$$y_{(60^{\circ}\text{C})} = -0,424x + 0,848, \text{ avec } R^2 = 0,970. \quad [\text{II. 11}]$$

II. 3. 2. Variation de la conductivité thermique des mortiers en fonction de la température

Les courbes de la Figure III-86, ci-dessous, illustrent la variation de la conductivité thermique des mortiers à différentes teneurs de déchets des schistes bitumineux (0%, 10%, 20%, 30% et 40%) et en fonction de la température [variant de : 20°C à 60°C].



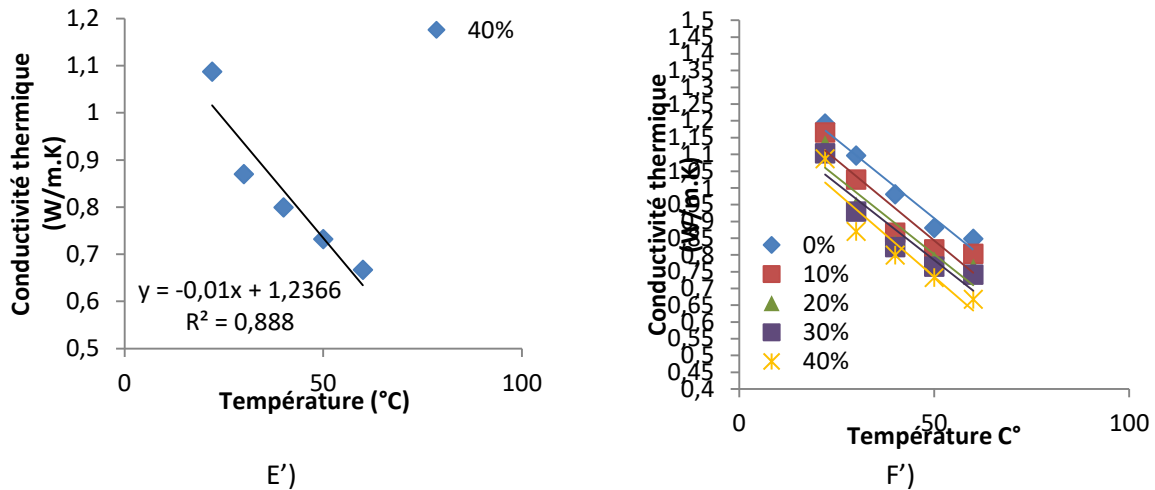


Figure. III- 86: Influence de la température sur la conductivité thermique du matériau

A') Courbe Ech_{réf}, B') Courbe Ech_{10%}, C') courbe Ech_{20%}, D') courbe Ech_{30%}, E') courbe Ech_{40%} et F') courbes de variation de la teneur des déchets des schistes en fonction de la température.

Les résultats, qui sont présentés sur la figure III-86 : A', B', C', D' et E', montrent que la conductivité thermique des cinq échantillons (Ech_{Ref}, Ech_{10%}, Ech_{20%}, Ech_{30%} et Ech_{40%}), diminue lorsque la température augmente.

En effet, pour le matériau de référence (0% des déchets des schistes), on note une diminution de la conductivité thermique de la valeur : 1,192 W/m.K à 0,848 W/m.K, pour un taux de : 28,85 %. Pour l'échantillon Ech₁₀ (10%, des déchets des schistes), la conductivité est passée de la valeur : 1,165 W/m.K à 0,803 W/m.K avec un pourcentage d'abaissement de 31,07 %. Pour Ech₂₀ (20% des déchets des schistes) la conductivité est passée de 1,13 W/m.K à 0,761 W/m.K et présente un pourcentage diminution de 32,65 %.

Pour l'échantillon Ech₃₀ (30% des déchets des schistes) thermique est passée de 1,103 W/m.K à 0,741 W/m.K avec un pourcentage de décroissement -32,81%. Pour Ech₄₀ (40% des déchets des schistes) la conductivité thermique est passée de 1,087 W/m.K à 0,667 W/m.K avec un pourcentage de décroissement de 38,63%.

Donc on peut énoncer qu'à différentes températures, quand le dosage en déchets des schistes bitumineux augmente de 0% à 40% la conductivité thermique diminue. En revanche lorsque la température augmente la conductivité thermique diminue.

Nous avons déterminé les équations et les coefficients de détermination R² pour chaque échantillon sont :

$$y_{(Ech_{Ref})} = -0,0094x + 1,378 \text{ avec } R^2 = 0,996 \quad [\text{II. 12}]$$

$$y_{(Ech_{10})} = -0,0096x + 1,323 \text{ avec } R^2 = 0,875 \quad [\text{II. 13}]$$

$$y_{(Ech_{20})} = -0,0092x + 1,263 \text{ avec } R^2 = 0,855 \quad [\text{II. 14}]$$

$$y_{(Ech_{30})} = -0,0091x + 1,240 \quad \text{avec} \quad R^2 = 0,876 \quad [\text{II. 15}]$$

$$y_{(Ech_{40})} = -0,01x + 1,236 \quad \text{avec} \quad R^2 = 0,888 \quad [\text{II. 16}]$$

II. 3. 3. Influence de la température sur la capacité thermique volumique des mortiers

Dans cette partie expérimentale, nous avons suivi le même protocole de mesures que celui de la conductivité thermique. Les mêmes échantillons préparés lors de la détermination de la capacité thermique volumique sont étudiée.

Le tableau. III-22 présentent l'ensemble des résultats relatifs à la variation de la capacité thermique volumique ($KJ/m^3 \cdot K$) en fonction de l'ajout de poudre des déchets des schistes bitumineux (0%, 10%, 20%, 30%, 40%) à différentes températures.

Tableau. III- 22: Résultats expérimentaux relatifs à l'influence de la température sur la capacité thermique à différentes température (20, 30, 40, 50 et 60°C).

<i>Teneur</i> % déchets / $c_v(KJ/m^3K)$	$C_v(20^\circ)$	$C_v(30^\circ)$	$C_v(40^\circ)$	$C_v(50^\circ)$	$C_v(60^\circ)$
Ech réf	3025,98 ± 51,29	2973,98 ±148,69	2919,98 ±145,99	2866,98 ±143,34	2789,99 ±139,49
Ech10	2977,98 ± 48,89	2908,98 ±145,44	2831,98 ± 141,59	2785,99 ± 139,29	2759,98 ±137,99
Ech20	2938,99 ± 46,94	2874,99 ±143,74	2765,99 ± 138,29	2687,99 ± 134,39	2637,98 ±131,89
Ech30	2899,98 ± 144,99	2815,98 ±40,799	2709,92 ± 135,49	2672,85 ±133,64	2600,98 ±130,04
Ech40	2864,99 ±143,24	2722,99 ±136,14	2646,98 ± 132,34	2585,99 ± 129,29	2483,98 ±124,19

Figure III-87 illustre l'influence de la teneur des déchets des schistes sur de la capacité thermique volumique à différentes températures de mesure.

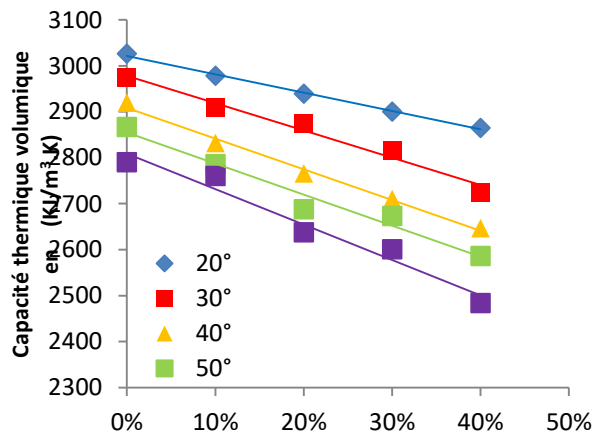
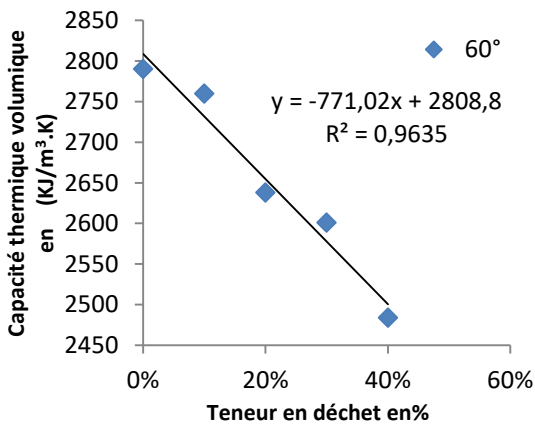
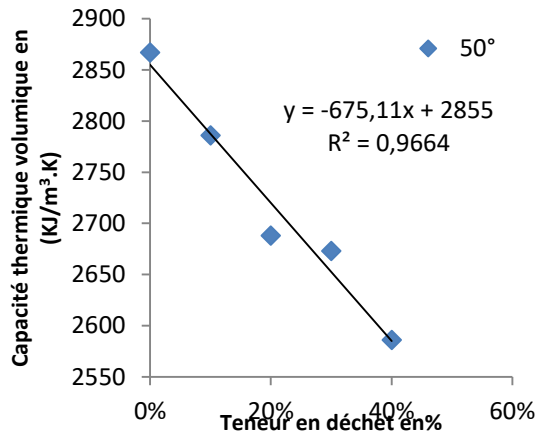
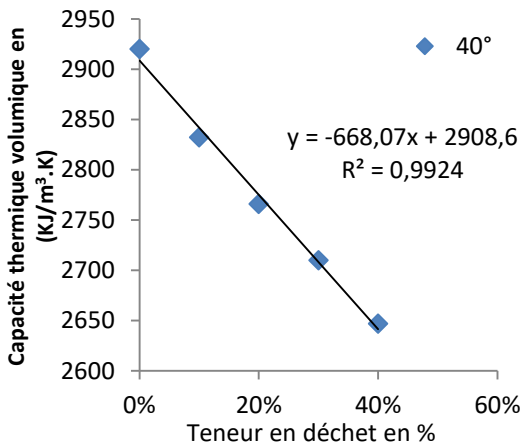
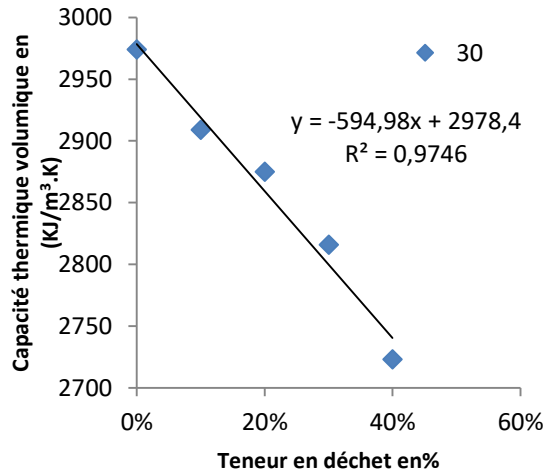
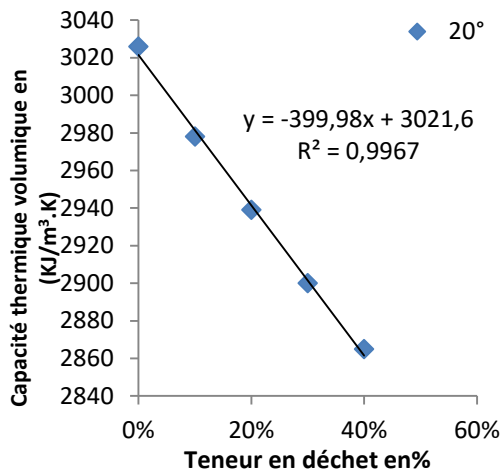


Figure. III- 87: Influence de la teneur des déchets des schistes sur de la capacité thermique volumique à différentes températures de mesure

- A) courbe à 20°C, B) courbe à 30°C, C) courbe à 40°C, D) courbe à 50°C, E) courbe à 60°C F) courbes de variation de la teneur des déchets des schistes en fonction de la température.

Les résultats, qui sont présentés sur la figure III-87 : montrent que la capacité thermique volumique des cinq échantillons (Ech_{Ref} , $Ech_{10\%}$, $Ech_{20\%}$, $Ech_{30\%}$ et $Ech_{40\%}$), diminue lorsque la teneur en déchet des schistes

En effet, l'addition de 40 % des déchets à 60°C, permet une diminution de la capacité thermique volumique de 2789,99 ($kJ/m^3.K$) à 2483,98 ($kJ/m^3.K$). Cette diminution de capacité thermique volumique a un taux de -12,3%. A 50°C, la capacité thermique volumique est passée de 2866,98 ($kJ/m^3.K$) à 2585,99 ($kJ/m^3.K$). avec un pourcentage d'abaissement 9,8%. à 40°C, la capacité thermique est passée de 2919,98

($kJ/m^3.K$) à 2646,98 ($kJ/m^3.K$), et présente un pourcentage diminution de 9,3%. A 30°C, la capacité thermique volumique est passée de 2973,98 ($kJ/m^3.K$) elle peut atteindre 2722,99 ($kJ/m^3.K$) avec un pourcentage de décroissement 8,43%. A 20°C, la capacité thermique est passée de 3025,98 ($kJ/m^3.K$) à 2864,99 ($kJ/m^3.K$) avec un pourcentage d'augmentation : 5,32%.

II. 3. 4. Variation de la capacité thermique volumique des mortiers en fonction de la température

Les courbes de la Figure. III-88, ci-dessous, illustrent la variation de la conductivité thermique des mortiers pour différentes teneurs de déchets des schistes bitumineux (0%, 10%, 20%, 30% et 40%), en fonction de la température (20°, 30°, 40°, 50° et 60°C).

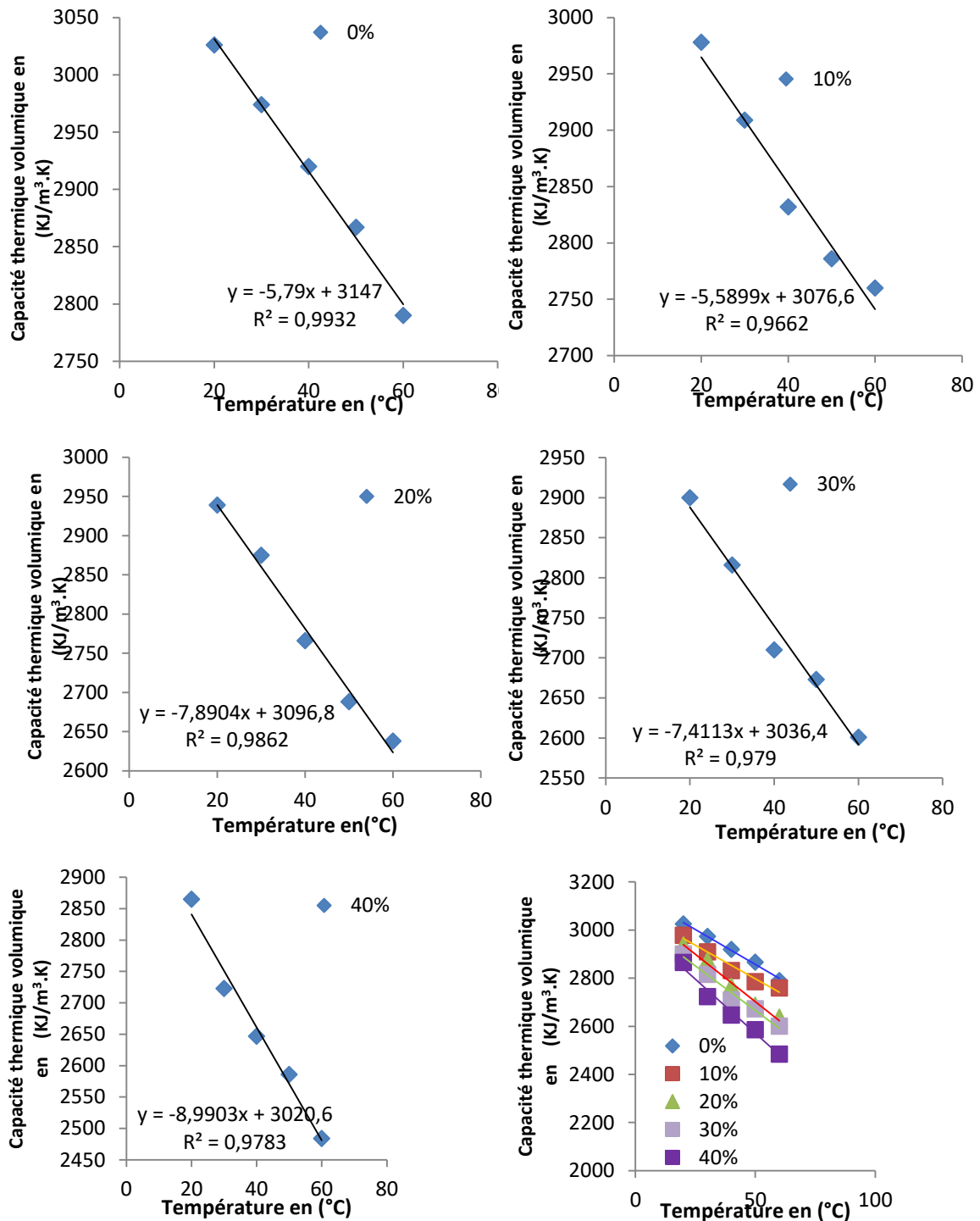


Figure. III- 88: Influence de la température sur la capacité thermique volumique du matériau

A') Courbe Ech_{0, réf} B') Courbe Ech₁₀, C') courbe Ech₂₀, D') courbe Ech₃₀, E') courbe Ech₄₀ et F') courbes de variation de la teneur des déchets des schiste en fonction de la température.

Les résultats, qui sont présentés sur la figure III-88 : A', B', C', D' et E', montrent que La capacité thermique volumique des cinq échantillons (Ech_{Ref} , $Ech_{10\%}$, $Ech_{20\%}$, $Ech_{30\%}$ et $Ech_{40\%}$), diminue avec l'augmentation de la température.

D'après les courbes, on constate que la capacité thermique volumique diminue avec l'augmentation du pourcentage en déchets des schistes bitumineux et avec l'augmentation de la température. En effet, le pourcentage de diminution est de : 7,79 %, -7,32 %, -10,24, 10,31% et -13,29%, respectivement, pour les échantillons : Ech_{Ref} , $Ech_{10\%}$, $Ech_{20\%}$, $Ech_{30\%}$ et $Ech_{40\%}$.

II. 3. 5. Influence de la température sur la capacité thermique massique des mortiers

Dans cette partie expérimentale, nous avons suivi aussi le même protocole de mesures que celui de la conductivité thermique et la capacité thermique volumique. Les mêmes échantillons préparés lors de la détermination de la capacité thermique massique sont étudiée.

Le tableau. III-23 présentent l'ensemble des résultats relatifs à la variation de la capacité thermique ($J/kg.K$) en fonction de l'ajout de poudre des déchets des schistes bitumineux (0%, 10%, 20%, 30%, 40%) à différentes températures.

Tableau. III- 23: Résultats expérimentaux relatifs à l'influence de la température sur la capacité thermique massique à différentes température (20, 30, 40, 50 et 60°C).

<i>Teneur_% déchets/$c_m(J/K.kg)$</i>	$C_m(20^\circ)$	$C_m(30^\circ)$	$C_m(40^\circ)$	$C_m(50^\circ)$	$C_m(60^\circ)$
Ech_{réf}	1547,75 ± 77,38	1521,15 ± 76,05	1493,53 ± 74,67	1466,42 ± 73,32	1427,04 ± 71,35
Ech₁₀	1555,94 ± 77,79	1519,89 ± 75,99	1479,66 ± 73,98	1455,63 ± 72,78	1442,04 ± 72,10
Ech₂₀	1551,53 ± 77,55	1517,74 ± 75,88	1460,20 ± 73,01	1419,02 ± 70,95	1392,62 ± 69,63
Ech₃₀	1557,07 ± 77,85	1511,97 ± 75,59	1455,02 ± 72,75	1435,12 ± 71,75	1396,53 ± 69,82
Ech₄₀	1567,64 ± 78,38	1489,94 ± 74,49	1448,35 ± 72,41	1414,98 ± 70,74	1359,16 ± 67,95

La Figure III-89 illustre l'influence de la teneur des déchets des schistes sur de la capacité thermique à différentes températures de mesure.

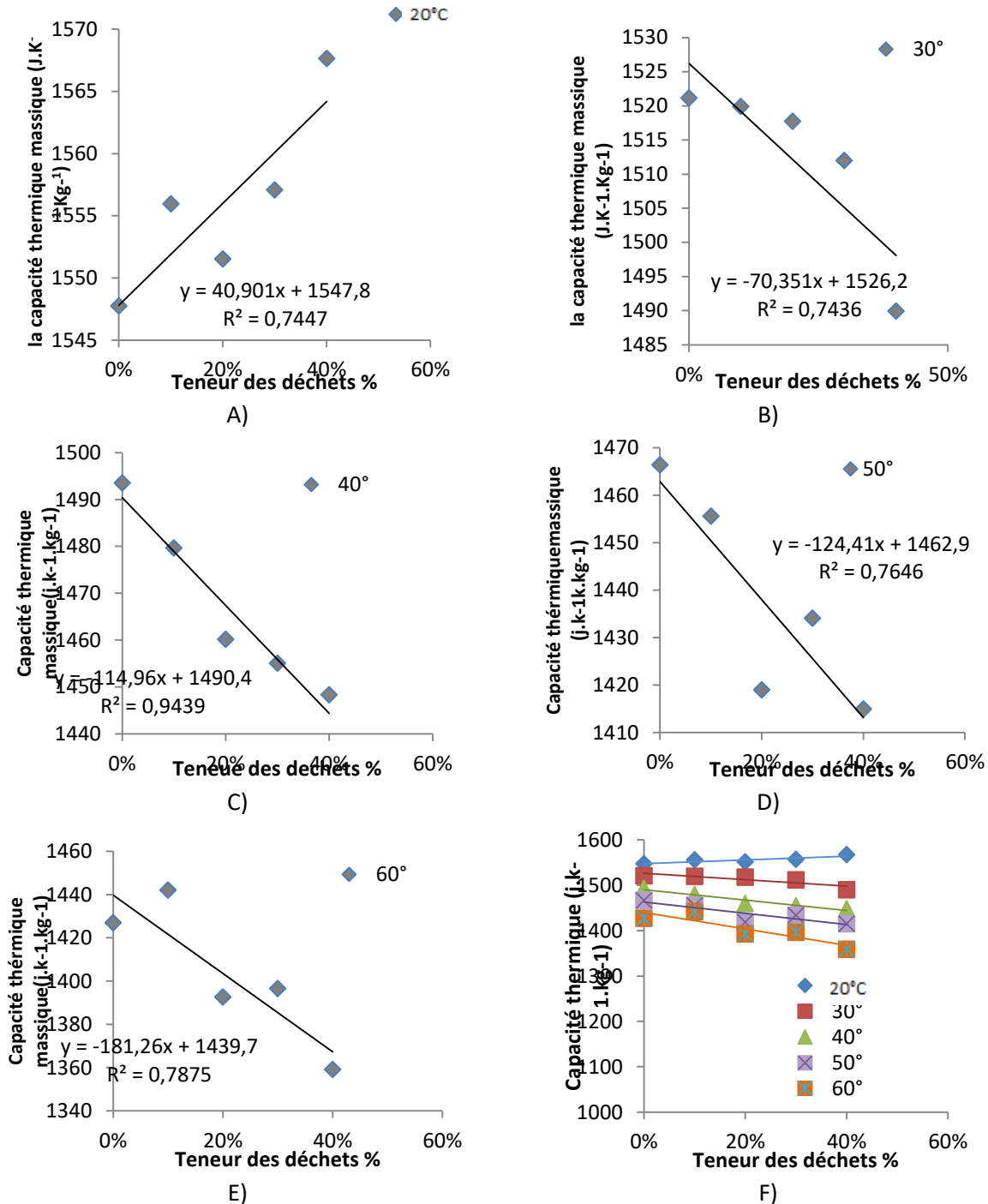


Figure. III- 89: Influence de la teneur des déchets des schistes sur de la capacité thermique à différentes températures de mesure

A) courbe à 20°C, B) courbe à 30°C, C) courbe à 40°C, D) courbe à 50°C, E) courbe à 60°C F) courbes de variation de la teneur des déchets des schistes en fonction de la température.

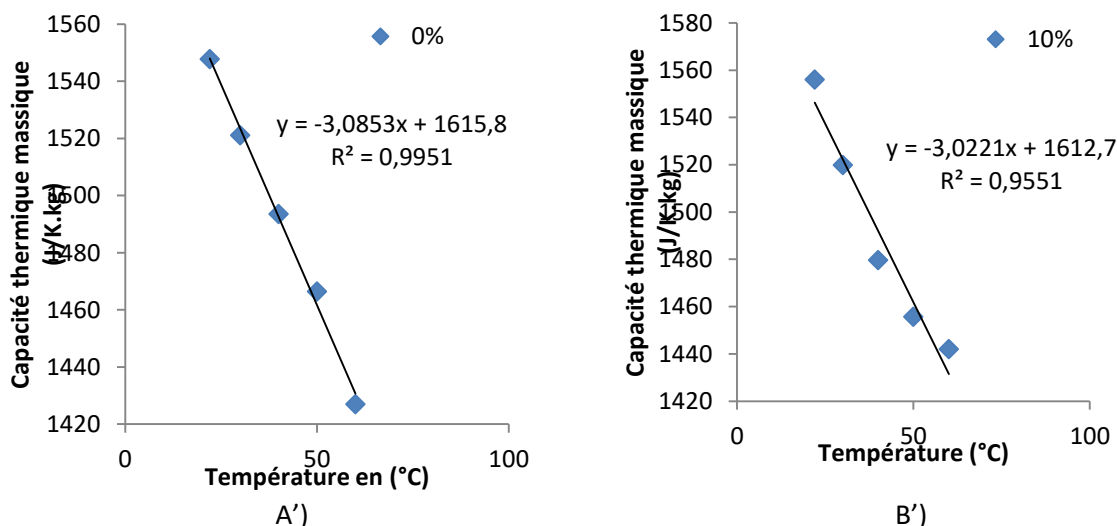
Les résultats présentés sur la figure III-89 ci-dessus, montrent qu'à la température ambiante, l'augmentation du pourcentage de la teneur des déchets des schistes est inversement proportionnelle à la capacité thermique qui diminue, ce qui permet la diminution

de la capacité du stockage d'énergie. Par contre pour les températures :30°, 40°, 50° et 60°C, l'augmentation de la teneur des déchets permet une diminution de la capacité thermique.

En effet, l'addition de 40 % des déchets à 60°C, permet une diminution de la capacité thermique de 1427,04(J/kg.K) à 1359,16 W/kg.K. Cette diminution de capacité a un taux de -4,75%. A50°C, la capacité thermique est passée de 1466,42 J/kg.K à 1414,98 J/kg.K. avec un pourcentage d'abaissement -3,63%. à 40°C, la capacité thermique est passée de 1493,53 J/kg.K à 1448,35 J/kg.K, et présente un pourcentage diminution de -3,02%. A 30°C, la capacité thermique est passée de 1521,15J/kg.K, elle peut atteindre 1489,94 J/kg.K avec un pourcentage de décroissement -2,05%. A 20°C, la capacité thermique est passée de 1547,75 J/kg.K à 1567,64 J/kg.K avec un pourcentage d'augmentation : +1,28%.

II. 3. 6. Variation de la capacité thermique des mortiers en fonction de la température

Les courbes de la Figure. III-90, ci-dessous, illustrent la variation de la conductivité thermique des mortiers pour différentes teneurs de déchets des schistes bitumineux (0%, 10%, 20%, 30% et 40%), en fonction de la température (20°, 30°, 40°, 50° et 60°C).



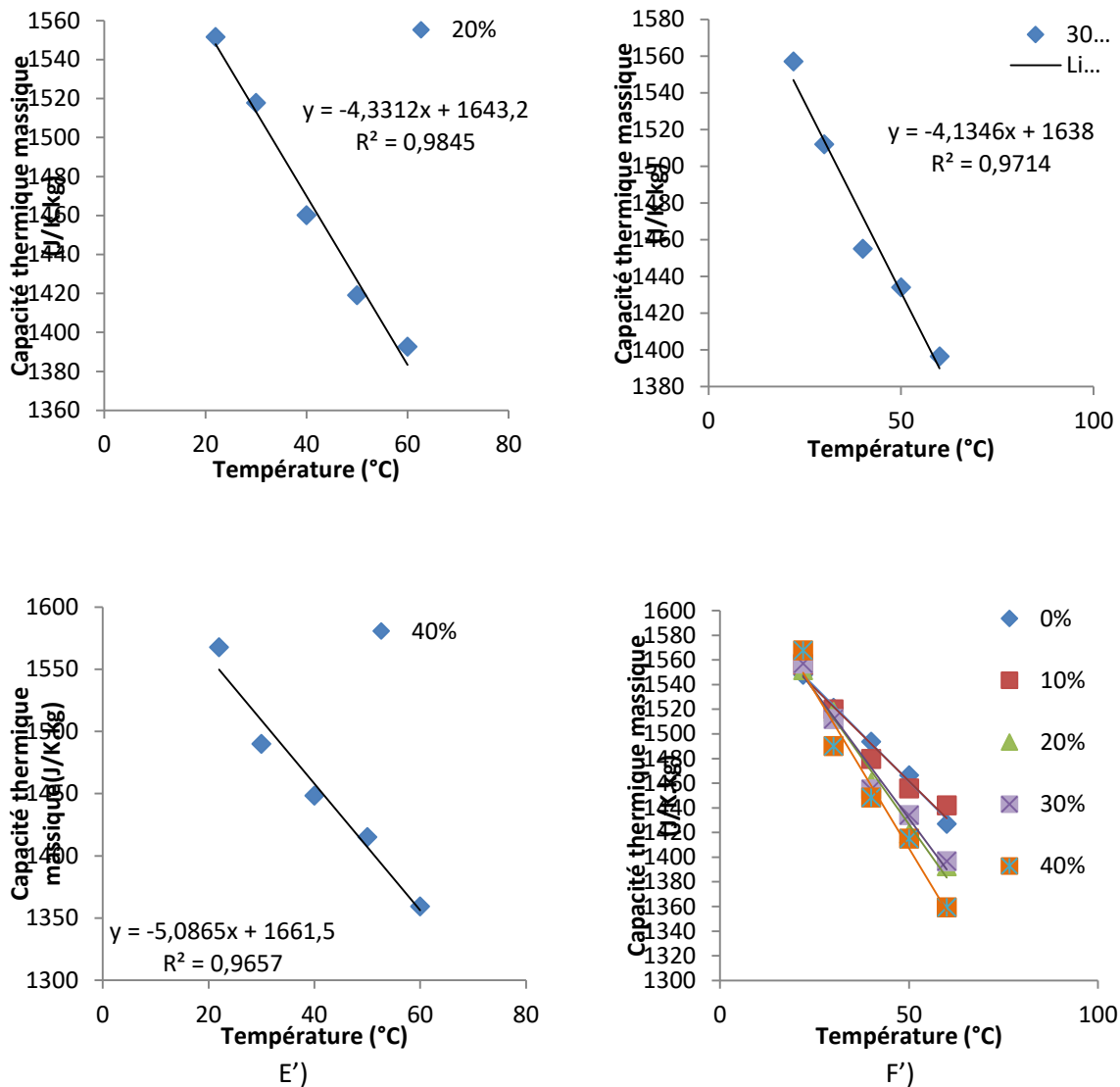


Figure. III- 90: Influence de la température sur la capacité thermique du matériau

A') Courbe $Ech_{0, \text{réf}}$ B') Courbe $Ech_{10\%}$, C') courbe $Ech_{20\%}$, D') courbe $Ech_{30\%}$, E') courbe $Ech_{40\%}$ et F') courbes de variation de la teneur des déchets des schiste en fonction de la température.

Les résultats, qui sont présentés sur la figure III-90 : A', B', C', D' et E', montrent que la capacité thermique massique des cinq échantillons (Ech_{Ref} , $Ech_{10\%}$, $Ech_{20\%}$, $Ech_{30\%}$ et $Ech_{40\%}$), diminue avec l'augmentation de la température.

D'après les courbes, on constate que la capacité thermique diminue avec l'augmentation du pourcentage en déchets des schistes bitumineux et avec l'augmentation de la température. En effet, le pourcentage de diminution est de : 7,79 %, -7,32 %, -10,24, 10,31% et -13,29%, respectivement, pour les échantillons : Ech_{Ref} , $Ech_{10\%}$, $Ech_{20\%}$, $Ech_{30\%}$ et $Ech_{40\%}$.

On peut conclure que la capacité thermique et la conductivité thermique diminuent en même temps quand la température augmente.

Les équations et les coefficients de détermination R^2 pour chaque échantillon sont :

$$y_{(Ech_{Ref})} = -3,0853x + 1615,8 \text{ avec } R^2 = 0,995 \quad [\text{II. 17}]$$

$$y_{(Ech_{10})} = -3,0221x + 1612,7 \text{ avec } R^2 = 0,9551 \quad [\text{II. 18}]$$

$$y_{(Ech_{20})} = -4,3312x + 1643,2 \text{ avec } R^2 = 0,9845 \quad [\text{II. 19}]$$

$$y_{(Ech_{30})} = -4,1346x + 1638 \text{ avec } R^2 = 0,914 \quad [\text{II. 20}]$$

$$y_{(Ech_{40})} = -5,0865x + 1661,5 \text{ avec } R^2 = 0,965 \quad [\text{II. 21}]$$

II. 3. 7. Variation de la diffusivité thermique des mortiers

Nous avons de même déterminé la diffusivité thermique des échantillons préparés de mortiers en suivant le même protocole expérimental de mesure de la conductivité thermique et en utilisant l'équation [II.27].

Le tableau III-24 et la figure III-90, illustrent l'ensemble des résultats relatifs à la variation de la diffusivité thermique D (m^2/s) en fonction de l'ajout de la teneur des déchets des schistes bitumineux de pourcentage 0%, 10%, 20%, 30% et 40% et à différentes températures.

Tableau. III- 24: Résultats expérimentaux relatifs à l'influence de la température sur la diffusivité thermique à différentes température (20, 30, 40, 50 et 60°C).

$D_{(m^2S^{-1})} \cdot 10^{-07} / T(^{\circ}C)$	$D_{(20)}$	$D_{(30)}$	$D_{(40^{\circ})}$	$D_{(50^{\circ})}$	$D_{(60^{\circ})}$
Ech_{réf}	3,93± 0,19	3,68 ± 0,18	3,05± 0,15	3,06± 0,15	3,03 ± 0,15
Ech₁₀	3,91± 0,19	3,52 ± 0,17	3,05±0,15	2,92 ± 0,14	2,90 ± 0,14
Ech₂₀	3,84± 0,19	3,29 ± 0,16	3,00±0,15	2,91 ± 0,14	2,88 ± 0,14
Ech₃₀	3,80±0,19	3,29±0,16	3,03±0,15	2,86 ± 0,14	2,84 ± 0,14
Ech₄₀	3,79±0,18	3,19 ± 0,15	3,01±0,15	2,83 ± 0,15	2,68 ± 0,13

La Figure III-91 représenté les Courbes illustrant l'influence de la teneur des déchets des schistes sur la diffusivité thermique à différentes températures de mesure.

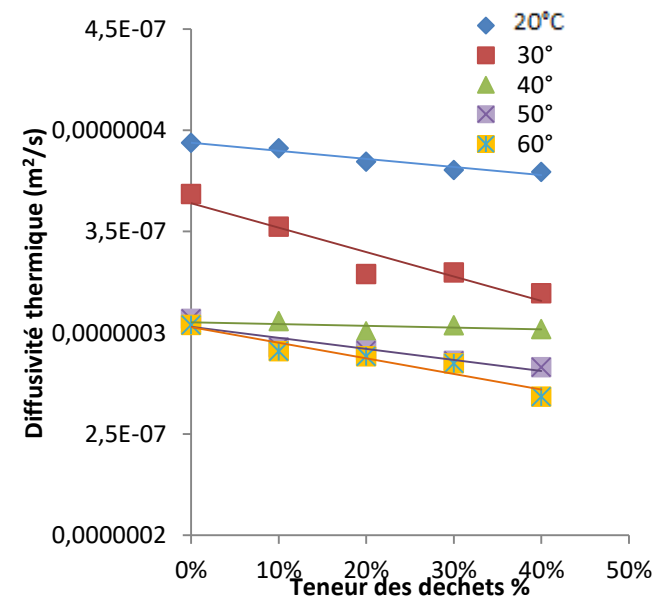
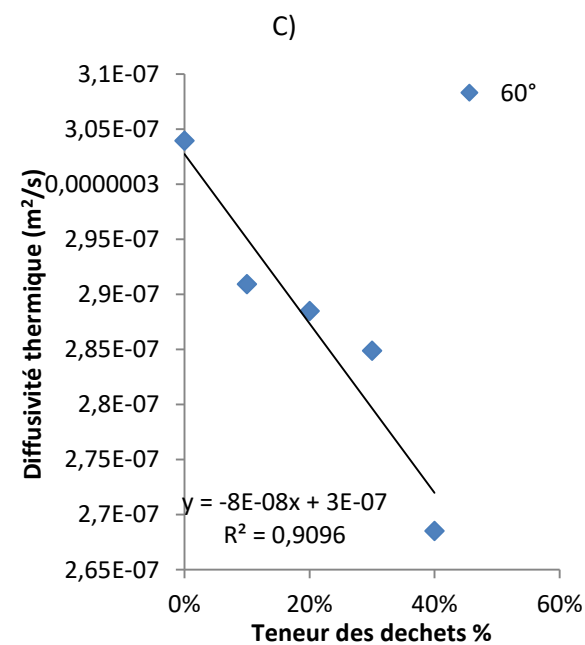
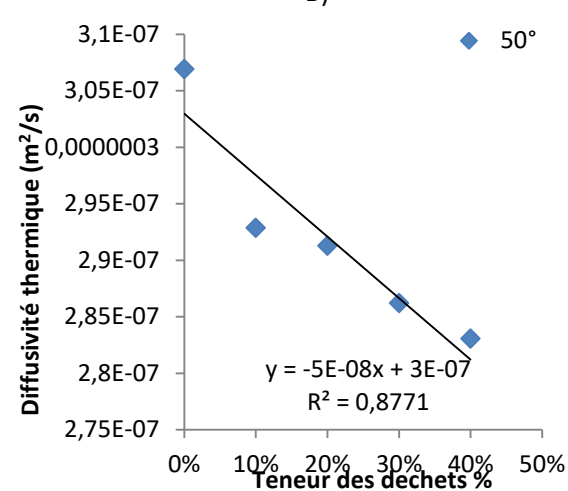
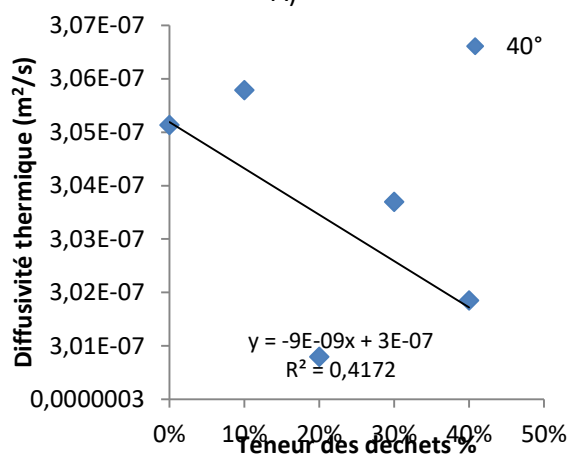
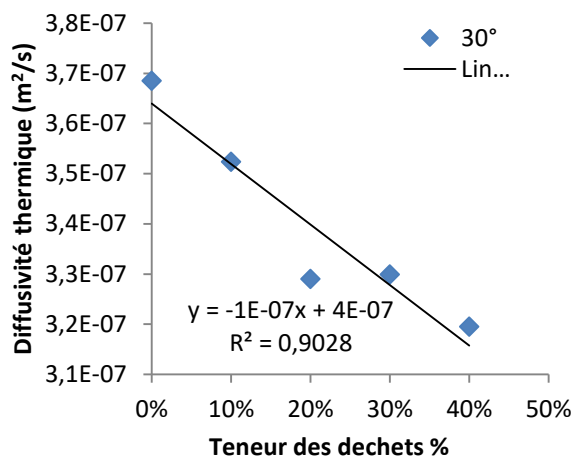
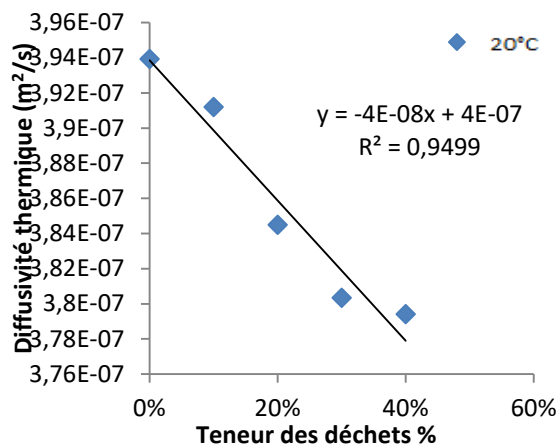


Figure. III- 91: Variation de la diffusivité thermique en fonction du pourcentage des déchets des schistes bitumineux à différentes températures

A) Courbe à 20°C, B) Courbe à 30°C, C) Courbe à 40°C, D) Courbe à 50°C, E) Courbe à 60°C, F) Courbes de variation de la teneur des déchets des schiste en fonction de la diffusivité thermique.

D'après les courbes présentées dans la figure III-91, On remarque que la diffusivité thermique diminue avec l'augmentation du pourcentage en schistes dans les mortiers. Le taux de diminution est de $-22,84\%$, $-25,62\%$, $-24,97\%$, $-25,09\%$, $-29,22\%$, respectivement, pour les échantillons $Ech_{0\%}$, $Ech_{10\%}$, $Ech_{20\%}$, $Ech_{30\%}$ et $Ech_{40\%}$.

Les équations et les coefficients de détermination R^2 pour chaque échantillon sont :

$$y_{(22^\circ C)} = -4.10^{08}x + 4.10^{-07} \text{ avec } R^2 = 0,9499 \quad [\text{II. 22}]$$

$$y_{(30^\circ C)} = -1.10^{07}x + 4.10^{-07} \text{ avec } R^2 = 0,9028 \quad [\text{II. 23}]$$

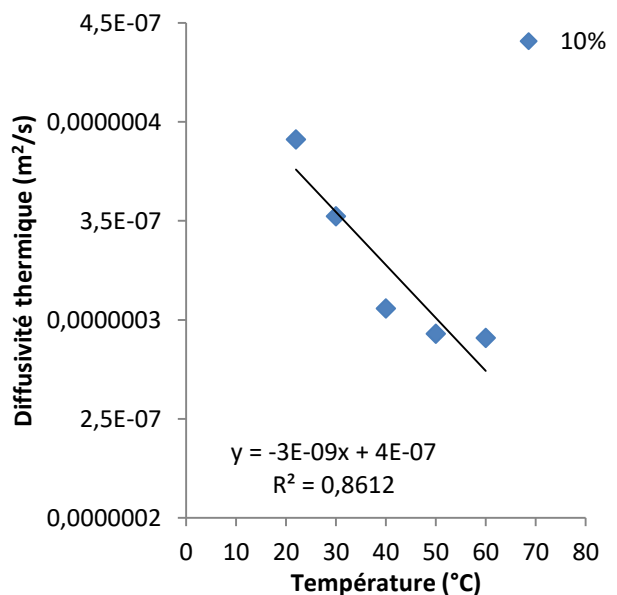
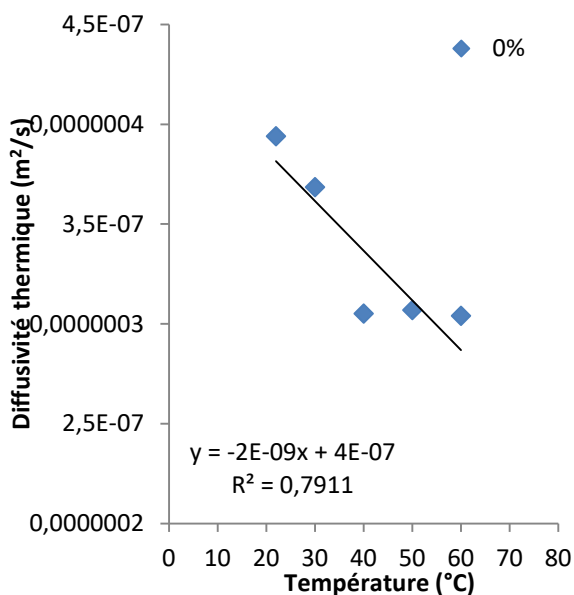
$$y_{(40^\circ C)} = -9.10^{09}x + 3.10^{-07} \text{ avec } R^2 = 0,4172 \quad [\text{II. 24}]$$

$$y_{(50^\circ C)} = -5.10^{08}x + 3.10^{-07} \text{ avec } R^2 = 0,8771 \quad [\text{II. 25}]$$

$$y_{(60^\circ C)} = -8.10^{08}x + 3.10^{-07} \text{ avec } R^2 = 0,9096 \quad [\text{II. 26}]$$

II. 3. 8. Variation la diffusivité thermique des mortiers en fonction de la température

D'après le tableau III-24, on a tracé la variation de la diffusivité thermique des mortiers pour différents pourcentages des déchets des schistes bitumineux en fonction de la température (20° , 30° , 40° , 50° , 60°C).



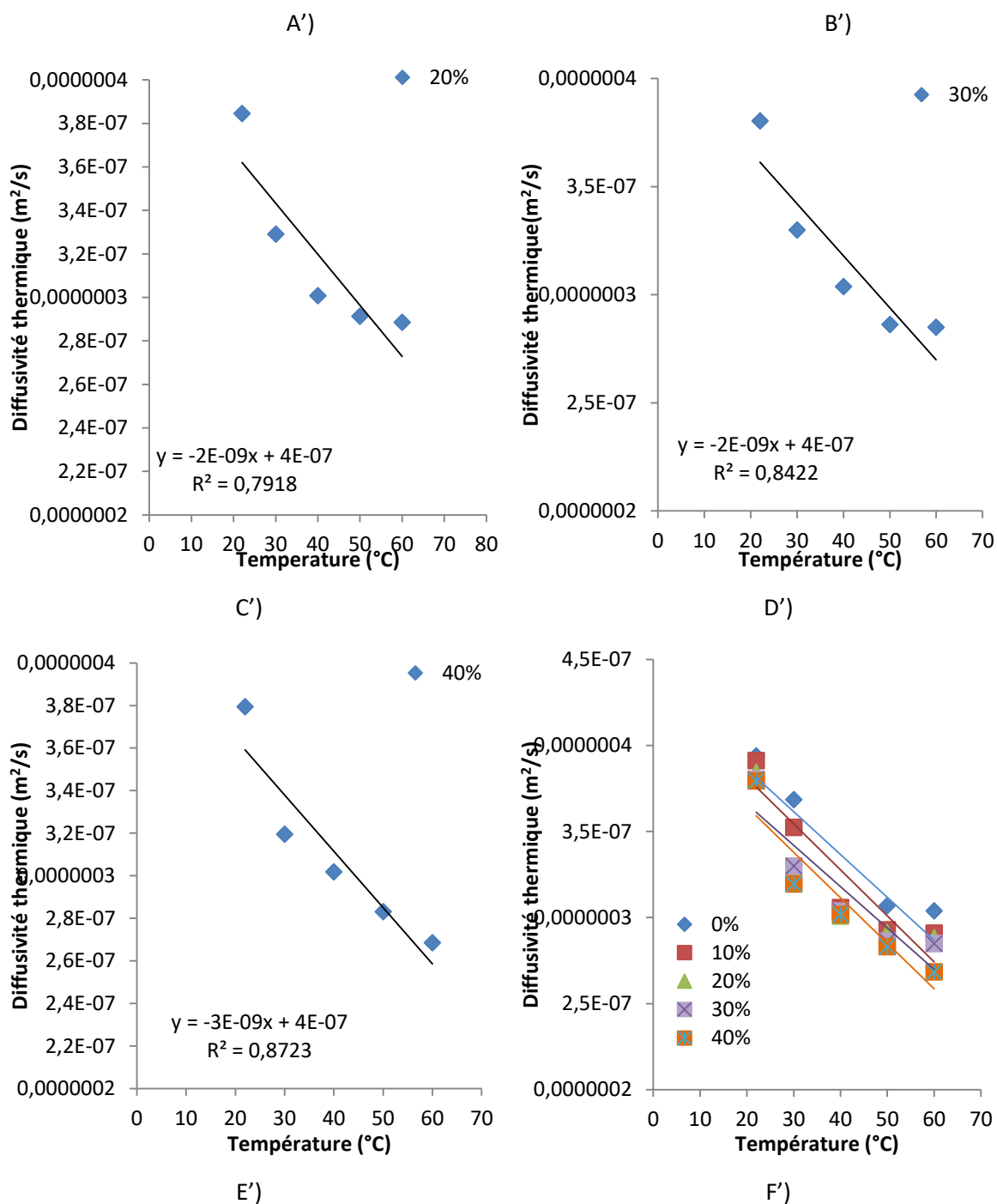


Figure. III- 92: Évolution de la diffusivité thermique en fonction de la température pour chaque teneur des déchets des schistes bitumineux (0%, 10%, 20%, 30%, 40%).

Les courbes de la figure III-92 A', B', C', D', E', F', montrent que la diffusivité thermique diminue avec l'augmentation de la température à différents pourcentages en schistes. Pour les échantillons $Ech_{0\%}$, $Ech_{10\%}$, $Ech_{20\%}$, $Ech_{30\%}$, $Ech_{40\%}$, le taux de diminution de ce paramètre thermique est, respectivement, de $-22,84\%$; $-25,62\%$; $-24,97\%$; $-25,09\%$ et $-29,22\%$.

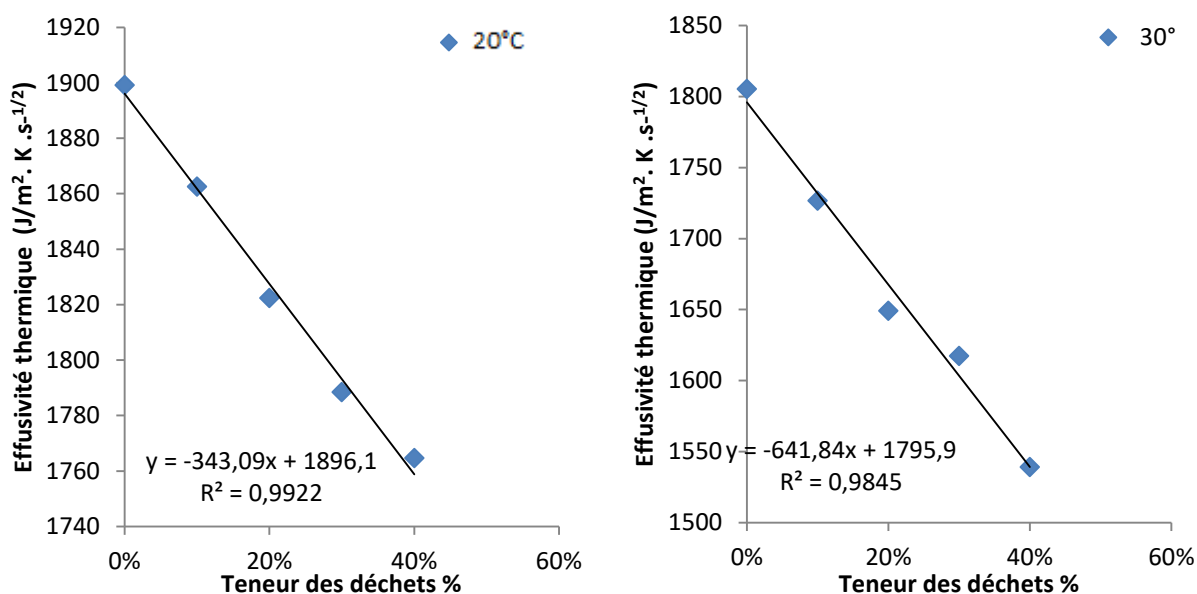
II. 3.9. Variation de l'effusivité en fonction du pourcentage des déchets

Le tableau III- 25 regroupe les résultats des mesures de l'effusivité thermique (E ($J/m^2 \cdot K \cdot s^{1/2}$)) en fonction de la teneur des déchets des schistes bitumineux (0%, 10%, 20%, 30% et 40%), à chaque température constante de : 20°, de 30°, de 40°, de 50° et de 60°C.

Tableau. III- 25: Valeurs de l'effusivité thermique en fonction du pourcentage des déchets des schiste bitumineux à chaque température (20°, 30°, 40°, 50° et 60°C).

$E \left(\frac{J}{K \cdot m^2 \cdot s^{1/2}} \right) / T (^{\circ}C)$	$E_{(20^{\circ})}$	$E_{(30^{\circ})}$	$E_{(40^{\circ})}$	$E_{(50^{\circ})}$	$E_{(60^{\circ})}$
Ech_{réf}	1899,20 ± 94,96	1805,40 ± 90,27	1612,98 ± 80,64	1588,37 ± 79,41	1538,15 ± 76,90
Ech₁₀	1862,61 ± 93,13	1726,76 ± 86,33	1566,04 ± 78,30	1507,77 ± 75,38	1488,71 ± 74,43
Ech₂₀	1822,38 ± 91,11	1649,16 ± 82,45	1517,00 ± 75,85	1450,75 ± 72,53	1416,86 ± 70,84
Ech₃₀	1788,48 ± 89,42	1617,42 ± 80,87	1493,40 ± 74,65	1429,94 ± 71,49	1388,28 ± 69,41
Ech₄₀	1764,72 ± 88,23	1539,15 ± 76,95	1454,28 ± 72,71	1375,84 ± 68,79	1287,17 ± 64,35

La figure III-93 représente les Courbes illustrant l'influence de la teneur des déchets des schistes sur l'effusivité thermique à différentes températures de mesure.



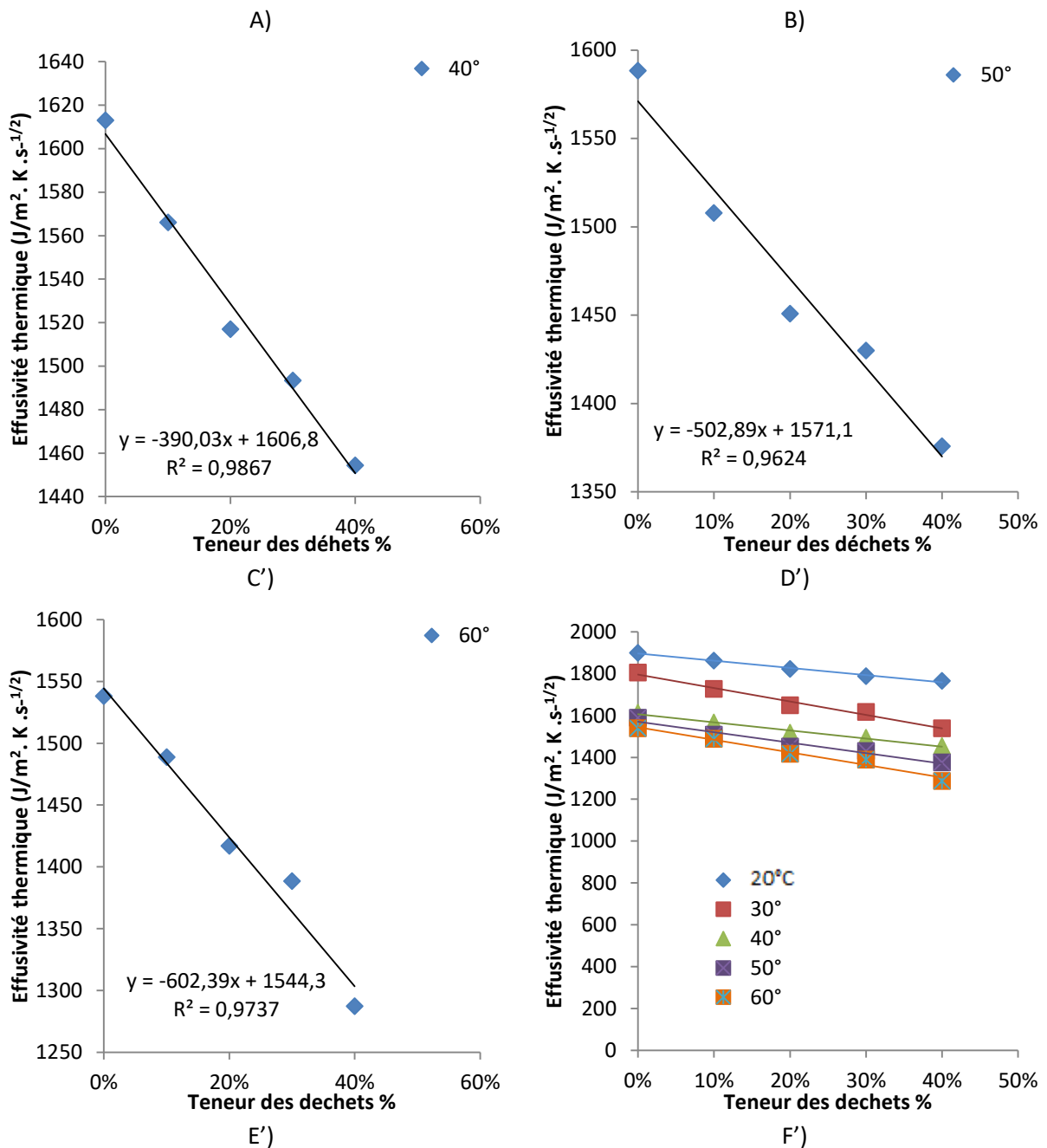


Figure. III- 93: Variation de l'effusivité thermique en fonction de la teneur des déchets des schistes bitumineux

A) Courbe à 20°C, B) Courbe à 30°C, C) Courbe à 40°C, D) Courbe à 50°C, E) Courbe à 60°C, F) Courbe de comparaison

Les résultats montrent que, plus le pourcentage des déchets des schistes bitumineux augmente plus l'effusivité thermique diminue. A température constante de 60°C, l'addition de 40 % des déchets des schistes bitumineux permet d'abaisser l'effusivité thermique de la valeur $1538,15 \text{ J/K.m}^{-2}\text{s}^{-\frac{1}{2}}$ à la valeur de $1287,17 \text{ J/K.m}^{-2}\text{s}^{-\frac{1}{2}}$ avec un taux de décroissement de $-16,31\%$. A 50°C et pour un ajout des déchets de 40%, la diminution de la

valeur de $1588,37 J/K.m^{-2}s^{-\frac{1}{2}}$ à la valeur de $1375,84 J/K.m^{-2}s^{-\frac{1}{2}}$ avec un taux de décroissement de 3,38%. À $40^{\circ}C$ et pour un ajout des déchets de 30%, la diminution de la valeur de 1612,98 à la valeur de $1454,28 J/K.m^{-2}s^{-\frac{1}{2}}$ avec un taux de décroissement de 9,83%. À $30^{\circ}C$, l'addition de 40% de déchets des schistes bitumineux a diminué l'effusivité thermique d'une valeur de $1805,40 J/K.m^{-2}s^{-\frac{1}{2}}$ à une valeur basse de $1539,15 J/K.m^{-2}s^{-\frac{1}{2}}$ avec un taux de décroissement de cette propriété thermique est de 14,74%. À $20^{\circ}C$, l'addition de 40% des déchets des schistes bitumineux, permet d'atteindre une effusivité thermique de $1764,72 J/K.m^{-2}s^{-\frac{1}{2}}$, tandis qu'elle était que de $1899,20 J/K.m^{-2}s^{-\frac{1}{2}}$, avec un taux de décroissement de 7,08%.

En conséquence, à chaque température constante d'expérimentation (figure IV- 44), l'incorporation de déchets de schistes dans le matériau de ciment fait varier l'effusivité thermique linéairement dans un intervalle de température de $22^{\circ}C$ à $60^{\circ}C$. Les propriétés thermiques de ce composite présentent un même comportement. Les quatre paramètres thermo-physiques, à savoir : la conductivité thermique, la capacité thermique, la diffusivité et l'effusivité thermique, diminuent à température constante en fonction de l'ajout de déchets des schistes bitumineux.

Les équations et les coefficients de détermination R^2 pour chaque échantillon sont :

$$y_{(22^{\circ}C)} = -343,09x + 1896,1 \quad \text{avec} \quad R^2 = 0,992 \quad [\text{II. 27}]$$

$$y_{(30^{\circ}C)} = -641,84x + 1795,9 \quad \text{avec} \quad R^2 = 0,984 \quad [\text{II. 28}]$$

$$y_{(40^{\circ}C)} = -390,03x + 1606,8 \quad \text{avec} \quad R^2 = 0,986 \quad [\text{II. 30}]$$

$$y_{(50^{\circ}C)} = -502,89x + 1571,1 \quad \text{avec} \quad R^2 = 0,962 \quad [\text{II. 31}]$$

$$y_{(60^{\circ}C)} = -602,39x + 1544,3 \quad \text{avec} \quad R^2 = 0,973 \quad [\text{II. 32}]$$

II. 3. 10. Variation de l'effusivité en fonction de la température

Nous avons aussi étudié la variation de l'effusivité thermique des mortiers de différents pourcentages (0%,10%, 20%,30% et 40%) en fonction de la température variable

(20°, 30°, 40°, 50° et 60°C). Le tableau III-25, ci-dessus, et les courbes de la Figure III-94, ci-après, illustrent l'ensemble des résultats obtenus.

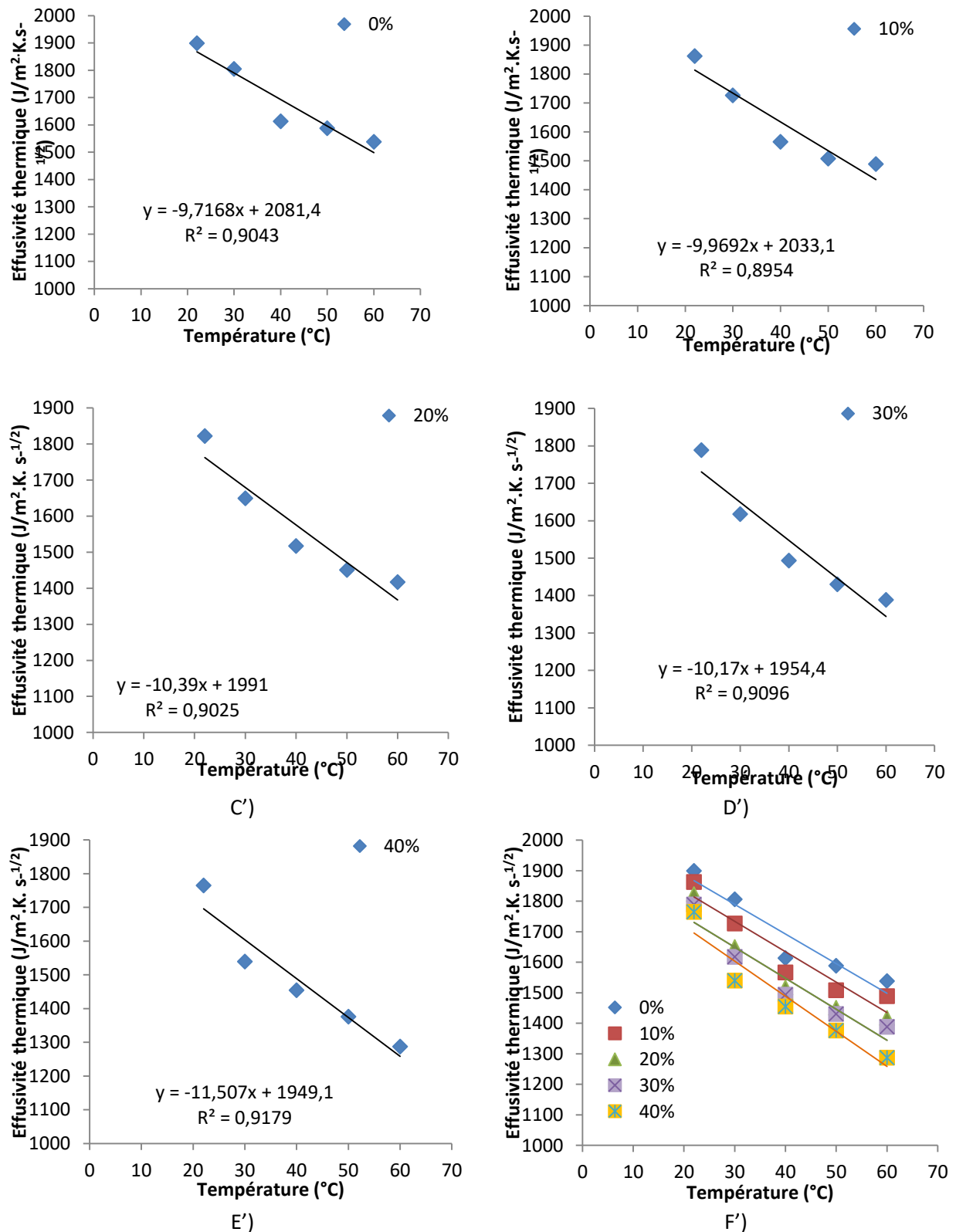


Figure. III- 94: Variation de l'effusivité thermique pour les échantillons stabilisée par les déchets des schistes bitumineux (Ech0%, Ech10%, Ech20%, Ech30% et Ech40%) en fonction de la température

À partir des courbes de la figure III-94 : A', B', C', D', E', F' , on constate, que l'effusivité thermique décroît avec la température pour différentes teneurs constantes de déchets. La figure V-18 présente l'ensemble des courbes à différentes températures et à différents pourcentages. On remarque que l'effusivité thermique diminue avec l'augmentation de la température et l'augmentation du pourcentage.

En effet, lorsque la température varie de 20°C à 60°C , on constate pour l'échantillon de référence $Ech_{réf}$ (100% de ciment), l'effusivité thermique diminue de $1899,20 \text{ J/K} \cdot \text{m}^{-2} \text{ s}^{-\frac{1}{2}}$ à la valeur faible de $1538,15 \text{ J/K} \cdot \text{m}^{-2} \text{ s}^{-\frac{1}{2}}$, avec un taux de décroissement de $-19,01\%$. Pour l'échantillon $Ech_{10\%}$ (Ciment contenant 10% des déchets des schistes bitumineux), l'effusivité thermique diminue de $1862,61 \text{ J/K} \cdot \text{m}^{-2} \text{ s}^{-\frac{1}{2}}$ à la valeur de l'ordre de $1488,71 \text{ J/K} \cdot \text{m}^{-2} \text{ s}^{-\frac{1}{2}}$, avec un taux de décroissement de $-20,07\%$. Pour l'échantillon $Ech_{20\%}$ (Ciment contenant 20% des déchets des schistes bitumineux), l'effusivité thermique a été réduite de $1822,38 \text{ J/K} \cdot \text{m}^{-2} \text{ s}^{-\frac{1}{2}}$ à $1416,86 \text{ J/K} \cdot \text{m}^{-2} \text{ s}^{-\frac{1}{2}}$, avec un taux de décroissement de $-22,25\%$. Pour $Ech_{30\%}$ (Ciment contenant 30% des déchets des schistes bitumineux) l'effusivité thermique a été diminuée de $1788,48 \text{ J/K} \cdot \text{m}^{-2} \text{ s}^{-\frac{1}{2}}$ à $1388,28 \text{ J/K} \cdot \text{m}^{-2} \text{ s}^{-\frac{1}{2}}$. Avec un taux de décroissement de $-22,37\%$. Pour $Ech_{40\%}$ (Ciment contenant 40% des déchets des schistes bitumineux), l'effusivité thermique a diminuée de $1764,72 \text{ J/K} \cdot \text{m}^{-2} \text{ s}^{-\frac{1}{2}}$ jusqu'à $1287,17 \text{ J/K} \cdot \text{m}^{-2} \text{ s}^{-\frac{1}{2}}$. Le avec un taux décroissement de $-27,06\%$.

CONCLUSION

Au cours de ce chapitre, nous avons étudié le comportement thermo-physique des mortiers contenant des déchets de schistes bitumineux (Ciment + déchets des schistes) pour des pourcentages en déchets allant de 0%, 10%, 20%, 30%, 40%. Pour ce faire, nous avons utilisé l'appareil CT-METER à intervalle de température bien déterminé allant de 20°C à 60°C .

Les mesures qui ont été faites pour les échantillons des mortiers montrent que ces propriétés dépendent fortement de plusieurs paramètres : la compacité, la masse volumique et la température. De même, ces propriétés dépendent du taux d'incorporation des composés minéralogiques du matériau. L'incorporation des déchets de schistes au mortier permet de

diminuer la conductivité thermique, l'effusivité et la diffusivité du matériau. Donc, les mortiers contenant des déchets de schistes bitumineux peuvent être utilisés dans le domaine de l'isolation thermique et de l'efficacité énergétique.

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à la valorisation et l'évaluation des schistes bitumineux du gisement du TIMAHDIT au MAROC. Un tel matériau est riche en matière organique insoluble et à des concentrations suffisantes pour, d'une part extraire du gaz ou du pétrole (source d'énergie) et d'autre part, l'utiliser comme matériau de construction dur.

Le présent travail a été scindé en deux grandes parties :

- L'étude des propriétés minéralogiques, chimiques, pétro-physiques et thermiques des schistes bitumineux pour les couches *M, X et Y* .
- L'étude des propriétés thermiques des déchets schistes bitumineux sous forme de mortier (Ciment + déchets de schiste) à différentes températures.

Cette étude expérimentale a été réalisée en utilisant plusieurs méthodes :

- Pour l'étude de caractérisation des propriétés minéralogiques, chimiques et pétro-physiques, les méthodes sont, respectivement, la Diffraction pas des rayons *X (DRX)*, l'analyse par spectroscopie (*IRTF*), par l'analyse thermique en simultanée *ATG/ATD* et par Microscopie Electronique à Balayage *MEB* et par analyse microchimique *EDX* , par la prosimètre par intrusion de mercure et par d'essai ultrasons *UTM* et par la perméabilité.
- Pour l'étude des propriétés thermo-physiques, les méthodes sont : la méthode *TCS*, et *CT-Mètre*.

Les études de caractérisations nous a permis de déterminer le traitement approprié en vue d'une valorisation de ces schistes. Les propriétés pétro-physiques de 15 échantillons ont été mesurées et analysées sur la base des pourcentages de 15,5%, 18,5% et 21,6% de la teneur en matière organique, correspondant respectivement aux couches *M, X et Y* du schiste bitumineux de TIMAHDIT.

Nous avons utilisé les méthodes *TCS et UTM*, la porosité par injection par mercure et la perméabilité pour étudier la variation des propriétés pétro-physiques des échantillons. L'analyse des résultats obtenus a confirmé que, compte tenu des imprécisions de mesure, et quelle que soit la couche étudiée, la conductivité thermique λ et la diffusivité thermique *D* restent remarquablement stables, alors qu'en passant de la couche *M* à la couche *Y*, les

vitesse V_P et V_S diminuent linéairement, avec des valeurs de V_P systématiquement supérieures à celles de V_S .

La porosité par mercure permet d'avoir des informations sur l'architecture du réseaux poreux connecté des matériaux. A travers cette étude, nous avons pu déterminer les différents seuils d'accès de la porosité puis la détermination de la porosité totale (PT), la porosité libre (PL) et la porosité piégée (PP). Nous remarquons que la porosité piégée (PP) est relativement élevée par rapport à la porosité libre (PL) dans les trois couches.

La porosité piégée est partiellement élevée par rapport à la porosité libre, ceci montre qu'il y a une forte hétérogénéité dans les formes de la porosité qui peuvent être liées à l'hétérogénéité de la granulométrie (mauvais classement) des faciès.

D'un autre côté, si l'augmentation de porosité correspondait à la seule augmentation du diamètre des pores (diamètre d'accès constant), l'impact sur la perméabilité serait limité : c'est uniquement la capacité de stockage, et par conséquent le volume poreux mesuré par injection de mercure qui varierait.

D'une manière générale, la valeur maximale de la perméabilité décroît avec l'augmentation progressive de la porosité. Et comme la porosimètre par injection de mercure montre une augmentation des diamètres d'accès depuis la couche M jusqu'à couche Y. On peut en déduire que les porosités présentent des valeurs élevées pour les couches ayant un rapport élevé de la matière organique et que la perméabilité décroît avec l'augmentation de la teneur en MO. Ce comportement est un signe sans doute de l'influence de la tortuosité sur les propriétés de transport du milieu.

Un examen de la variation du rapport $\frac{V_P}{V_S}$ en fonction du contenu en MO montre que cette variation est d'autant plus importante que la teneur en MO est faible. De même, le rapport $\frac{V_P}{V_S}$ est plus élevé lorsqu'il dépasse 30% de la calcite. Pour les schistes bitumineux de Timahdit, on a montré que la minéralogie connue des couches M et Y est, respectivement, de 41% et 39% de la calcite. Ceci confirme nos résultats concernant la diminution significative de 1,89 à 1,51 du rapport $\frac{V_P}{V_S}$ entre les deux couches M et Y. Le rapport $\frac{V_P}{V_S}$ peut donc être utilisé comme indicateur de teneur en matière organique des couches.

La caractérisation thermo physique des échantillons de schistes bitumineux pour les trois couches a été faite à température variable (de 20°C à 60°C). On note que l'effusivité thermique D varie dans le même sens que la masse volumique ρ . La conductivité thermique λ et l'effusivité thermique E varie aussi dans le même sens que la masse volumique.

Finalement, pour la valorisation énergétique des déchets de ces matériaux de schistes bitumineux, nous avons étudié les propriétés thermo-physiques des mortiers constitués de déchets des schistes bitumineux et du ciment à température variable (de 20°C à 60°C). Ces mortiers réalisés au Laboratoire sont conçus à partir du ciment et des déchets de schistes avec différents pourcentages allant de 0 %, 10%, 20%, 30%, à 40%, respectivement. Le ciment seul à 0% est pris comme référence des propriétés thermo-physiques dans le but de connaître l'évolution de la conductivité du mortier en fonction du pourcentage des schistes. Ainsi, à la suite de ces mesures qui ont été faites sur les échantillons de mortiers, on en déduit que la conductivité thermique, la capacité thermique, la diffusivité thermique, l'effusivité thermique et la masse volumique décroissent quand la température augmente. Ces propriétés dépendent fortement de plusieurs paramètres : la compacité, la masse volumique, la température et du taux d'incorporation des éléments minéralogique du matériau.

Enfin on peut conclure d'après ces résultats, que l'incorporation des déchets de schistes dans les mortiers permet de diminuer la conductivité thermique, l'effusivité et la diffusivité du matériau. Par conséquent, les mortiers contenant des déchets de schistes bitumineux peuvent être utilisés dans le domaine de l'isolation thermique et de l'efficacité thermique.

En termes de perspective de ce travail, on peut étendre cette recherche à la caractérisation des schistes des autres régions marocaines. Nous pensons aussi entamer une étude des propriétés thermo-physiques et mécaniques des mortiers de schistes à différentes teneurs de déchets de schistes et aussi de sable ou de graviers. Un autre volet relatif à ce travail est l'étude théorique des schistes et de mortiers de schistes basé sur la modélisation mathématique et la simulation numérique des propriétés mécaniques et thermiques.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Moine E. C. Nouvelle approche de l'étude cinétique non-isotherme de pyrolyse et d'oxydation des schistes bitumineux d'origines Marocaines (Thèse de doctorat), Université Mohammed V, Rabat, 2018.
- [2] Allen K. G., Von Backström T. W., Kröger D. G., and Kisters F. M. Rock bed storage for solar thermal power plants: rock characteristics, suitability, and availability. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, Vol. 126, pp.170–183, 2014.
- [3] Hoffman J. F. Stockage thermique pour centrale solaire thermodynamique à concentration mettant en œuvre des matériaux naturels ou recyclés (Thèse de doctorat). Université de Perpignan, France, 2015.
- [4] Suanez S. http://pageperso.univ-brest.fr/~suanez/Pg_Cours/Cours.htm (website). Cours d'un enseignant chercheur du CNRS sur le net., 2015.
- [5] Nagra. Coopérative nationale pour l'élimination des déchets radioactifs, Wettingen, conçu par Franca Moser, ancienne employée de Nagra Troisième édition : 2016. <https://www.nagra.ch/fr/roches>
- [6] Dionne J. C. Carte géotouristique. Géologie du sud du Québec, du bas Saint-Laurent et de la Gaspésie. Ministère de l'Énergie et des Ressources, Direction de l'exploration géologique et minérale, Les Publications du Québec / Assemblée de concertation et de développement de l'Estrie (ACDE). Groupe Géorex, Cahiers de géographie du Québec, vol. 37. No : 101. 385–387. ISSN 0007-9766, 1993.
- [7] Durand B. Sedimentary organic matter and kerogen. Definition and quantitative importance of kerogen. Ed. B. Durand. Editions Technip. Paris : pp. 13-34, 1980.
- [8] Saolabi A. Contribution à l'étude physico-chimique des schistes bitumineux de Tîmahdit (Maroc) : Matières organiques et Hétalloporphyrines (Thèse de doctorat). Université Mohammed V, Rabat, 1982.
- [9] Tissot B. P., Welte D. H. Petroleum formation and occurrence. Second revised and enlarged edition (Book). Springer-Verlag Berlin Heidelberg. ISBN: 978-3-642-87813-8, 1984.
- [10] Dyni J. R. Geology and resources of some world oil-shale deposits. *Oil Shale*. 20(3): pp.193-252, 2003
- [11] Hutton A. C. Petrographic classification of oil shales. *International Journal of Coal Geology*. Vol. 8. Pp. 203-231, 1987.
- [12] Hutton A. C. Classification, organic petrography and geochemistry of oil shale. University of Kentucky Institute for Mining and Minerals Research. pp.163-172, 1991.
- [13] Gouza A. Caractérisation et valorisation des schistes bitumineux de la région du Rif (Maroc) à applications environnementales (Thèse de doctorat). Université Mohammed V Rabat, Faculté des Sciences, 2017.

- [14] ONHYM. Hydrocarbure Conventionnels-Timahdite (Morocco). Available online : <http://www.onhym.com/pdf/Publications/Depliant%20Schistes%20Bitumineux>. accessed on 13 July 2020.
- [15] Altun N. E., Hiçyılmaz C., Hwang J.Y., Bauçý A. S et Kk M.V. Les schistes bitumineux dans le monde et Turquie ; rserves, situation actuelle et perspectives d'avenir : un bilan. Edit par les diteurs de l'Acadmie estonienne. Schistes bitumineux 23, N 3 : pp.211-227, 2006.
- [16] Martins M. F. The structure of a combustion front propagating in a fixed bed of crushed oil shale : co-current configuration (Thse de Doctorat). Universit de Toulouse  l'institut national polytechnique, Toulouse, 2008.
- [17] Krevelen D. W. Van and Baans C. M. E. The Elimination of Carbon Monoxide from Synthesis Gases by Absorption in Cuprous Salt Solutions. . Phys. Chem. 54. 3. pp.370–390 <https://doi.org/10.1021/j150477a011>. American Chemical Society, 1950.
- [18] Tissot et al. Nouvelles Donnes sur les Mcanismes de Gense et de Migration du Ptrole Simulation Mathmatique et Application  la Prospection. Paper presented at the 8th World Petroleum Congress, Moscow, USSR. Paper Number: WPC-14104. Published, 1971.
- [19] Chadouli K. Caractrisation ptrographique applique  la modlisation ptrolire : etude de cas (Thse de doctorat). Universit de lorraine  l'cole Doctorale : RP2E (Ressources, Produits, Procds et Environnement) et Laboratoire GeoRessources Collegium : Sciences & Technologies. 2013
- [29] Matthews R. D. The Devonian-Mississippian oil shale resource of the eastern United States. Preprint of paper presented at 16th Oil Shale Symposium Proceedings. Institute of Gas Technology. Colorado USA: pp.14-25, 1983.
- [21] Babies G and Messner J. Unconventional Oil. Polinares working paper. Grant Agreement: 224516. 2012.
- [22] Sghiori El Idrissi H., Samaouali A., El Rhaffari Y., El Alami S and Geraud Y. Characterization of the Petrophysical Properties of the Timahdit Oil Shale Layers in Morocco. <https://doi.org/10.3390/geosciences10090337>. Geosciences : 10(9). 337, 2020.
- [23] Dyni J. R. Geology and resources of some world oil-Shale deposits. U. S. Geological Survey Scientific Investigations. Report 5294: pp.21-22, 2005.
- [24] Dyni J. R., Clarke A. W., Trinnaman J. A. Survey of energy resources (22nded.). World Energy Council. Oil Shale : pp.93-123, 2010.
- [25] Doukkali A. Extraction, identification et tude physico- des Go porphyrines des schistes bitumineux de Tarfaya, synthse et tude physico-chimique de quelques drivs porphyriques de certains mtaux lourds (Thse de doctorat). Universit Mohammed V. Facult des sciences. Agdal Rabat-Maroc, 2002.
- [26] Mattauer, M.; Tapponnier, P. & Proust, F. les mcanismes de formation des chanes intracontinentales. L'exemple des chanes atlasiques du Maroc. Bulletin de la Socit Gologique de France, 7 : 521-526, 1977.
- [27] Michard A. Elments de gologie marocaine. Notes et Mmoires du Service gologique du Maroc, Sciences Gologiques. Bulletins et Mmoires pp. 325, 1976.

- [28] Choubert.G et Marcais J. Aperçu structural, in : Géologie du Maroc. Notes et Mem. Serv. géol. Maroc, 100, et 19ième Congr. Geolo. Interne., Alger, Monogr.région.,3ème série. : Maroc. 6, pp.9-73, 1952.
- [29] Dubar, G. Livret-Guide de l'excursion A34. 19eme Cong. Géol. Int., Alger, Ser. Maroc, N° 4. 1952.
- [30] Colo G. Contribution à l'étude du jurassique du moyen Atlas septentrional. 2 vol. (226 p., 22 p.-[21] p. de pl.) : fig. ; 28 cm + 1 carte pliée. Notes et Mémoires du Service Géologique. 139. Royaume du Maroc, ministère du commerce, de l'industrie, des mines, de l'artisanat et de la marine marchande, direction des mines et de la géologie (Livre). <https://www.sudoc.fr/048474800>. Division de la géologie : 1961-1964.
- [31] Fedan B. Evolution géodynamique d'un bassin intraplaque sur décrochements : le Moyen Atlas (Maroc) durant le Méso-Cénozoïque (Thèse de doctorat-Etat). Université Mohammed V. Faculté des sciences. Rabat, 338 pp. 1988.
- [32] Michard A., Saddiqi O., Chalouan A, Rjimati E.C. & Mouttaqi A. Présentation des Circuits Introduction A La Geologie Du Maroc. Ministère de l'Energie et des Mines. <https://www.geograchid.com/2016/05/Nouveaux-guides-geologiques-du-Maroc.html>. Vol 1. Notes & Mém. N°556, 2011.
- [33] Andreu B. et al. The upper Cenomanian-lower Turonian carbonate platform of the Préafricain Trough, Morocco: Biostratigraphic, paleoecological and paleobiogeographical distribution of ostracods. Cretaceous research 45, pp. 216-246, 2013.
- [34] Duee G. et al. L'accident nord moyen-atlasique dans la région de Boulemane (Maroc) : une zone de coulissement, 1977.
- [35] Zemmouri O. contribution à l'étude des schistes bitumeux des bassins crétacés du moyen atlas septentrional, Maroc (thèse 3^{ème} cycle). Université Besançon <http://archives.cnd.hcp.ma/index.php?mact=News,cntnt01,detail,0&cntnt01articleid=7427&cntnt01origid=50&cntnt01returnid=39>. P. 111. : 89-0951. N° d'ordre : 7427, 1976.
- [36] Leine L. Evaluation géologique du gisement de Tarfaya. Séminaire sur la thecnologie d'exploitation des schistes bitumineux. Rabat, pp.25-28, 1984.
- [37] Aboulkas A., El Harfi K., El Bouadili A., Benchanaa M., Mokhlisse A and Outzourit A. Kinetics of co-pyrolysis of Tarfaya (Morocco) oil shale with high -density polyethylene. Estonian Academy Publishers 24 :15-33, 2007.
- [38] Aboulkas A., El Harfi K., Nadifiyine M., Benchanaa M. Pyrolysis behaviour and kinetics of Moroccan oil shale with polystyrene. Journal of Petroleum and Gas Engineering. 2 108-117, 2011.
- [39] Atouk S. Les énergies renouvelables et les pauvres en milieu rural : le cas du Maroc (**Thèse de doctorat**). Maîtrise en environnement. Université de Sherbrooke. Québec. Canada, 2013.
- [40] Louis P. Les gisements d'hydrocarbures non conventionnels : sables bitumineux, schistes bitumineux, gaz et pétrole de schistes. Académie des Sciences et Lettres de Montpellier, pp.103-116, 2013.

- [41] Samaouali A. Processus d'altération et de Transfert De Fluides Dans Les Pierres Calcareuses Du Monument Chellah –Rabat (**Thèse de doctorat-Etat**). **Université Mohammed V**. Faculté des sciences. Rabat, 2011.
- [42] Moufakkir A. Étude Expérimentale et Modélisation Numérique de La Terre Rouge Stabilisée par de Micro-Macro Fibre en Cuivre : Caractérisation des Propriétés Thermo-physiques, Mécaniques et Analyses Chimiques Minéralogiques. (**Thèse de doctorat**). **Université Mohammed V**. Faculté des sciences. Rabat, 2021.
- [43] Danquigny C. and al. Etude expérimentale du transfert de masse en milieu poreux hétérogène (**Thèse de doctorat**). Université Louis Pasteur de Strasbourg. France. 199 pp, 2003.
- [44] Bari-Bey S., Fois M., Krupa I., Ibos L., Benyoucef B. Thermal characterization of polymer matrix composites containing microencapsulated parafin in solid or liquid state. Energy Conversion and Management. vol. 78. pp. 796-804, 2014.
- [45] Nogueira M., Ferraz W. R., Sabioni A. Diffusion of the Zn radiotracer in ZnO polycrystalline ceramics. Materials Research. Vol. 6, pp. 167-171, 2003.
- [46] Khawam A. Application of Solid-State Kinetics to Desolvation Reactions (**Thèse de doctorat**). Université de l'Iowa. Jordanie. 2007.
- [47] Paul I. C., Curtin D. Y. Thermally induced organic reactions in the solid state. Acc. Chem. Res.6(7), pp. 217-225, 1973.
- [48] Brown M. E. Introduction to thermal analysis: Techniques and applications (2nd ed). Chapter 10. Kluwer Academic Publishers, 2001.
- [49] <https://www.technoscience.net/glossaire>
- [50] Bertrand L. Etude des réservoirs géothermiques développés dans le socle et à l'interface avec les formations sédimentaires (**Thèse de doctorat**). Université de Lorraine. Nancy. France. 494 pp. 2017.
- [51] Yoro G, Godo G. Les méthodes de mesure de la densité apparente. Analyse de la dispersion des résultats dans un horizon donné. Cah. Orstom, Sér. Pédol. Vol. XXV, N°4, 1989-1990 : pp. 423-429, 1990.
- [52] Rosener M. Etude pétrophysique et modélisation des effets des transferts thermiques entre roche et fluides dans le contexte géodynamique du Soultz-sous-Forêts (Thèse de Doctorat). Université Louis Pasteur. Strasbourg. France. 207 pp., 2007.
- [53] Zinszner B, Pellerin F.M. A Geoscientist's guide to petrophysics. Publication de l'Institut Français du Pétrole (Book). 384 pp., 2007.
- [54] Haffen S. Caractéristiques géothermiques du réservoir gréseux du Buntsandstein d'Alsace (Thèse de Doctorat). Université de Strasbourg. France.391 pp., 2012.
- [55] Boughalmi S. Sédimentologie, Diagenèse Et Petrophysique Des Faciès D'intérêt Pétrolier Du Crétacé Supérieur (Turonien-Coniacien) Dans La Région De Sfax Et Dans Le Golfe De Gabès (Thèse de Doctorat). Université de Tunis El Manar. Faculté des Sciences. Tunis, 2020.

- [56] Norton D., Knapp R. Transport phenomena in hydrothermal System: the nature of porosity. *American Journal of Science*. 277, pp. 913-917, 1977.
- [57] Aharonov E., Spiegelman M., Kelemen P. Three-dimensional flow and reaction in porousmedia: implications for the Earth's mantle and sedimentary bassins. *Journal of Geophysical Research*. 102. 14821-14834, 1997.
- [58] Katsube T.J. Pore structure and pore parameters that control the radionuclide transport in crystalline rocks. Dans *Proc. Tech. Program. Int. Powder Bulk Solid Handling Proceesing* (Rosemont Illinois) CAANERS Exp. Group., Chicago, Illinois, 1981.
- [59] Géraud Y. Déformation thermomécanique et porosité des roches granitiques évolution des espaces poreux (Thèse de doctorat). Université de Provence. France. 330 p. 1991.
- [60] Surma F. Détermination de la porosité des zones endommagées autour des failles et rôle de l'état du matériau sur les propriétés d'échange fluides-roches : minéralogie, structures de porosité, caractéristiques mécaniques (Thèse de doctorat). Université Louis Pasteur. Strasbourg. France. 297 pp., 2003.
- [61] Bachari M. Les séries carbonatées du Crétacé supérieur dans la Région De Siliana et leurs variations latérales. *Sédimentologie, Stratigraphie séquentielle et intérêt pétrolier* (Thèse de doctorat). Université de Tunis el Manar. Faculté des Sciences. Tunisie, 2020.
- [62] Mehta, P. K. *Concrete structure, properties and materials*. In *Prentice-Hall international series in civil engineering and engineering mechanics*. 3rd Ed. pp. 450, 1986.
- [63] Baroghel V.B. *Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances* (Thèse de doctorat). Ecole Nationale des Ponts et Chaussées. Paris. France, 1994.
- [64] Marchand, J., Pigeon, M. *Résistance du béton à l'écaillage dû au gel en présence de sels fondants. Une revue des récents développements dans le domaine, Conférence RILEM : Conférence sur le Béton : du Matériau à la Structure*. Arles. France. pp. 207 – 238, 1996.
- [65] Maltais, Y., Marchand, J., Pigeon, M. *The influence of curing temperature on the mechanical resistance of concrete and the durability. An overview, Fourth CANMET/ACI International Conference on Durability of Concrete, Supplementary papers, Sydney, Australie*, pp. 409-433. 1997.
- [66] Mindess S., Young J.F., Darwin D. *Concrete, Second Edition*, Prentice-Hall, 644 pp, 2003.
- [67] Maltais Y. *Contribution à l'étude des mécanismes de transport ionique et de gradation chimique dans les matériaux cimentaires partiellement et complètement saturés* (Thèse de doctorat). Université Laval. Québec. Canada. 308, pp. 2006.
- [68] Delmas L. *La porosité des bétons : Influence de la formulation et de la cure sur la porosité de peau des bétons*. In *Projet de fin d'études*. INSA. Strasbourg. Edited. pp. 78., 2006.
- [69] Everett D.H. *Manual of symbols and terminology for physicochemical quantities and units, Appendix II: Definitions, terminology and symbols in colloid and surface chemistry*. *Pure and Applied Chemistry*, Vol. 31, N° 4. pp. 577-638, 1972.

- [70] El Rhaffari Y. Caractérisation thermophysique des Matériaux De Construction : Cas des pierres de monuments historiques de Rabat (Thèse de doctorat). Université Mohammed V. Faculté des Sciences. Rabat. Maroc, 2016.
- [71] Belarouf S. Contribution à L'étude Expérimentale et la Modélisation Numérique des Bétons à Agrégats Recyclés de Démolition pour les Bâtiments : Caractérisation des Propriétés Mécaniques, Thermophysiques et Analyses Chimiques-Minéralogiques (Thèse de doctorat). Université Mohammed V. Faculté des sciences. Rabat. Maroc, 2021.
- [72] Incropera F. P., Dewitt D. P., Bergman T. L., and Lavine A. S. Fundamentals of Heat and Mass Transfer (Book). John Wiley. 2007.
- [73] Bories S., Prat M., and Quintard M. Transferts de chaleur dans les milieux poreux : Conduction, convection, rayonnement. Tech. L'ingénieur. Vol. 33, pp. 1–22, 2012.
- [74] Sacadura J. F. Initiation aux transferts thermiques. Edition TEC et DOC-Lavoisier. Ed. Paris. 1993.
- [75] Ezbakhe H. Caractéristiques Thermiques et Mécaniques des Matériaux Poreux Utilisés comme Isolants Simples ou Porteurs (Thèse de Doctorat d'Etat). U.C.B Lyon I., 1986.
- [76] Parker W J., Jenkins R J., Butler C P. and Abbott G L. Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity. Journal of Applied Physics. DOI : [10.1063/1.1728417](https://doi.org/10.1063/1.1728417), Vol. 32, Issue 9, pp.1679-1684, 1961.
- [77] Cermak V. and Rybach L. Thermal properties: Thermal conductivity and specific heat of minerals and rocks, in Landolt-Bornstein Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaften und Technik. Neue Serie, G. Angenei. N° 1. pp. 305–343, 1982.
- [78] Brakel J. V. Capillary liquid transport in porous media (PhD thesis). Technische Hogeschool. Netherlands, 1975.
- [79] Stephan P. Fundamentals of Heat Transfer. VDI Heat Atlas (Book). Germany : Springer-Verlag. Berlin. books.google.com, 2010.
- [80] Naitali B. Élaboration, caractérisation et modélisation de matériaux poreux. Influence de la structure poreuse sur la conductivité thermique effective (Thèse de Doctorat). Université de Limoges. France, 2005.
- [81] Helte A. Radiative and conductive heat transfer in porous media: Estimation of the effective thermal conductivity, J. Appl. Phys. Vol. 73, 1993.
- [82] Zenabou N. N.M., Benoît A. N., Zekeng S., Rossignol S., Melo U. C., Tchamba A. B., Kamseu E. and Leonelli C. Improving insulation in metakaolin based geopolymer: Effects of metabauxite and metatalc. Journal of Building Engineering. DOI : [10.1016/j.jobee.2019.01.012](https://doi.org/10.1016/j.jobee.2019.01.012), Vol. 23, pp. 403 – 415, 2019.
- [83] Phan T. H., Julien F., Vincent P. Etude expérimentale et numérique de la conductivité thermique d'un composite chaux-chanvre. Conferance : XXX° Rencontres AUGC-IBPSA Chambéry, Savoie, vol. 6, 2012.

- [84] Xu Y., Yagi K. Automatic FEM model generation for evaluating thermal conductivity of composite with random materials arrangement. *Computational Materials Science*. Vol.30, pp.242-250, 2004.
- [85] Michel B. Morphologie microstructurale et comportement mécanique : caractérisations expérimentales, approches par bornes et estimations auto cohérentes généralisées (Thèse de doctorat). École Nationale des Ponts et Chaussées. Paris. France, 1996.
- [86] Mahfoudi N. Stockage de la chaleur dans un milieu granuleux solide (Thèse de doctorat). Université Mohamed Khider – Biskra, Faculté des sciences Algérie. 2016.
- [87] Bachar M., Azzoud L., Rabehi M., Mezghiche B. Characterization of a stabilized earth concrete and effect of incorporation of aggregates of cork on its thermomechanical properties: experimental study and modelling. *Construction and Building Materials*. Vol. 74, pp. 259-267, 2015.
- [88] Burger J., Sourieau P., Combarnous M. Récupération assistée du pétrole : les méthodes thermiques, Publications de l'Institut français du pétrole. Collection Science et technique du pétrole. no 25., Editions Technip. Paris. 1984
- [89] Bessenouci M. Z., Triki Bibi E. N., Khelladi S., Abene A. Approches théoriques de la conductivité thermique apparente du béton de pouzzolane à l'aide d'une modélisation des matériaux poreux. *Revue des Energies Renouvelables*. Vol. 14. N° 3. pp. 427-440, 2011.
- [90] Lewis T., Nielsen L. Ribbon-reinforced composites. U.S. Patent N° 3. pp.790-438, 1974.
- [91] Maxwell J.C. *Treatise on Electricity and Magnetism*. Oxford: Clarendon Press. 1873.
- [92] Flourey F., James Carson Q., Pham T. Modeling Thermal Conductivity in Heterogeneous Media with finite Element Method. *Food and Bioprocess Technology* DOI:10.1007/s11947-007-0001-6. 1(2): pp.161-170, 2008.
- [93] Collet F., Pretot S. Thermal conductivity of hemp concretes: Variation with formulation, density and water content. *Construction and Building Materials*. Vol. 65, 2014.
- [94] Agari Y., Ueda A., Nagai S. Thermal Conductivity of a Polymer Composite. *Journal of Applied Polymer Science*. Vol. 49, pp.1625-1634, 1993.
- [95] Boudenne A., Ibos L., Fois M., E. Gehin., Majeste J. Thermophysical Properties of Polypropylene/Aluminum Composites. *Journal of Polymer Sciences*. DOI:10.1002/POLB.10713. Vol.42. pp.722-732, 2004.
- [96] Progelhof R. C., Throne J. L., Ruetsch R. R. Methods for Predicting the Thermal Conductivity of Composite Systems. *Polymer engineering and science*. <https://doi.org/10.1002/pen.760160905>. Vol. 16, pp.615–625, 1976.
- [97] Torquato S. Thermal conductivity of disordered heterogenous media from the microstructure. *Rev. Chem. Eng*. Vol 4. pp.151, 1987.
- [98] Bigg D. M., Barry R. G. Thermal conductivity of heterophase polymer compositions. *Advances in Polymer Science*. Vol.119, 1995.
- [99] Hamilton R. L., Crosser O. K. Thermal conductivity of heterogeneous twocomponent systems. *Ind. Eng. Chem. Fundamen*. <https://doi.org/10.1021/i160003a005>. Vol. 1.; N°3, pp.187–191, 1962.

- [100] Sghiouri El Idrissi H., El Rhaffari Y., Nasry O., Bouhaddour N., Samaouali A. Thermo-physical characterization of oil shal from the timahdit region in morocco. *Journal of Heat and Mass Transfer*. ISSN: 0973-5763, Vol 24. N°1. pp. 97-111, 2021.
- [101] Gay, F. P. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*. Edn, 11, 2227, 1973.
- [102] Kloubek J. A new method for the investigation of porous structures using mercury porosimetry. *Powder technology*. Vol .29, pp. 89-97.1981.
- [103] Wardlaw N.C., Mckellar M. Mercury porosimetry and interpretation of pore geometry in sedimentary rocks and artificial models. *Powder Technology*. 29:127-143. 1981.
- [104] Wardlaw N.C., Taylor R. P. Mercury capillary pressure curves and the interpretation of pore structure and capillary behavior in reservoir rocks. *Bulletin of Canadian Petroleum Geology*. 24:226-272. 1976
- [105] Washburn E.W. Note on a method of determining the distribution of pores sizes in a porous material. *Proceeding of the National Academy of Science*. 7:115-116. 1921.
- [106] Li Y., Wardlaw N. C. The influence of wettability and critical pore-throat size ratio on snap-off. *Journal of Colloid and Interface Science*. 109:461-472. 1986.
- [107] Wardlaw N.C., Cassan J.P. Estimation of recovery efficiency by visual observation of pore systems in reservoir rocks. *Bulletin of Canadian Petroleum Geology* 26 : pp.572-585, 1978.
- [108] Homand, F., Duffaut, P. *Manuel de mécanique des roches*. Ecole des Mines. Paris :265, pp. 2000.
- [109] Darcy H. *Les fontaines publiques de la ville de Dijon*, Dalmont. Paris, .1856.
- [110] Debschütz W., Kruckel U., Schopper J. R. Effects of geostatitc stress and Pore pressure on the Klikenberg permeability factor and other fluid parameters. *Proceeding the Symposium "Rock at great depth"*. eds Maury & Fourmaintraux. Balkema. pp.179-185. 1989.
- [111] Klikenberg L. J. Permeability of porous media to liquid and gases. *American Petroleum Institut. Drilling and production practice*. 2: 200-213. 1941
- [112] Dal Pont S. *Lien entre la perméabilité et l'endommagement dans les bétons à haute température (Thèse de doctorat)*. 'Ecole Normale des Ponts et Chaussées. Paris. France : 222. pp., 2004.
- [113] Birch F. The Velocity of compressional Waves in Rocks to 10 kilobars, Part 1. *Journal of Geophysical Research*. 65. 1083-1102, 1958.
- [114] Zamora M., Sartoris G., Chelini W. Laboratory measurments of ultrasonic wave velocity in rock from the Campi Flegrei volcanic system and their relation to other field data. *Journal of Geophysical Research*. Vol. 99: 13553-13561, 1994.
- [115] Gong G. *Physical properties of the Alpine rocks: A Laboratory Investigation (Thèse de doctorat)*. Université de Genève. Suisse. 2005.
- [116] Gordon P. T., Samuels Joseph G. Development of discoveries in the Sfax offshore Permit, Tunisia. *Procceding of the 11 the Tunisian petroleum exploration and production conference. ETAP. Mémoire, N° 2, 7pp.65-83, 2008.*

- [117] Contraires S. Effet hydrauliques d'une injection de CO₂ en réservoir souterrain : mise au point de méthode géophysique de surface permettant de suivre ces effets (Thèse de doctorat). Institut de Physique du Globe de Paris. France. 206 pp, 2008..
- [118] Mtthieu A. Multi sale study of stone de cay by salt crystallization in porous networks. University of Cergy-Pontoise.France. 2007.
- [119] Humbert F. Analyse petrophysique et anisotropie de roches détritique dans des système compressifs en présence de failles actives: exemple des prismes de taiwanet de nankai (Thèse de doctorat). Université de cergy pontoise. France. 2010.
- [120] Riffaud J. Contribution to the modelling of P and S wave propagation velocities in clay sedimentary farmations. Internal Geophysics CR Geoscience, 340, 779-790. 2008.
- [121] Popov Y. A., Berezin V.V., Seminov V.G., Korosteliiov V. M. Complex detailed investigation of the thermal properties of rocks on the basis of a moving point source. Physics of the solid Earth. Vol.21, pp. 64-70. 1985.
- [122] Popov Y. A., Pribnow D. F. C., Sass J. H., Williams C. F., Burkhardt H. Characterization of rock thermal conductivity by high resolution optical scanning. Geothermics. 28:253-276. 1999.
- [123] Popov Y. A., Seminov V. G., Korosteliiov V. M., Berezin V. V. None-contact evaluation of thermal conductivity of rocks with the aid of a mobile heat source, Physics of the solid Earth. 19:563-567, 1983.
- [124] Carslaw H. S., Jaeger J. C. Conduction of Heat in Solids. Oxford. New York: Oxford. University Press.1986.
- [125] Palayangoda S. S., Nguyen Q. P. An ATR-FTIR procedure for quantitative analysis of mineral constituents and kerogen in oil shale. Oil Shale, 29(4) 344-56, 2012.
- [126] Al-Otoom A. Y., Shawabkeh R. A., Al-Harabsheh A. M., Shawaqfeh A. T. The chemistry of minerals obtained from the combustion of Jordanian oil shale. Energy.30(5):611-619, 2005.
- [127] Muhamad A. F., El Salmawy M. S., Abdelaala A. M., Sameah S. El-Nakheil Oil shale: Material characterization and effect of acid leaching. Oil Shale. 28(4):528-547, 2011.
- [128] Altun N. E., Hwang J-Y., Hicyilmaz C. Enhancement of flotation performance of oil shale cleaning by ultrasonic treatment. Int. J. Miner. Process. 91(1):1-13, 2009.
- [129] Khouya E., Fakhi S., Hannache H., Abbe J. C., Andres Y., Naslain R., Pailier R., Nourredine A. New adsorbents from oil shales: Preparation, characterization and U, Thisotope adsorption tests. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry.Vol. 260. No. 1 159–166, 2004.
- [130] Barkia H., Belkbir L., Jayaweera S. Non-isothermal kinetics of gasification by CO₂ of residual carbon from timahdit and tarfaya oil shale kerogens. JTAC. 76. 623–632. 2004.
- [131] Ziyad M., Garnier J. P. P., Halim M. Nonisothermal kinetics of H₂S and H₂ generation from Timahdit oil shale. Fuel. 65. 715–720, 1986.
- [132] Katz A. J., Thompson A. H. Quantitative Prediction of Permeability in Porous Rock. Physical Review. 24:8179-8181, 1986.

- [133] Al-Tooqi S., Ehrenberg S.N., Al-Habsi N., Al-Shukaili M. Reservoir rock typing of Upper Shu'aiba limestones, northwestern Oman. *Petroleum Geoscience*. 20(4): pp.339-352, 2014.
- [134] Ehnenberg S. N., Eberli G. P., Keramati M., Moallemi S. A. Porosity permeability relationships in interlayered limestone-dolostone reservoirs. *American Association of Petroleum Geologists : AAPG*. 90(1): pp.91-114, 2006.
- [135] El Husseiny A., Vanorio T. Porosity-permeability relationship in dual-porosity carbonate analogs porosity permeability of carbonates. *Geophysics*, 82(1): MR65-MR74, 2016.
- [136] Lucia F. J. Carbonate reservoir characterization. Springer. Berlin. 226, pp. 1999.
- [137] Kassab M. A., Abu Hashich M. S., Nabawy B. S., Elnaggar O. M. Effect of kaolinite as a key factor controlling the petrophysical properties of the Nubia sandstone in central Eastern Desert, Egypt. *Journal of African Earth Sciences*. 125:103-117. 2017
- [138] Njahi Z., Kassabi N., Touir J. Porosity and reservoir potentiality of the Cherahil Formation limestone (middle-upper Eocene) in the Gulf of Gabes (Tunisia). *Journal of African Earth Sciences*. 131:166-178. 2017
- [139] Salah M. K., El Ghandour M. M., Abdel-Hameed A. M. T. Effect of diagenesis on the petrophysical properties of the Miocene rocks at the Qattara Depression, north Western Desert, Egypt. *Arabian Journal of Geosciences*. 9(5):329. 2016
- [140] Malvault G. Détermination expérimentale de la distribution de taille de pores d'un milieu poreux par l'injection d'un fluide à seuil ou par analyse fréquentielle (Thèse de doctorat). Institut des Sciences et Technologies, 178pp., 2013.
- [141] Al-Marzouqi M., Budebeds S., Sultan E. Resolving carbonate complexity. *Oilfield Review*. Schlumberger. 22 (2): 40-55, 2010.
- [142] Wardlaw N. C. Pore geometry of carbonate rocks as revealed by pore casts and capillary pressure – *Amer. Assoc. Petrol. Geol. Bull.* 60. (2), pp. 245-257, 1976.
- [143] Dullien F. A. L. Porous Media - Fluid transport and pore structure – Academic press. New York. 396 pp., 1979.
- [144] NETTO A. S. T. Pore-size distribution in sandstones – *Amer. Assoc. Petrol. Geol. Bull.* 77. (6), pp. 1101-1104, 1993.
- [145] Rousset Tournier B. Transferts par capillarité et évaporation dans des roches : rôles des structures poreuses (Thèse de doctorat). Université Louis Pasteur de Strasbourg. France. 204 pp., 2001.
- [146]. Wang X. Q., Schubnel A., Fortin J., David E. C., Guéguen Y. Ge, H.K. High Vp/Vs ratio: Saturated cracks or anisotropy effects? *Geophys. Res. Lett.* 39, 2012.
- [147] Sadiki A., Kaminsky W., Halim H., Bekri O. Fluidised bed pyrolysis of Moroccan oil shales using the hamburg pyrolysis process. *JAAP*. 70. 427–435, 2003.
- [148] Dyni J. R. Geology and resources of some world oil-shale deposits. *USGS Sci. A Chang. World*. 20. 223. 2003

- [149] Haffen S., Géraud Y., Rosener M., Diraison M. Thermal conductivity and porosity maps for different materials: A combined case study of granite and sandstone. *Geothermics*. 66, pp. 143–150. 2017.
- [150] ANGERS D. A., SIMARD R. R. relations entre la teneur en matière organique et la masse volumique apparente du sol. *Canadian Journal of Soil Science*. <https://doi.org/10.4141/cjss86-074>. 1986.
- [151] Lecomte A., Mechling J. M. Compacité des mélanges et propriétés des grains, bulletin des laboratoires ponts et chaussées· 220. Réf. 4232, pp. 21-33, 1999.
- [152] Jiang Y., Ling T. C., Mo K. H., and Shi C. A critical review of waste glass powder--Multiple roles of utilization in cement-based materials and construction products. *J. Environ. Manage.* vol. 242. pp. 440–449, 2019.
- [153] Zhang L., Gustavsen A., Jelle B. P., Yang L., Gao T., and Wang Y., “Thermal conductivity of cement stabilized earth blocks,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 151, pp. 504–511, 2017.