

ELE R.E.
D. EXPLOR.
LABORATOIRE EXPLORATION

~~SECRET~~
Nos-A0503
~~SECRET~~

SONDAGE FRIGG, N° 3 (NORVEGE)

25/1-3

ETUDE GEOCHIMIQUE DE LA FORMATION DE FRIGG

~~EEF AQUITAINE NORGE A/S
RESERVOIR DEPARTMENT
FILING COPY
A SHADOW MUST REPLACE THIS
COPY WHEN REMOVED FROM FILES
Reception or dispatching Date:
Date of loading in Bibyis 210962
Field or well: Filing code: *25/1-3*~~
Acc. No. 80-21
W. H. Hres 2

03-D-31 n°2/669 R
/ca

J. du ROUCHET
Juillet 1972

1 - METHODES D'ETUDE - MESURES ET ANALYSES FAITES

Cette étude est un essai de traitement d'un problème de distribution des fluides dans un réservoir gazéifère et pétrolifère par les techniques modernes de la géochimie organique.

Toutes les mesures ont été faites sur des échantillons sûrement représentatifs, très peu ou pas pollués : la Formation de FRIGG a en effet été carottée en continu à FRIGG n° 3.

La zone étudiée se situe entre 1950 et 2004 m.

Les techniques analytiques mises en oeuvre ont été les suivantes :

- L'extraction au chloroforme en soxhlets : 16 mesures de teneurs en "MOE" (ou autrement dit : bitume chloroformique) ont été faites ; on sait que l'extrait chloroformique contient en plus de l'huile des composés aromatiques lourds, résines et asphaltènes. Cette méthode est adaptée à la localisation des interfaces gaz-huile et huile-eau et des zones de transition correspondantes.
- La mesure des teneurs en carbone organique insoluble au chloroforme (COI) : les 16 échantillons précédents ont été traités ; la mesure du COI permet l'estimation des teneurs en matière organique syngénétique : dans la Formation de FRIGG de FRIGG n° 3 la matière organique syngénétique est en teneurs négligeables ; pour l'interprétation c'est une circonstance simplificatrice très importante même presque indispensable.
- L'extraction au mélange Méthanol - Benzène a été faite sur les 16 échantillons lavés au chloroforme : l'extrait au Méthanol - Benzène (M.B.) comprend des composés hydrocarbures encore plus condensés et plus hétéroatomiques que les asphaltènes de la MOE et aussi des molécules organiques relativement légères mais fortement polaires qui, plus ou moins fortement adsorbées par les surfaces solides, ne sont pas "détachables" par le chloroforme, solvant peu polaire. Les composés organiques polaires jouent un rôle très important dans la mise en place et la distribution des fluides hydrocarbonés dans les réservoirs par leurs effets tensioactifs : une teneur de 0,2 % de la plupart des agents tensioactifs suffit à abaisser la tension interfaciale eau-huile minérale de ~~#~~ 40 dyne/cm à 3-10 dyne/cm ; la même concentration d'agents tensioactifs abaissera la tension interfaciale eau-gaz de ~~#~~ 60 dyne/cm à ~~#~~ 30 dyne/cm (cf. rapport : Mouillabilité - Tensions Interfaciales et Migrations primaires - J. du ROUCHET - Octobre 1971).
- L'analyse élémentaire C, H, N, O des extraits chloroformiques et des extraits au Méthanol-Benzène : 8 échantillons ont été analysés (MOE et MB). Le rapport atomique H/C permet d'apprécier le degré de condensation chimique, lié pratiquement à la masse moléculaire ; O/C donne l'importance de l'oxygénation, caractère primitif ou effet d'une altération oxydante ; N/C donne la richesse en azote, c'est un caractère toujours primitif.

.../...

Ainsi un extrait au Méthanol - Benzène présentant des rapports H/C, O/C, N/C relativement élevés pourra être considérée comme riches en "petites" molécules hétéropolaires donc tensioactives ; au contraire, des faibles valeurs correspondront à un extrait surtout composé de molécules de type asphaltène (carhènes et carhénoides).

- L'analyse de "Constitution" des extraits chloroformiques complétée par l'analyse chromatographique détaillée de la fraction "Huile saturée" : 5 bitumes chloroformiques ont été traités (K1-1957 m ; K2-1969 m ; K2-1980,5 m ; K3-1991,1 m ; K3-2001 m).
On sait que ces analyses sont la base de l'identification des huiles et des extraits chloroformiques de roches.
 - La constitution est une fragmentation par chromatographie liquide d'adsorption sur alumine ; elle aboutit au dosage des 4 "constituants" fondamentaux du bitume chloroformique :
 - * Asphaltènes) Constituants polyaromatiques hétéroatomiques
 - * Résines) bien représentés dans les extraits de roche
 - * Huile saturée) Constituants principaux des bruts
 - * Huile aromatique)

Dans les bruts, les résines sont assez généralement primitives ; par contre, les asphaltènes sont généralement le résultat d'une asphaltisation oxydante, au moins au-dessus d'une teneur de ~~#~~ 2 %.

L'analyse de Constitution s'interprète avec le diagramme ternaire de LOUIS (Asphalte, Malthe, Huile).

- Le chromatogramme de l'"Huile saturée" est une véritable fiche d'identification pour l'huile (chromatographie de partage en colonne capillaire).

2 - RESULTATS

L'essentiel des résultats a été reporté sur un log synthétique au 1/200ème : à côté des graphes de mesures et d'indices géochimiques ce document comporte les diagraphies de Résistivité, de Porosité Neutron et de Gamma Ray ainsi que les logs de Porosité, Perméabilité et Saturations en fluide établis à partir des mesures faites au Laboratoire D.R.T.E.N.

L'interprétation se réfèrera constamment à ce document synthétique.

2.1 - COMMENTAIRE DU LOG DE MOE

La distribution verticale des MOE présente des discontinuités intéressantes, de haut en bas :

Avec l'échantillon 1957 m la MOE passe de ~~#~~ 500 ppm à plus de 1000 ppm : cette discontinuité corrèle avec l'entrée dans la partie du réservoir fortement saturée en gaz (si on admet une erreur de calage diagraphie - carotte de l'ordre de 0,5 m).

.../...

Avec l'échantillon 1969 m la MOE saute de moins de 3000 ppm à presque 16.000 ppm : c'est l'entrée dans la zone de transition gaz-huile.

A "1972,8 m" la MOE passe à 27.000 ppm : cette valeur correspond à l'entrée dans la zone à huile.

A "1982 m" la MOE tombe de 21.000 ppm à 3000 ppm : c'est l'entrée dans la zone à eau (si on suppose l'erreur de calage de 0,5 m).

Dans la partie aquifère du grès, des teneurs plus fortes en extractibles interviennent localement (à 2.001 m et 2.004,5 m) ; ces MOE "anormales" ne corrélaient avec aucun des autres paramètres, diagraphies ou mesures pétrophysiques.

2.2 - COMPOSITION DES HUILES (cf. Pl. 3 et 4)

L'analyse par chromatographie de partage en phase gazeuse en colonne capillaire des fractions "Huile saturée" de 5 extraits chloroformiques des grès a mis clairement en évidence le caractère essentiellement homogène de l'huile du gisement (cf. Pl. 3).

Mais les analyses de Constitution ont montré des variations intéressantes dans les teneurs en résines et asphaltènes et également dans les proportions relatives d'huile aromatique et d'huile saturée (rapport Saturés/Aromatiques - S/A - assez variable) :

- Dans la zone à gaz à 1957 m le bitume chloroformique est un "Malthé" (23 % de résines, 2,4 % d'asphaltènes) et l'huile de ce Malthé a un rapport S/A = 2,57.
La fluorescence (1951,2 et 1954 m) est très faible.
- Dans la zone à huile à 1969 m le bitume chloroformique est une "Huile" ; le rapport S/A = 3,2 ; le bitume est très fluorescent (jaune orangé).
- A 1980,5 m le bitume chloroformique est un "Asphalté" (32 % de résines, 7,7 % d'asphaltènes) ; le rapport S/A monte à 4,79 %.

La teneur en extrait au Méthanol - Benzène est de 1060 ppm contre 240 et 170 ppm à 1978 et 1982 m. Il semble qu'il y ait eu asphaltisation de l'huile (peut-être à cause de la proximité du plan d'eau).

L'analyse élémentaire de l'extrait chloroformique de 1980,5 m a en effet donné une teneur en oxygène légèrement supérieure à la moyenne (cf. Pl. 3).

- Dans la zone aquifère les deux bitumes chloroformiques analysés 1991,1 et 2001 m ont une constitution analogue : Huiles proches de Malthes (1,2 et 3 % d'asphaltènes, 21 et 29 % de résines) ; les rapports S/A sont égaux à 2,41 et 3,03.

Dans la zone aquifère la fluorescence est faible, brun à peine orangé (1994 m, 1997 m, 2004,5 m). A 1982 m, la fluorescence est déjà moins vive et moins orangée, elle fait transition.

Toutes les différences de constitution qui viennent d'être décrites sont relativement mineures du point de vue composition globale et ne mettent pas en cause des différences d'origine. Elles sont très probablement dues à des altérations postérieures à la mise en place et aussi probablement à des ségrégations au moment de la mise en place.

2.3 - COMMENTAIRE DE LA DISTRIBUTION VERTICALE DES TENEURS EN EXTRAIT AU METHANOL - BENZENE (cf. Pl. 1 et 2)

Rappelons que les teneurs en matière organique syngénétiques sont négligeables dans la Formation de FRIGG, sauf à 1951,2 m et 1991,1 m. La distribution verticale des teneurs en extrait au Méthanol - Benzène (M.B.) a été étudiée à partir de 3 graphes :

- graphe de M.B.
- graphe du rapport $(M.B./MOE + M.B.) 100$
- graphe du rapport $M.B./COI$

C'est ce dernier graphe qui est le plus significatif.

- Le graphe du rapport $M.B./COI$ montre une décroissance régulière de "1954 m" à "1978 m" (8 échantillons) de la valeur 1,6 à 0,6 (on ne tient pas compte de l'échantillon "1951,2" qui contient certainement de la matière organique syngénétique).

A "1954 m" et "1960 m" une part notable du COI est donc composée d'extractibles au mélange Méthanol - Benzène.

A 1980,5 m dans le niveau asphaltisé, déjà discuté, le rapport MB/COI est de 2,65 ; compte tenu des erreurs de mesure, tout le COI est là, très probablement, de l'extractible au Méthanol - Benzène.

Dans la zone aquifère le rapport $M.B./COI$ est inférieur à 1 ; il croît régulièrement de "1994 m" à "2004,5 m", de 0,2 à 1,0, peut-être en liaison avec la montée, moins régulière, de la MOE.

- Le graphe du rapport $(M.B./MOE + M.B.) 100$ révèle que l'extractible au Méthanol - Benzène forme plus de 40 % de la matière organique soluble de "1951 m" à "1957 m" ; en dessous, dans la partie de la zone gazéifère où les saturations en gaz sont beaucoup plus fortes, ce rapport tombe à 15 et 20 %.
- Dans la zone à huile le rapport $(M.B./MOE + M.B.)$ est évidemment faible, de 1 à 10 %.

2.4 - COMMENTAIRE DES VARIATIONS DE LA COMPOSITION ELEMENTAIRE C.H.N.O. DES EXTRAITS AU METHANOL - BENZENE (cf. Pl. 1 et 2)

Les graphes des rapports atomiques H/C, O/C, N/C décroissent régulièrement de "1954 m" à "1980,5 m".

Les extraits au Méthanol - Benzène deviennent donc de haut en bas progressivement moins riches en hétéroatomes, et donc probablement moins polaires ; ils s'enrichissent parallèlement en molécules lourdes de type asphaltène (décroissance du rapport H/C).

La proportion des molécules organiques, non solubles dans le chloroforme parce que trop polaires, diminue au profit des molécules non solubles parce que trop lourdes.

Enfin il y a une légère diminution des teneurs M.B., du haut vers le bas, dans la "bonne partie" de la zone gazéifère et dans la zone pétrolifère : on constate donc qu'il y a une accumulation des molécules hétéroatomiques, légères ou moyennes, dans la partie supérieure du réservoir.

L'extrait M.B. de "1980,5 m" est particulièrement pauvre en H, O, N : on a vu qu'il correspondait à un échantillon asphaltisé ; l'analyse élémentaire prouve que cette asphaltisation est essentiellement une condensation chimique avec oxydation faible du produit final (mais l'oxydation doit intervenir dans le processus transitoire de déshydrogénation qui est la cause chimique probable de la condensation).

L'extrait M.B. de "1982 m", qui correspond à peu près au plan eau-huile, est par contre, apparemment riche en molécules hydrocarbonées légères fortement hétéroatomiques, c'est-à-dire en molécules tensioactives pour les interfaces eau-huile : les rapports atomiques $H/C = 2,16$, $O/C = 0,4$, $N/C = 0,05$ sont remarquables ; ils sont de l'ordre de ceux observés dans les grès supérieurs mal saturés en gaz de la zone gazéifère.

Ces fortes teneurs relatives en molécules légères hétéroatomiques sont très probablement liées au développement des surfaces de contact eau-huile dans le milieu capillaire, à l'approche du plan eau-huile ; ces surfaces sont, on le sait, par nature physique un site de concentration privilégiée pour les molécules hydrocarbonées polaires.

Dans la zone aquifère du grès, les deux analyses d'extraits au Méthanol - Benzène "1994 m" et "2001 m" ont donné des rapports H/C , O/C , N/C faibles, de l'ordre de ceux calculés dans la zone à huile. L'extrait M.B. serait donc là encore surtout formé de molécules lourdes de type asphaltène.

3 - CONCLUSIONS

- 3.1 - Les principaux résultats de l'étude géochimique de la Formation de FRIGG à FRIGG n° 3 paraissent les suivants :
- Confirmation des positions des interfaces huile-gaz et huile-eau.
 - Démonstration de l'homogénéité du brut avec indications de différences dues essentiellement à l'asphaltisation.
 - Mise en évidence de l'intervention ordonnée de composés polaires dans le gisement : en particulier à l'interface huile-eau et au sommet de la zone gazéifère ; cette étude est peut-être une "première" analytique, au moins en technique française.
- 3.2 - Il reste à discuter le problème posé par la faible saturation en gaz de la partie sommitale du réservoir de 1952 m à 1957 m.

D'après la description de la carotte n° 1, entre 1952,2 m et 1957 m, le grès est propre très mal classé, à grains moyens les plus fréquents (1/4 à 1/2 mm), glauconieux et micacé.

L'analyse minéralogique donne pour les échantillons 1953,25 m, 1955 m et 1957 m une composition ni plus ni moins argileuse que celle de l'échantillon 1959 m, déjà situé dans la zone fortement saturée en gaz et à peine plus argileuse que les zones les plus "propres" du gisement. Mais le Gamma Ray donne une radioactivité plus forte entre 1952 et 1957 m que dans les grès sous-jacents.

Il est possible qu'une différence minéralogique minime mais de conséquence importante ait échappé à l'examen lithologique de routine et aussi à l'analyse aux Rayons X des 3 échantillons précédemment mentionnés.

Cela dit, il faut noter que la discontinuité des saturations intervenant à 1957 m coïncide avec une discontinuité des teneurs en extrait au Méthanol - Benzène (à 1957 m = 800 ppm, à 1954 m : 640 ppm contre 400 ppm dans le grès gazéifère sous 1957 m).

D'autre part les extraits au Méthanol - Benzène de 1954 m et 1957 m sont remarquables par leurs rapports H/C, O/C, N/C relativement élevés ; ils doivent être composés de molécules hydrocarbonées polaires relativement légères.

La discontinuité des saturations de 1957 m coïncide aussi avec une tombée spectaculaire du rapport (M.B./M.B. + MOE) 100, de 40 % à 15 %.

Il est probable que les fortes teneurs en composés polaires légers, observées dans la zone supérieure, sont en relation avec le développement des interfaces eau-gaz dû à la forte saturation résiduelle en eau.

Mais la mise en place d'une phase gaz dans un réservoir mouillé par l'eau doit se faire par création d'interfaces capillaires complexes suivant le schéma : eau résiduelle mouillant la roche - composés polaires - "huile" - gaz libre.

Lorsque les composés polaires ne sont pas accompagnés d'"huile", ils doivent être moins aptes à modifier la tension interfaciale eau-gaz par manque d'affinités pour le gaz (solubilité).

Les fortes valeurs du rapport (M.B./M.B. + MOE) 100 constatées dans la zone supérieure (40 % à 1957 m, 55 % à 1954 m, 48 % à 1951,2 m) pourraient donc être l'expression la plus directe du phénomène pétrophysique ayant empêché la partie supérieure de se saturer en gaz comme le reste du grès gazéifère.

Un facteur minéral (surfaces ou sels dissous) a pu peut-être provoquer la séparation des composants polaires et de l'huile d'accompagnement, mais il peut s'agir plus simplement d'une question de distance du plan huile-gaz (hauteur capillaire) ?

Certes le problème n'est pas résolu : simplement une hypothèse a été émise : des études granulométrique et minéralogique détaillées, une détermination expérimentale de l'état de mouillabilité, au Laboratoire du D.R.T.E.N., sont la condition réelle de toute interprétation.