République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique

Département de Génie minier



Projet de Fin d'Etudes

Pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat

Thème

Caractérisation de la matière organique dans la région du Djebel Onk (Tébessa)

Proposé et dirigé par :

M^{me}. CHABOU Salima

Réalisé par :

ZERAIBI El Hadj

SMAILI Hakim

Année universitaire : 2010 / 2011

Dédicace

Je dédie ce travail

A mes très chers parents, Abdelmadjíd et

Messaouda

A mes frères, Wahíd, Tarek, Bílal, Nassím, A toute la famíle ZERAIBI, A toute la famíle OUELHASSI, A tous mes amís, Et à tous ceux quí m'aíment...

Sans oublier mon co-équipier Hakim, ainsi que

toute sa famílle

El Hadí

Dédícace

Je dédie ce travail

A mes très chers parents, Abass et Fatma

A mes frères, Ameur,

A mes sœurs,

A toute la famílle SMAILI,

A tous mes amís,

Et à tous ceux quí m'aiment...

Sans oublier mon co-équipier El Hadi, ainsi que

toute sa famílle

Hakím

Remerciements

Nous remercions, avant tout, dieu le tout puissant de nous avoir donné patience, santé et volonté tout au long de notre formation.

Nos remerciements s'adressent ensuite à nos parents et à nos familles qui nous on soutenu pendant toute ses années.

Nous remercions notre promotrice Madame S.CHABOU pour sont travail et l'aide qui a pu nous donné durant l'élaboration de ce projet.

Nous remerciements également M^{me} BENTAALLA Souad pour la documentation qui nous a permis de réaliser ce travail.

Nos remerciements s'adressent aussi à toutes les personnes qui ont contribué, de prés ou de loin, à l'élaboration de ce modeste mémoire, principalement à :

- Mr. DJAAFAR : technicien de laboratoire au département "Génie minier",
- Mr. MABOROUK Kamel : géologue et chef de la carrière du «Kef Es Sennoun»,
- Mr. Bassem : chef de laboratoire de FERPHOS,
- Mr. CHANANE: enseignant au département "Génie minier" (ENP).

Nous remercions l'ensemble des enseignants qui ont contribué à notre formation ainsi tous ceux qui de prés ou de loin ont participé à la réalisation de ce travail.

Nous remercions les membres de jury qui nous en fait l'honneur de juger notre travail.

ملخص:

الغرض من هدا المشروع هو دراسة خصائص المادة العضوية المتواجدة في كل من الفوسفات و البترول بمنطقة جبل العنق بواسطة العديد من التحاليل pyrolyse Rock Eval, microscope optique, binoculaire, calcimètre, chromatographie).

نتائج هذه التحاليل ادت الى عدة مؤشر ات من حيث نوع المادة العضوية (الاصل) و التركيبة الكميائية و درجة تطور هذه الاخيرة

كلمات مفاتيح : مادة عضوية، جبل العنق، الفسفات، البترول، Pyrolyse Rock Eval.

Résumé

Le but de ce travail est l'étude et la caractérisation de la matière organique associée au phosphate et aux hydrocarbures dans la région du Djebel Onk, avec plusieurs méthodes d'analyses (pyrolyse Rock Eval, microscope optique, binoculaire, calcimètre, chromatographie).

Les résultats de ces analyses ont abouti à déterminer plusieurs indicateurs tel que le degré de maturation, le type de la matière organique (origine), la composition chimique, et l'évolution thermique avec l'enfouissement (diagenèse, catagenèse, métagenèse).

<u>Mots clés:</u> matière organique, Djebel Onk, phosphate, hydrocarbures, Pyrolyse Rock Eval.

Abstract

The goal of this work is the study and the characterization of the organic matter associated phosphate and hydrocarbons in the area of Djebel Onk, with several methods of analyses (pyrolysis Rock Eval, microscope optical, binocular, calcimètre, and chromatography).

The results of these analyses led to determine several indicators such as the degree of maturation, the type of the organic matter (origin), the chemical composition, and the thermal evolution with the hiding (diagenesis, catagenesis, metagenesis).

<u>**Key words:**</u> organic matter, Djebel Onk, phosphate, hydrocarbon, Pyrolysis Rock Eval.

SOMMAIRE

Introduction	ı Générale 1
Chapitre I	Cadre Géologique Régionale3
Chapitre II	La matière organique20
Chapitre III	Caractérisation de la matière organique du Djebel Onk43
Conclusion (Générale
Bibliographi	ie
Annexe	

Table des matières

ITRODUCTION GENERALE :	1
CHAPITRE I : CADRE GEOLOGIQUE REGIONAL	3
I.1 situation géographique	4
I.2 Géologie local du Djebel Onk	5
I.3. Stratigraphie	6
I .3.A. Niveaux inférieurs porteurs des hydrocarbures	6
I .3.B. Niveaux supérieurs	9
I .3.B.1. Crétacé	9
I .3.B.2. Paléocène	9
Danien inférieur	
Danien supérieur	
Thanétien inférieur	
I .3.B.3. Eocène	
Yprésien inférieur	
Lutétien inférieur	
I .3.B.4. Période post-lutétienne	12
I .3.B.5. Période post-Miocène	
I .4.Tectonique	
I.5. Place du secteur étudie dans le cadre structurale et paléogéograph	ique de la
région	15
I.5.A. Cadre structurale	
I.5.B. Cadre paléogéographique au début du Tertiaire	

I.5.B.1. Sud-Est Algérien	17
I.5. B.2. Tunisie centrale	17
I.5.B.3. Sillon de Gafsa et sillon tunisien	18
I.5.C. Evolution des faciès du Maastrichtien au Lutétien inférieur	18
I.5.C. 1. Limite Maastrichtien-Eocène	18
I.5.C.2. Paléocène supérieur	19
I.5.C.3. Paléocène supérieur-yprésien inférieur	19
I.5.C.4. Yprésien	20
I.5.C.5. Lutétien inférieur	20
CHAPITRE II : LA MATIERE ORGANIQUE	21
II.1. Généralités sur la MO	21
II.2. Sources de la MO	22
II.2.1. Apports autochtones	22
II.2.2. Apports allochtones	22
II.3. Mécanismes de préservation de la MO	24
II.3.1. Dégradation-recondensation	24
II.3.2. Préservation sélective	24
II.3.3. Sulfuration naturelle	25
II.3.4. Adsorption minérale par les argiles	27
II.4.Classification de la MO	28
II.4.1. Les kérogènes	28
II.4.2. Les charbons	30
II.4.3. Les extraits	32

II.4.4.1. Les hydrocarbures saturés	33
II.4.4.2. Les hydrocarbures aromatiques	35
II.4.4.3. Les composés soufrés, nitrés et oxygénés	35
II.4.4.4. Les résines et les asphaltènes	35
II.4.5. Le bitume	
II.4.6. Les gaz naturels	
II.4.7. Les hydrocarbures abiogéniques	37
II.5. La classification des kérogènes	37
II.6. Notion de marqueurs thermiques	39
II.7. Evolution avec l'enfouissement	40
CHAPITRE III : CARACTERISATION DE LA MATIERE ORGANIQUE DU DJ	EBEL
ONK	43
ONK III.A. Etude chimique du phosphate du Djebel Onk	43 44
ONK III.A. Etude chimique du phosphate du Djebel Onk III.A.1. prélèvement des échantillons du minerai de phosphate	43 44 44
ONK III.A. Etude chimique du phosphate du Djebel Onk III.A.1. prélèvement des échantillons du minerai de phosphate III.A.2. Calcimétrie	43 44 44 44
ONK III.A. Etude chimique du phosphate du Djebel Onk III.A.1. prélèvement des échantillons du minerai de phosphate III.A.2. Calcimétrie III.A.3. Observation à la loupe binoculaire	43 44 44 44 48
ONK III.A. Etude chimique du phosphate du Djebel Onk III.A.1. prélèvement des échantillons du minerai de phosphate III.A.2. Calcimétrie III.A.3. Observation à la loupe binoculaire III.A.4. Observation par microscope optique	43 44 44 44 48 50
ONK III.A. Etude chimique du phosphate du Djebel Onk III.A.1. prélèvement des échantillons du minerai de phosphate III.A.2. Calcimétrie III.A.3. Observation à la loupe binoculaire III.A.4. Observation par microscope optique III.A.5. La chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse	43 44 44 44 48 50
ONK III.A. Etude chimique du phosphate du Djebel Onk III.A.1. prélèvement des échantillons du minerai de phosphate III.A.2. Calcimétrie III.A.3. Observation à la loupe binoculaire III.A.4. Observation par microscope optique III.A.5. La chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse III.A.5.1. Mode opératoire	43 44 44 44 48 50 52 54
ONK III.A. Etude chimique du phosphate du Djebel Onk III.A.1. prélèvement des échantillons du minerai de phosphate III.A.2. Calcimétrie III.A.3. Observation à la loupe binoculaire III.A.4. Observation par microscope optique III.A.5. La chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse III.A.5.1. Mode opératoire III.A.5.2. Conclusion	43 44 44 44 48 50 52 52 54 59
ONK III.A. Etude chimique du phosphate du Djebel Onk III.A.1. prélèvement des échantillons du minerai de phosphate III.A.2. Calcimétrie III.A.3. Observation à la loupe binoculaire III.A.4. Observation par microscope optique III.A.5. La chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse III.A.5.1. Mode opératoire III.A.5.2. Conclusion III.A.5.2. Conclusion	43 44 44 44 48 50 52 52 54 59 60
ONK III.A. Etude chimique du phosphate du Djebel Onk III.A.1. prélèvement des échantillons du minerai de phosphate III.A.2. Calcimétrie III.A.3. Observation à la loupe binoculaire III.A.4. Observation par microscope optique III.A.5. La chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse III.A.5.1. Mode opératoire III.A.5.2. Conclusion III.B.1 Introduction	43 44 44 44 44

III. C. Conclusion générale	80
III.B.4. Conclusion	79
III.B.3.3 Caractérisation des niveaux roches mères du cénomanien	70
III.B.3.2. Caractérisation des niveaux roches mères du Turonien	65
III.B.3.1. La région du Djebel Onk	64
III.B.3. Caractérisation des niveaux roches mères par la méthode pyrolyse	64

INTRODUCTION GENERALE :

La matière organique (MO) est un objet d'étude depuis de nombreuses années. Longtemps dominée par le besoin d'améliorer la prospection pétrolière, la recherche dans le domaine s'est ensuite tournée vers des questions plus fondamentales. La MO est en effet à la base de nos ressources énergétiques ; cependant, elle constitue également un enregistrement de la vie passée. De plus, comme tout constituant d'un sédiment, elle témoigne de son environnement de dépôt et des variations de celui-ci.

Dans les roches peu matures, la MO est, à plus de 95 %, constituée de kérogène, matériel hautement réfractaire insoluble dans les solvants organiques. Du fait de son inertie chimique, le kérogène est un objet difficile d'étude et pendant longtemps sa chimie n'a été estimée que par analyse élémentaire et spectroscopie infrarouge (Durand, 1980).

L'évolution de la matière organique est caractérisée chronologiquement par trois étapes : la diagenèse, la catagenèse et la métagenèse. Le pétrole généré pendant la catagenèse est expulsé de la roche mère, avant de migrer vers la roche réservoir où il subit des processus naturels qui ont lieu à basse température (50-220°C) et pendant une longue durée. Il est admis (Tissot et Welte, 1984) que l'évolution thermique des huiles est contrôlée par la cinétique de craquage.

La région du Djebel Onk est une région riche en minerai de phosphate, qui se trouve la plupart du temps dans les niveaux Thanétien supérieur, Yprésien. Cette région est aussi riche en hydrocarbures au niveau de l'Albien supérieur, du Coniacien et du Turonien. Le but de ce travail est d'étudier d'un point de vue expérimental et bibliographique la caractérisation de la matière organique associée au phosphate, et aux hydrocarbures. Le présent travail comporte une étude de la matière organique dans le bassin du Djebel Onk (dans le phosphate et les hydrocarbures) par plusieurs méthodes d'analyse de la matière organique, Pyrolyse Rock Eval, Calcimétrie et chromatographie et par méthode microscopique (optique et binoculaire). Le but de ces analyses est la détermination de l'origine de la matière organique (marine, lacustre, continentale) et le degré de maturation en fonction de l'évolution thermique. Ce mémoire se compose de trois chapitres.

- Le premier chapitre concerne l'étude du cadre géologique local après une présentation générale du site étudié, avec un résumé stratigraphique et paléogéographique.
- Le deuxième chapitre est consacré à la matière organique (définition, origine, classification) dans la nature.
- Le troisième chapitre concerne la caractérisation de la matière organique du bassin du Djebel Onk (dans les phosphates et les hydrocarbures). Nous avons partagé ce chapitre en deux parties, la première partie basée sur l'étude de la matière organique associée au phosphate et son rôle dans la formation des phosphates, cette étude intéresse plusieurs méthodes d'analyses (Calcimétrie, chromatographie, microscope optique et binoculaire) ; d'autre méthodes existent mais elles sont difficiles à réaliser à cause des problèmes techniques (manque de matériel) voir l'annexe A. La deuxième partie est consacrée à l'étude des hydrocarbures (avec la méthode de Pyrolyse Rock Eval), où on utilisera les résultats des études de SONATRACH (CRD). Ceci permet de donner un premier éclairage sur l'origine des hydrocarbures et le degré de maturation par le diagramme d'Espitalié (1985) notamment.

CHAPITRE I

CADRE GEOLOGIQUE REGIONAL

I.1 Situation géographique

La région du Djebel Onk est située à 80 km au Sud-Ouest de Tébessa, à 8 km à l'Ouest du village de Bir El Ater distant d'une vingtaine de km de la frontière algéro-tunisienne.

Djebel Onk est un massif montagneux calcaire s'étendant sur une vingtaine de km de direction sensiblement Est-Ouest et culminant à 1198 m au Djebel Tarfaya. Le Djebel Onk représente l'extrémité orientale des Monts des Nememchas appartenant à l'Atlas Saharien (fig. I.7).

Le bassin du Djebel Onk se situe dans la zone des climats sub-désertiques caractérisés par deux saisons très nettes ; un hiver froid et rigoureux et un été chaud où les températures peuvent dépasser 45°. Les précipitations sont peu abondantes, n'excédant pas en moyenne 300 mm/an. La végétation est pratiquement inexistante. En hiver les chutes de neige se produisent régulièrement sur les sommets, les gelées sont nombreuses et les pluies sont souvent, brèves mais parfois leur forte intensité occasionne des crues très violentes. Le vent dominant est le Sirocco, vent sec et chaud dont l'effet de dessèchement au printemps peut-être catastrophique sur les cultures. La population est peu dense. Sa situation économique s'est améliorée grâce à la présence du complexe minier à Bir El Ater ; ce qui a contribué à l'agrandissement et au développement de la ville.



Figure I.1 : Carte de situation géographique de la région de Djebel Onk (ORGM). **I.2 Géologie locale du Djebel Onk**

Le massif du Djebel Onk (fig. I.2) est un anticlinal asymétrique (Chabou-Mostefaï, 1987), en genou, orienté N 80°. Le flanc nord présente des pendages faibles inférieurs à 15°; le flanc sud, au contraire plonge très rapidement et forme une falaise impressionnante, avec des dressants, dont le pendage est parfois vertical et même renversé. L'ensemble est affecté des failles et de décrochements nombreux. A 750 m au Sud du Djebel Onk, apparait un second anticlinal : le Djebel Djemidjema dont la structure est analogue à celle du Djebel Onk mais dont les dimensions sont plus modestes.

Les deux anticlinaux sont situés en bordure de la flexure sud-atlasique zone d'affrontement entre le domaine atlasique mobile et plate forme saharienne stable. Ils appartiennent à la branche nord de la flexure de direction Est-Ouest, qui s'étend de Khangat sidi Nadji au Djebel Onk. Leur organisation et leur géométrie résultent d'une cinématique en décrochement dextre-chevauchement le long de la transversale de N°120 dont l'activation a débuté au minimum au turonien et dont le jeu s'est prolongé jusqu'au paroxysme post pliocène, (in Chabou-Mostefaï, 1987).



Figure I.2: Coupe transversale du Djebel Onk (in Chabou-Mostefaï, 1987)

I.3. Stratigraphie

Dans la partie stratigraphie nous avons étudié d'abord les niveaux, qui contiennent les phosphates, après les niveaux inférieurs au Maastrichtien surtout les niveaux porteurs des hydrocarbures (à partir de log des sondages).

I .3.A. Niveaux inférieurs porteurs des hydrocarbures

Les sondages des niveaux inferieur au Maastrichtien sont réalisés par Sonatrach pour explorer et définir les niveaux porteurs des hydrocarbures. Nous nous intéressons dans notre étude stratigraphique seulement aux strates qui contiennent les hydrocarbures.

• L'Aptien

Le toit de l'Aptien est à une profondeur de 2347 m son épaisseur est supérieure à 110 m, il est constitué de dolomies, de calcaires dolomitiques et d'argiles.

• L'Albien

Les forages ont rencontré un Albien marneux de 125 m d'épaisseur, souligné à la base par des argiles et la présence de niveaux calcaires. On note 225 m de Vraconien avec des marnes basales, des argiles, suivies d'une intercalation de calcaires et de marnes.

• Le Cénomanien :

Le Cénomanien affleure dans les Aurès, mais aussi dans les monts des Nememchas les Hamimmats, les monts de Négrine et les monts de Tébessa. On passe à 447 m d'épaisseur pour le Cénomanien qui est essentiellement marneux, avec à la base des argiles à intercalations de calcaires argileux et de marnes, vers le sommet apparaît une alternance de calcaires et de marnes.

• Le Turonien :

Le forage révèle une épaisseur de 180m, il débute par des calcaires parfois argileux et légèrement dolomitiques, intercalés de marnes noires bitumineuses. Vers le sommet apparaît une alternance de calcaires argileux et de marnes.

• Le Coniacien :

Son épaisseur est de 503 m, il est constitué à la base d'une épaisse formation de calcaires, de calcaires argileux ou dolomitiques, de calcaires lumachelliques intercalés de marnes se terminant par des marnes au sommet.

• Le Santonien:

A l'Est du Djebel Onk, le Santonien avoisine 137 m d'épaisseur, montrant une alternance de marnes et d'argiles à passées de calcaires argileux.

• Le Campanien :

A l'Est du Djebel Onk, l'épaisseur du Campanien est de 606 m, il débute par des marnes et des calcaires argileux plus ou moins dolomitiques suivis par une alternance de calcaires argileux et d'argiles ainsi que des marnes au sommet.



Figure I.3 : Coupe Sud-Nord stratigraphique du bassin du Sud Est Constantinois (in Bentaalla, 2009).

I.3.B. Niveaux supérieurs (500 m)

L'étude de la série phosphatée du Djebel Onk (Chabou-Mostefaï, 1987), a permis de mettre en évidence une succession de cinq formations lithostratigraphiques, ce sont de la base au sommet:

- la formation El Haria argileuse, d'âge maastrichtien supérieur -paléocène inférieur (Danien);

 la formation Tselja carbonatée, d'âge paléocène supérieur (Montien à Thanétien);

- la formation Chouabine phosphatée, d'âge Paléocène supérieur - Eocène inférieur (Thanétien supérieur à Yprésien basal);

- la formation Metlaoui carbonatée et siliceuse, d'âge éocène inférieur (Yprésien à Lutétien inférieur) et la formation Souar gypseuse, d'âge lutétien inférieur.

I.3.B.1. Crétacé

Ce sont les sédiments les plus anciens au cœur de l'anticlinal du Djebel Onk tectoniquement très accidentés. Seuls les dépôts du Maestrichtien y affleurent.

• Maastrichtien (Crétacé supérieur)

Les sédiments de cet âge sont représentés par des calcaires blancs massifs avec des intercalations marneuses au cœur de l'anticlinal de Djebel Onk. Le sommet est marqué par une surface ferruginisée et taraudée.

I.3.B.2. Paléocène

Il est représenté par des sédiments marins assez épais (350m)

a)- Danien

Le Danien est lithologiquement subdivisé en deux sous étages : Inférieur et supérieur.

• Danien inférieur

Il est représenté par des argiles marneuses et schisteuses, de couleur grisfoncée au brun-vert, intercalé par des marnes dures et irrégulières. L'ensemble est traversé par des filons de gypse. L'épaisseur du Danien inférieur est de 30 à 40 m.

• Danien supérieur

Il est formé par des calcaires durs blancs, très fins souvent à cassures conchoïdales, intercalées de marnes tendres, argileuses et schisteuses dont l'épaisseur varie d'une dizaine de centimètres à un mètre.

b)- Montien

Il est représenté par des calcaires détritiques à lumachelles avec des intercalations de marnes et de dolomie, la faible quantité de silex qu'on y rencontre, le différencie de l'Yprésien lithologiquement semblable. Il renferme de nombreux niveaux à huîtres de différentes couleurs. L'épaisseur moyenne est de 100m.

c)- Thanétien

C'est l'horizon porteur en partie de la minéralisation phosphatée principale. Il se subdivise en deux sous étages.

• Thanétien inférieur

Représenté par des marnes gris foncée à noires schisteuses. Dans la partie inférieure on note la présence des conglomérats et de minces lits phosphatés ainsi que deux niveaux de marnes à faunes caractéristiques. Au sommet apparaissent des intercalations phosphatées atteignant jusqu'à 2m, surmontées par des calcaires et des marnes à gros gastéropodes. La puissance varie de 30 à 40m.

• Thanétien supérieur/Eocène inferieur

Il débute par un niveau dolomitique à gastéropode, sous-jacent à une couche phosphatée de 30m d'épaisseur en moyenne à Djebel Onk et Bled El Hadba et qui diminue jusqu'à disparition vers le Nord. L'Ouest et le Sud de ce gisement se termine généralement par un niveau lumachéllique, c'est essentiellement cette couche qui est exploitée à Kef Es Sennoun.

I.3.B.3. Eocène

a)- Yprésien

Il repose directement sur les dépôts du Thanétien, il a une épaisseur de 32m, on note dans la couche principale phosphatée un âge yprésien (Chabou-Mostefaï, 1987) :

Il est représenté, par les conglomérats marquant le sommet des phosphates alternances de calcaire, marne, dolomie et phosphates. On note la présence de couches minces de silex dans les calcaires. L'épaisseur moyenne de l'yprésien est de 30m au maximum.

b)- Lutétien

Le passage au Lutétien se traduit par un changement de faciès accompagné de disparition des phosphates (du moins pour le Lutétien inférieur).

• Lutétien inférieur

Il est caractérisé par une diminution remarquable des calcaires qui sont remplacés par les marnes blanches crayeuses en plaquettes, épaisses de 30 m on note l'existence de géodes de quartz et de nodules de silex, avec une faune caractéristique, sa puissance varie de 40 à 50m.

• Lutétien supérieur

Le Lutétien supérieur affleure seulement au Djebel Kemakem. Il comprend de la base au sommet :

une alternance d'argiles vertes parfois phosphatées et de bancs calcaires,
épaisse de 10 m. les grains phosphatés des argiles sont des coprolites.
L'ensemble très fossilifère fournit entre autre : *carolia placunoides* et *ostrea multicostata*.

- une alternance d'argile vertes et bancs de gypses intercalés, épaisse de 65 m. cette assise représentée par l'alternance de dépôts à caractère détritique et lagunaire prélude.

I.3.B.4. Période post-lutétienne

Le Miocène est représenté par une formation continentale de sables blancs à lentilles argileuses avec un crane de *Mastodon angustidents*. Cette formation tronque la série éocène du Sud vers le Nord.

En effet, au Sud-Ouest dans le Djebel Kemakem, les sables apparaissent au-dessus des gypses et des argiles du Lutétien supérieur. Au Djebel Djemi Djema, ils sont transgressifs sur les calcaires yprésiens. Au Nord-Est, près de Bir El Ater, ils reposent sur la lumachelle montienne.

L'érosion différentielle de la série éocène est la conséquence de l'émersion provoquée par la phase orogénique qui se place après le Lutétien supérieur. La phase majeure du plissement des Aurès se situe au même moment ; elle est suivie d'une phase d'érosion particulièrement intense puis de mouvements d'affaissement qui provoquent la transgression burdigalienne (Laffitte, 1949 in Chabou-Mostefaï, 1987). Cette dernière, recouvre également une bonne partie de la Tunisie, mais épargne les Nememchas.

CHAPITRE I CADRE GEOLOGIQUE REGIONAL



Figure I.4 : Coupe stratigraphique schématique du Djebel Onk (in Chabou-Mostefaï, 1987).

I.3.B.5. Période post-Miocène (in Chabou-Mostefaï, 1987)

Durant la période post-miocène se place la phase majeure de plissement de l'Atlas Tunisien dont les mouvements ultimes sont post-villafranchiens.

Cette phase tectonique est particulièrement responsable de la structure actuelle du Djebel Onk. Les accidents cassants qui ont en général une direction transverse par rapport aux plis sont, en effet, en majorité antérieurs au dépôt du Miocène. L'érosion anté-miocène, différentielle, des compartiments affaissés, de part et d'autre des accidents, en témoigne. Ces accidents ont évidemment rejoué par la suite.



Figure I.5 : Carte structurale de la région du Djebel Onk à l'intérieur du bassin de Gafsa-Métlaoui-Onk (d'après Aissaoui, 1984 in Chabou-Mostefaï, 1987).

I.5. Place du secteur étudié dans le cadre structurale et paléogéographique de la région

I.5.A. Cadre structural

Le Djebel Onk, les Nememchas, les Aurès, les régions avoisinantes : chaines de Négrine au Sud, Monts de Tébessa (Djebel Kouif et Djebel Dyr) au Nord, constituent, l'extrémité orientale de l'Atlas Saharien (fig. I.5, I.6, I.7).

L'Atlas Saharien et son prolongement Tunisien représentent une zone de transition entre les zones alpines du Nord de l'Algérie et Tunisie, à l'Est de Bizerte, et le craton stable de la plate-forme africaine (fig. I.6 et I.7). Cette zone de transition correspond (Burollet et Byraljee, 1974 in Chabou-Mostefaï, 1987) à une plate- forme instable ou la subsidence est irrégulière et ou se déplacent des sillons dont les séries mésozoïques et cénozoïques, décollées au niveau du Trias salifère, sont plissées avec le style des chaines de couverture. Ainsi défini, le domaine intracontinental. La partie orientale de ce domaine est le siège, depuis

le Crétacé inférieur à moyen, de mouvement tectoniques en compression dont l'amplitude s'accentue au cours du Tertiaire et du Quaternaire. Une régression générale marque notamment la fin du Crétacé.



Figure I.6 : Schéma paléogéographique de l'Algérie, de Tunisie et du Sahara septentrional algéro-lybien à l'Eocène inférieur (d'après Winnock, 1980 in Chabou-Mostefaï, 1987).



Figure I.7 : Les principaux éléments morpho – structuraux de la Chaîne des Maghrébines (in Bentaalla, 2009).

I.5. B. Cadre paléogéographique au début du Tertiaire

I.4. B.1. Sud-Est Algérien

En Algérie (fig. I.6), dès le Danien, la mer ne dessine plus qu'un grand golfe couvrant l'Erg oriental, la cuvette du Bas Sahara, la partie orientale de l'Atlas Saharien, le Hodna et un sillon correspondant aux unités tectoniques des chaines telliennes, charriées mais ayant une origine proche (Flandrin ,1948 ; Busson, 1970 ; Winnock, 1980 in Chabou-Mostefaï, 1987). Cette mer atteint son extension maximum à l'Yprésien.

Pendant l'Eocène moyen, on observe une réduction du domaine marin qui aboutit à l'émersion définitive de la partie au Sud du Bellezma.

I.5. B.2. Tunisie centrale

En Tunisie centrale (fig. I.6), les mouvements orogéniques post-campaniens et anté- Eocène entrainent l'émersion définitive de la zone de haut-fond dite « ile de Kasserine », qui connait une extension variable depuis l'Aptien et dont le cœur reste émergé à partir du Turonien. Aucun dépôt marin n'y est observé pendant le Paléocène et l'Eocène, par contre une puissante formation continentale, détritique, à Bulimes, envahie par des encroutements carbonatés, caractérise l'Eocène (Sassi *et al.,* 1984 in Chabou-Mostefaï, 1987).

I.5. B.3. Sillon de Gafsa et sillon tunisien

Deux sillons subsidents persistent cependant de part et d'autre de l'ile de Kasserine : le sillon de Gafsa au Sud et le sillon tunisien entre le Kef et Tunisie au Nord, tous deux communicant vers le Sud- Ouest en direction du Golfe Saharien et de l'Atlas orientale.

Les variations de faciès présentées par les différents étages de l'Eocène permettent de reconnaitre deux grandes unités paléogéographiques distinctes à l'intérieur des régions occupées par la mer en Algérie et en Tunisie : le domaine néritique correspondant au Golf Saharien, à l'Atlas Saharien oriental, à l'Atlas Tunisien et au Hodna d'une part, le domaine pélagique correspondant au sillon des chaines telliennes d'autre part. La limite entre les deux domaines passe approximativement par parallèle de Souk Ahras en Algérie et la ride Hairech-Ichkeul au Nord du sillon tunisien (Rouvier, 1977 in Chabou-Mostefaï, 1987).

I.5.C. Evolution des faciès du Maastrichtien au Lutétien inférieur

I.5.C. 1. Limite Maastrichtien-Eocène

Dans les deux domaines, néritique et pélagique, le passage du Maastrichtien à l'Eocène se fait par le biais d'une série marneuse intermédiaire, sous le nom de marnes dano-montiennes mais qui peut contenir des niveaux maastrichtien et thanétiens comme l'ont montré les études micropaléontologiques en Tunisie ou elles sont connues sous le nom de formation El Haria. Dans le sillon tunisien, le passage des calcaires maastrichtiens aux marnes est progressif par l'intermédiaire d'alternances de marnes st de bancs calcaires (Saïd, 1978 in Chabou-Mostefaï, 1987). Dans les régions de Gafsa-Metlaoui, au Sud de l'ile de Kasserine, de Négrine du Djebel Onk, des Nememchas et dans l'Est des Aurès, de Taberdga à Djellal, le passage est franc. Le sommet de la barre calcaire maastrichtienne y est souvent caractérisé, par une surface rubéfiée qui présente des traces d'organismes lithophages et un encroutement ferrugineux ; cette surface est notamment visible au Sud-Est de l'Haimimat Guerra, aux Djebel Onk et Kemakem et dans les monts de Négrine.

CHAPITRE I CADRE GEOLOGIQUE REGIONAL

La série marneuse intermédiaire contient de minces intercalations phosphatées reconnues dans les régions de Gafsa-Metlaoui (Thomas, 1913 in Chabou-Mostefaï, 1987), de Négrine, du Djebel Onk, de la partie orientale des Aurès et de Tébessa.

L'épaisseur des marnes est forte dans le sillon tunisien : 700m au Kef d'après. Elle n'est plus que de 300m à Tébessa (Flandrin, 1948 in Chabou-Mostefaï, 1987), 75m au Djebel Onk, 30m à Négrine, 60 à 65m dans la coupe de l'Oued Tselja (Chabou-Mostefaï, 1987). Dans les Aurès, elle est de 50m à Djellal et de 80m à l'Oued Ennia, dans l'axe Tébessa-LeKef. De plus dans la partie occidentale des Aurès les marnes prennent un caractère lagunaire comme à El Kantara ou bien peuvent manquer comme au Djebel Bou Rhezel ou les empreintes de *venericardia beaumonti* apparaissent au sommet des calcaire maastrichtiens.

I.5.C.2. Paléocène supérieur

Cette diminution d'épaisseur des marnes, à partir de la latitude de Tébessa, s'accompagne de l'individualisation de calcaire lumachelliques à huitres dont *ostrea multicostata*, à *cardites lulucines*, débutant au-dessus d'un banc repère de 2m à « *venericardia beaumonti* ». A l'Oued Tselja, dans la région de Gafsa-Metlaoui, ces lumachelles est encore sujet à discussion. L'âge des lumachelles est encore sujet à discussion.

I.5.C.3. Paléocène supérieur-yprésien inférieur

Au-dessus des lumachelles apparaissent des horizons phosphatés fréquents intercalés soit dans des marnes comme à Tébessa, soit dans des marnes et des calcaires comme dans les régions du Sud de Tébessa. Les principales concentrations phosphatées d'importance et d'intérêt économique se situent à ce niveau. Elles sont réparties autour de l'ile de Kasserine (Sassi, 1974 in Chabou-Mostefaï, 1987) et du Djebel Maadid dans le Hodna. Du Nord vers le Sud de la bordure orientale de l'ile de Kasserine, on observe les gisements de Kalaa-Djerba en Tunisie, du Kouif près de Tébessa et du Djebel Onk en Algérie, du M'dilla-Sehib-Metlaoui, Kef Schfaier, Redeyef et Moularès-M'rata en Tunisie dans la région de Gafsa. Le Thanétien est l'étage des phosphates. La série phosphatée principale du Djebel Onk et de la région de Gafsa est placé dans le Thanétien (Visse, 1951-1952 in Chabou-Mostefaï, 1987). Les résultats de l'étude des nannofossiles de la coupe de l'Oued Tselja, près de Métlaoui, (Ben Abdessalem, 1978 in Chabou-Mostefaï, 1987) aboutissent à un âge Paléocène supérieur-Yprésien inférieur.

I.5.C.4. Yprésien

L'yprésien montre une constitution relativement uniforme dans toutes les régions algériennes et tunisiennes occupées par la mer à l'Eocène. Ce sont des marnes, des marno-calaires à silex au niveau sein desquels s'intercalent encore quelques horizons phosphatés. A leur niveau apparaissent les premières Nummulites localisées au Sahara, aux Aurès, à Tébessa et au Sud des chaines telliennes (Flandrin, 1948 ; Winnock, 1980 in Chabou-Mostefaï, 1987). Le Nord des chaines telliennes est caractérisé par des microfaunes pélagiques et l'Yprésien y est indiscernable, sur le terrain, du Thanétien et du Lutétien.

I.5.C.5. Lutétien inférieur

Le Lutétien inférieur marque le début d'une nouvelle régression marine. Il est constitué au Sahara, dans les Aurès, les Nememchas, le Djebel Onk, le bassin de Gafsa-Métlaoui par des gypses passant progressivement vers le bas à des marnes et des calcaires contenant *hemithersitea marocan* et *carolia placinoides*. Dans la région de Tébessa et du Sud des chaines telliennes, le Lutétien inférieur est représenté par des calcaires massifs à Nummulites.

On résume que l'évolution des conditions de sédimentation parait ainsi résulter de la combinaison d'au moins trois facteurs : les variations eustatiques du niveau océanique, une stratification des eaux marines et un confinement morphologique vers le Sud.

CHAPITRE II LA MATIERE ORGANIQUE

II.1. Généralités sur la MO

La matière organique (MO) est un constituant ubiquiste des sols, des eaux et des roches sédimentaires. La MO accumulée dans les sédiments provient de la décomposition à différents degrés d'organismes vivants. Toutefois seule une petite fraction des débris initiaux se retrouve dans les sédiments (en général moins de 1% en poids et rarement plus de 5% (Durand, 1980) et la répartition spatiale de cette MO est très hétérogène. C'est dans les roches à grain fin peu perméables, telles que les argiles, les marnes, les calcaires à grain fin, que la MO a tendance à s'accumuler. La MO sédimentaire est constituée de deux fractions : une fraction soluble dans les solvants organiques, cet extrait est appelé bitume, et une fraction insoluble qui est appelée kérogène. Le kérogène représente la plus grande partie de la MO sédimentaire, 95% en moyenne (fig. II.1).



Figure II.1 : Composition de la MO dans les roches sédimentaires anciennes (modifié d'après Tissot et Welte, 1978 in Killops, 2005)

II.2. Sources de la MO

La MO incorporée dans les sédiments peut dériver des organismes vivants dans le bassin de sédimentation (marin ou lacustre), ce sont les apports autochtones. Toutefois une partie de cette MO peut provenir d'organismes vivants hors du bassin de sédimentation ; elle est déposée par les courants fluviaux et par l'action du vent, ce sont les apports allochtones (Durand, 1980).

II.2.1. Apports autochtones

La source principale de MO dans le milieu marin est le phytoplancton. Le phytoplancton, qui est le producteur primaire de MO, est constitué d'algues photosynthétiques unicellulaires de taille infra-millimétrique, telles que par exemple les coccolithophoridés, les diatomées et les dinoflagellés (fig. II.2). Le développement du phytoplancton se fait dans les 100 premiers mètres de la tranche d'eau où il est principalement contrôlé par la lumière, la température et la présence de nutriments. Les producteurs secondaires de MO sont les organismes hétérotrophes qui se nourrissent du phytoplancton. Parmi ceux-ci on trouve le zooplancton et les protozoaires, puis tous les maillons de la chaîne alimentaire. Les bactéries représentent un type à part de producteurs de MO sédimentaire. Elles sont en effet présentes en grande quantité, tant dans la colonne d'eau que dans le sédiment. Des études récentes ont cependant montré que malgré leur abondance, les bactéries ne fournissent généralement qu'une contribution mineure au sédiment (Hartgers *et al.*, 1994 in Riboulleau, 2000).

II.2.2. Apports allochtones

La MO terrestre peut contribuer à la sédimentation organique en milieu marin. Ses modes de transport sont essentiellement fluviatiles et éoliens. La MO terrestre consiste principalement en des débris de bois, des spores et des grains de pollen (fig. II.3). Les apports allochtones sont aussi constitués de MO particulaire et dissoute d'origine variée portée par les fleuves. L'importance de cette contribution allochtone dépend des vents et des courants marins mais tend à diminuer au fur et à mesure que l'on s'éloigne des côtes (Riboulleau, 2000).



Figure II.2 : matière organique autochtone.



Figure II.3 : matière organique allochtone 1)-Grain de pollen ; 2,3)-Spores ; 4)-Bactéries.

II.3. Mécanismes de préservation de la MO

II.3.1. Dégradation-recondensation

La dégradation-recondensation a, pendant longtemps, été considérée comme le seul processus de préservation de la matière organique (Tissot et Welte, 1978). Ce processus est basé sur la recombinaison aléatoire des monomères libérés par la dégradation des biopolymères tels que les protéines et les polysaccharides. Dans la tranche d'eau et le sédiment, les acides aminés et sucres se recombinent selon des réactions dites de Maillard pour former des molécules fortement condensées, résistantes à la dégradation, appelées mélanoïdines. Les lipides ne sont a priori pas directement concernés par ce processus mais il a été montré que les lipides peuvent s'incorporer aux mélanoïdines. Le rôle de la dégradation-recondensation a été mis en évidence dans des sols, dans la MO dissoute et la MO particulaire marines et dans des sédiments récents de l'upwelling de Mauritanie (Zegouagh *et al.*, 1999).

La dégradation-recondensation conduit à un matériel qui apparaît nanoscopiquement amorphe en microscopie électronique à transmission (MET) (Zegouagh *et al.,* 1999). Par pyrolyse, les mélanoïdines sont caractérisées par un faible rendement et la production de produits phénoliques et furanniques (Boon *et al,* 1984 et Allard *et al.,* 1997 in Aycard , 2004).

II.3.2. Préservation sélective

Le processus de préservation sélective a été mis en évidence dans les années 1980, à partir de la constatation que dans certaines roches, telles que les torbanites, la MO est principalement constituée de restes de la microalgue *Botryococcus braunii*. L'étude détaillée (microscopique, spectroscopique et pyrolytique) de microalgues actuelles a ainsi permis de mettre en évidence la présence dans les parois de certaines d'entre elles (*B. braunii, Scenedesmus quadricauda, Chlorella fusca, Nanochlorum eucaryotum...*) des biopolymères aliphatiques hautement résistants à l'hydrolyse. Ces biopolymères ont été nommés algaenanes ; ils sont intrinsèquement résistants, et contrairement au contenu cellulaire qui est très biodégradable, les algaenanes sont sélectivement préservés au cours de la diagenèse. Lors de la fossilisation les caractéristiques morphologiques des algaenanes sont également préservées ; des parois d'algues

CHAPITRE II LA MATIERE ORGANIQUE

peuvent ainsi être observées dans les kérogènes par microscopie électronique à transmission. Lorsqu'elles sont peu épaisses (10 à 30 μ m) ces parois sont généralement associées en faisceaux appelés ultralaminae. La présence d'ultralaminae a été ainsi mise en évidence dans de nombreux kérogènes apparaissant amorphes en microscopie photonique (Raynaud *et al.,* 1989 ; Largeau *et al.,* 1990 in Riboulleau, 2000).

Les algaenanes possèdent une structure hautement aliphatique. Ils sont caractérisés en pyrolyse par des doublets n-alcane/n-alc-1-ène ainsi que des produits de pyrolyse spécifiques tels que les n-alkylnitriles ou des cétones aliphatiques (Aycard, 2004).

II.3.3. Sulfuration naturelle

La présence de soufre organique dans les pétroles, les kérogènes et les charbons a été mise en évidence de longue date. Le soufre peut constituer un élément majeur de la MO sédimentaire, le rapport atomique Sorg/C pouvant atteindre 0,1. Le soufre n'est cependant présent qu'en faible abondance dans la biomasse (Sorg/C=0,03) et ne peut donc pas expliquer les fortes teneurs observées dans la MO sédimentaire (Tissot et Welte, 1978).

L'hypothèse de l'incorporation de soufre minéral dans la MO a été émise par différents auteurs (Tissot et Welte, 1978), puis vérifiée par des expériences de sulfuration en laboratoire. Des expériences concluantes ont ainsi été obtenues à partir de sucres et H₂S (Mango, 1983 in Riboulleau, 2000) et à partir de lipides fonctionnalisés tels que des alcènes, des aldéhydes et des cétones avec différentes formes de soufre minéral. Le mécanisme précis de l'incorporation de soufre aux lipides fonctionnalisés est encore mal connu, cependant cette incorporation peut être intramoléculaire (fig. II.4a) et conduire à la formation de molécules soufrées cycliques telles que les thiophènes ou les thiolanes, ou intermoléculaire (fig. II.4b) et donner lieu à la formation de macromolécules de haut poids moléculaire qui deviennent ainsi résistantes à la biodégradation.



Figure II.4 : a) Incorporation de soufre intramoléculaire. b) Incorporation de soufre intermoléculaire.

La sulfuration naturelle est un processus qui se produit précocement lors de la diagenèse. Des composés soufrés ont ainsi été détectés dans des sédiments récents de l'upwelling du Pérou et de la Mer Noire. Ce processus est favorisé en milieu marin anoxique à euxinique où prolifèrent les bactéries sulfatoréductrices, et où la sédimentation détritique est faible. Le soufre minéral est en effet produit par les bactéries sulfato-réductrices qui transforment le sulfate de l'eau de mer en H₂S, lors de la dégradation de MO métabolisable. L'incorporation de soufre aux lipides est cependant limitée par la présence de fer réactif dans le milieu, la formation de pyrite étant la source préférentielle pour le soufre minéral. La sulfuration naturelle est un processus qui permet la préservation des molécules organiques ; cependant, elle implique également une importante dégradation de MO métabolisable pour qu'une quantité suffisante de H₂S soit produite (Riboulleau, 2000).

La sulfuration naturelle est un processus chimique ; de ce fait, la MO qui en résulte est amorphe, tant en microscopie optique, qu'en MET, et ce, quelle que soit l'échelle d'observation. De plus, en microscopie optique, cette MO présente un aspect gélifié et une couleur orange caractéristiques. Par pyrolyse, la sulfuration naturelle est caractérisée par l'abondance de produits soufrés tels que des thiophènes et des benzothiophènes.
II.3.4. Adsorption minérale par les argiles

Le processus de préservation de la MO qui a été mis en évidence le plus récemment est la protection par adsorption minérale. L'association préférentielle de la MO avec les argiles est connue de longue date (Tissot et Welte, 1978). Cependant, le rôle précis des argiles dans la préservation de la MO est encore mal connu. Les argiles présentent une grande surface spécifique sur laquelle les molécules organiques sont susceptibles de se fixer, ce qui rend ces dernières moins réactives à la dégradation. Cette fixation des molécules organiques à la surface des argiles peut également catalyser des réactions de condensation des molécules organiques. Une protection dans la microporosité de la surface des minéraux argileux ou entre les feuillets argileux a également été proposée. Récemment, la protection stérique de MO par des minéraux argileux a été mise en évidence dans un échantillon du Cénomanien d'Italie. Ce type de préservation conduit à la formation de MO amorphe en (microscopie électrique à transmission) mais intimement associée à la matrice argileuse, aucun produit de pyrolyse caractéristique n'a cependant été mis en évidence (Salmon et al., 1997, 2000 in Riboulleau, 2000).

Le Tableau II-1 donne un résumé des différents processus de préservation de la MO actuellement connus, ainsi que de leurs caractéristiques en MET et en pyrolyse.

Processus de préservation	Microscope électronique	Produit de pyrolyse
Dégradation- recondensation	Amorphe	Phénols, furannes
Préservation sélective	Ultrastructures (structures pariétales)	Double <i>n</i> -alcane/ <i>n</i> -alc-1-ène <i>n</i> -alkylnitriles, cétones
Sulfuration naturelle	Amorphe	Composés organo-soufrés
Adsorption minérale	Amorphe	Non caractérisé

Tableau II -1 : Récapitulatif des différents processus de préservation de la matière organique actuellement connus ainsi que de leur expression morphologique et de leurs produits de pyrolyse caractéristiques (Aycard, 2004).

II.4.Classification de la MO

II.4.1. Les kérogènes

Bien que le terme kérogène soit aujourd'hui défini d'un point de vue purement analytique, à savoir la fraction de carbone organique "insoluble dans les solvants alcalins ou dans les solvants organiques usuels" (Tissot et Welte, 1984 ; Durand, 1985), ce terme a été proposé pour la première fois pour désigner le matériel carboné de schistes bitumineux (ou oil shales) à partir desquels des hydrocarbures liquides étaient produits par distillation (Stewart, 1912 et Cane, 1970 in Salze, 2008). La contrepartie extractible du kérogène est désignée en Français par le terme "extraits" et correspond à ce que les auteurs anglo-saxons appellent bitumen. Tissot et Welte (1984) indiquent que les kérogènes constituent de 80 à 99% en poids de la matière organique contenue dans les roches-mères d'hydrocarbures (shales ou roches-mères carbonatées), cette proportion tendant à décroître au profit de la fraction extractible suite à la transformation du kérogène en pétrole au cours de l'enfouissement des rochesmères dans les bassins sédimentaires (Salze, 2008).

D'un point de vue chimique, les kérogènes peuvent être considérés comme des macromolécules tridimensionnelles formées par des chaînes aliphatiques (n-alcanes, méthylalcanes, isoprénoïdes), des alcanes polycycliques (stéranes, hopanes) et des noyaux monoaromatiques ou polyaromatiques. Ces différents composés sont associés les uns aux autres par des liaisons chimiques entre atomes de carbone ou par des groupements fonctionnels de type éther, ester, carbonyle, sulfure ou amide. D'autres groupes fonctionnels périphériques tels que des fonctions alcool ou carboxyle peuvent se trouver en substitution sur les noyaux aromatiques ou les chaînes aliphatiques (Tissot et Welte, 1984). Il faut enfin noter que les hétéroatomes (N, S et O) se trouvent également dans des composés hétéroatomiques tels que des composés pyrroliques, thiophéniques ou furaniques. Les principaux hydrocarbures et groupements fonctionnels constitutifs des kérogènes sont représentés sur la Figure II.5. « Un modèle structural proposé par Richard et Helgeson (2008) pour le kérogène immature de la formation d'âge éocène de Green River (Utah, USA) » (Salze, 2008) est représenté sur la Figure II.6.



Figure II.5 : Principaux types d'hydrocarbures et de groupements fonctionnels constitutifs des kérogènes. La notation R sur les noyaux aromatiques est utilisée pour désigner un substituant alkyl (Salze, 2008).



Figure II.6 : *Modèle structural du kérogène de la formation de Green River (stade immature, Richard et Helgeson, 2008* in Salze, 2008).

II.4.2. Les charbons

Les charbons sont des roches combustibles constituées majoritairement de débris végétaux lithifiés appelées *macéraux*, ainsi que de quantités moindres de minéraux et d'eau. Les charbons renferment plus de 50% en poids et plus de 70% en volume de matériel organique (Hunt, 1996 in Salze, 2008), ce qui est nettement supérieur à la teneur en matériel organique représentée par les kérogènes des roches-mères d'hydrocarbures. Ces dernières contiennent rarement plus de 5% en poids de Corg, soit 7.5% en poids de kérogène (Tissot et Welte, 1984).

Les macéraux des charbons, qui peuvent être considérés comme l'équivalent des minéraux d'une roche, sont classés en trois groupes (Stach's Textbook on Coal Petrology, 1982 in Killops, 2005): les exinites (ou liptinites), les vitrinites et les inertinites.

Le Tableau II-2 présente les différents macéraux appartenant aux trois groupes, sans rentrer dans le détail des sous-macéraux. Notons que si cette classification des charbons est conventionnelle et revêt un caractère essentiellement pratique, une analogie peut être faite avec le classement chimique des kérogènes, en ce sens que les exinites sont plus riches en hydrogène, les vitrinites plus riches en oxygène et les inertinites plus riches en carbone (Killops, 2005). Ceci vient du fait que les exinites correspondent à de la matière organique de type sapropélique, obtenue par accumulation de spores, pollens et d'algues planctoniques et caractérisée par des rapports H/C élevés. Au cours de la diagenèse, cette matière organique sapropélique donnera naissance aux charbons de type boghead ou torbanites. Les vitrinites et les inertinites correspondent à de la matière organique de type humique, formée essentiellement par accumulation de macromolécules (lignine, tannins) diagénétiquement préservées lors de la dégradation des végétaux supérieurs et caractérisées par des rapports H/C peu élevés. Les relations entre les compositions chimiques des macéraux de charbons et de leurs précurseurs sont illustrées sur la Figure II.7.

CHAPITRE II LA MATIERE ORGANIQUE

Groupe de macéraux	Macéraux	Origine
Exinites (liptinites)	Alginite	testes d'algues.
	Sporinite	spore et de pollen.
	Cutinite	enduit cireux de feuilles et de tiges.
	Résinite	corps de résine.
	Subérinites	tissus de liège, par exemple écorce et murs de racine.
	Liptodétrinite	fragments non identifiés de liptinite.
Vitrinites	Télinite	structure cellulaire de tissu en bois, de feuille et de racine.
	Collinite	sans structure, gel de remplissage
	Vitrodétrinite	fragments non identifiés de cellules.
	Desmocollinite	
Inertinites	Fusinite	tissu carbonisé en bois et de feuille.
	Semifusinite	tissu partiellement carbonisé en bois et de feuille.
	Inertodétrinite	fragments non identifiés d'intertinite.
	Sclérotinite	reste de fongique
	Micrinite	matériel liptinitique carbonisé.
	Macrinite	matériel carbonisé de gel.

Tableau II-2 : Classification simplifiée des charbons (Stach's Textbook on Coal Petrology, 1982); (Killops, 2005).



Figure II.7 : *Rapports atomiques H/C et O/C des macéraux de charbons et de leurs précurseurs biologiques* (Killops, 2005).

II.4.3. Les extraits

Les extraits (analogue du terme anglo-saxon *bitumen*) représentent la fraction de la matière organique sédimentaire qui, contrairement au kérogène, est extractible par les solvants organiques. Ces extraits constituent de 1 à 20% en poids de la matière organique présente dans les roches sédimentaires (Tissot et Welte, 1984) et sont constitués de composés saturés, insaturés, aromatiques, hétéroatomiques, ainsi que de résines et d'asphaltènes (Vandenbroucke, 1980).

II.4.4. Les pétroles

Les pétroles contiennent les huiles. Comme il n'y a pas deux êtres sur terre en tout point identique, on ne trouve pas deux huiles ayant une composition strictement semblable. La plupart de ces différences s'expliquent par l'origine, l'évolution et l'histoire thermique propres à chaque matière organique. Il est toutefois possible de distinguer des traits communs, des similarités dans la composition. Un pétrole évolué est constitué d'un mélange de plusieurs milliers voire de centaines de milliers de composés hydrocarbonés différents.

Les géochimistes ont choisi de classer l'ensemble de ces composés selon leur structure en différents groupes. Ainsi, l'ensemble des pétroles est constitué dans des proportions plus ou moins importantes par quatre grandes familles de composés (fig. II.11) (Salze, 2008)

- les hydrocarbures saturés	- les résines
- les hydrocarbures aromatiques	- les asphaltènes

Les hydrocarbures saturés comprennent les normal-alcanes et les alcanes branchés (les paraffines) ainsi que les cycloalcanes (les naphtènes).

Dans le **groupe des hydrocarbures aromatiques**, on trouve les aromatiques purs, les cycloalcanes aromatiques, ainsi que les composés cycliques sulfurés (dérivés du benzothiophène).

Enfin les familles **des résines et des asphaltènes**, sont constituées de composés chimiquement mal définis. Il s'agit de molécules polycycliques très complexes de haut poids moléculaire comprenant des atomes de N, S et O et des

atomes métalliques. Les résines ont une masse moléculaire comprise entre 300 et 1000. Les asphaltènes qui comportent un grand nombre de noyaux aromatiques polycondensés ont une masse moléculaire plus importante, entre 1000 et 10000. Asphaltènes et résines ont une structure chimique polaire (Salze, 2008). Seule la procédure de séparation permet de les distinguer : les asphaltènes ne sont pas solubles dans le *n*-heptane alors que les résines le sont.

II.4.4.1. Les hydrocarbures saturés :

• Les *n*-alcanes :

Tous les *n*-alcanes de C₁ à C₄₀ et quelques-uns au-delà de C₄₀ ont été identifiés dans les huiles. Leur proportion varie généralement entre 15 et 20% en masse parmi les composés de structure définie (l'ensemble des hydrocarbures à l'exception des asphaltènes et des résines) mais leur quantité peut être très faible, comme dans le cas des huiles biodégradées, ou plus importante (jusqu'à 35%). Certains n-alcanes de faible masse molaire (généralement entre C5 et C7), peuvent être présents individuellement en grande quantité (jusqu'à 5%). Les composés au-dessus de C10 voient leur abondance décroître de manière régulière avec le nombre de carbones dans la plupart des huiles. La quantité de n-alcanes dépend en grande partie de la nature de la matière organique originelle. Les huiles brutes d'origine marine contiennent habituellement de grandes proportions de n-alcanes alors que la matière organique d'origine continentale en est en grande partie dépourvue. Durant la catagenèse, on observe une augmentation de la concentration en n-alcanes avec l'avancement de la maturation (Salze, 2008).

• Les cyclo-alcanes :

Le cyclopentane, le cyclohexane et leurs dérivés de faible masse molaire, sont présents en quantité notable dans les pétroles. Les dérivés méthylés (les méthylcycloalcanes) sont, en général, beaucoup plus importants que leur parent respectif, les cycloalcanes. Le méthylcyclohexane et le méthylcyclopentane sont les cycloalcanes les plus abondants. Les monocycles et les bicycles représentent habituellement 50 à 55% de la totalité des cycloalcanes.



Figure II. 8 : Exemples de molécules de chacune des familles de composé rencontrées dans les hydrocarbures naturels.

II.4.4.2. Les hydrocarbures aromatiques :

On distingue deux types d'aromatiques : les aromatiques dits "vrais" ne contenant que des noyaux aromatiques et des chaînes aliphatiques latérales et les cycloalkylaromatiques (ou naphthènoaromatiques) composés de noyaux aromatiques associés à des cycles saturés (Killops, 2005).

Parmi les aromatiques "vrais", les molécules prédominantes sont le benzène, le naphtalène, le phénanthrène ainsi que leurs dérivés alkylés comprenant 1 à 3 atomes de carbone (toluène, xylènes...). Le second type, les cycloalkylaromatiques, sont particulièrement abondants dans les huiles immatures alors que les purs aromatiques deviennent prédominants après une longue évolution thermique. Les molécules de base sont l'indène, la tétraline, le tetrahydronaphtalène ainsi que leurs dérivés méthylés. Les autres composés de plus haut poids moléculaire portent une longue chaîne ainsi qu'un certain nombre de substituants méthyles ou éthyles (Killops, 2005).

II.4.4.3. Les composés soufrés, nitrés et oxygénés :

Les huiles comprennent également des composés hétéroatomiques légers comme les composés soufrés (thiols, sulfides, disulfides, et des dérivés du thiophène) représentant en général 0,65% en masse de l'huile totale, des composés oxygénés (dibenzofurane, crésol...) dont le groupe le plus fréquent est celui des acides carboxyliques pouvant atteindre 2,5% en masse au sein des huiles immatures et enfin des composés azotés (pyridine, quinoline, carbazoles, indoles...) présents en quantité moindre, moins de 0,2% en masse (Tissot et Welte, 1984).

II.4.4.4. Les résines et les asphaltènes :

Les résines et les asphaltènes sont des molécules constituées de nombreux noyaux aromatiques et de chaînes latérales, de structure très complexe et de haute masse molaire. Ces composés contiennent de nombreux atomes de N, S et O ainsi que des métaux, en particulier le nickel et le vanadium. La masse molaire des résines est comprise entre 300 et 1000 g.mol⁻¹, alors que celle des asphaltènes est très supérieure et dépasse les 10000 g.mol⁴. Les asphaltènes et les résines représentent en général une quantité en masse de 10 à 40% de l'huile totale (Tissot et Welte, 1984).

II.4.5. Le bitume

Le terme bitume peut être associé au terme plus général d'huile lourde. Bien qu'il existe quelques cas d'accumulations d'huiles lourdes immatures et non dégradées, ces dernières représentent moins de 1% des réserves mondiales (Tissot et Welte, 1984). Ces huiles lourdes immatures contiennent des composés polaires en abondance, avec des teneurs en soufre et en azote élevées.

La plupart des bitumes proviennent d'huiles, qui ont été dégradées dans les réservoirs par un ou plusieurs des processus suivant : biodégradation, lessivage, oxydation, radiolyse. Ces altérations entraînant une diminution des composés légers, tels que les *n*-alcanes et une augmentation des composés les plus résistants, comme les composés polaires, ce qui conduit à la formation d'une huile lourde, visqueuse et peu mobile.

II.4.6. Les gaz naturels

Au sans large, toute substance naturelle qui est à l'état gazeux dans les conditions normales de température et de pression est un gaz naturel. Le gaz naturel est essentiellement constitué de méthane (CH₄) dans le gaz dit *sec* avec des quantités croissantes d'éthane (C₂H₆), de propane (C₃H₈) et de butane (C₄H₁₀) dans les gaz dits *humides*. Le gaz naturel contient également des proportions variables de diazote (N₂), de dioxyde de carbone (CO₂) et de sulfure d'hydrogène (H₂S). Leurs propriétés physiques font que le plus souvent ils se trouvent soit à l'état supercritique, soit à l'état dissous dans l'eau ou dans l'huile (Schoell, 1980 in Salze, 2008). Ils peuvent constituer des gisements. La majorité est formée d'un mélange de méthane, dioxyde de carbone et d'azote.

Il existe trois modes possibles pour la formation des hydrocarbures gazeux : un mode « bactérien », un mode « thermique » et un mode « inorganique ». La formation de gaz bactérien au cours de l'enfouissement conduit à la formation du seul méthane. Son importance n'est pas à négliger puisqu'il serait responsable de 20% des réserves de gaz (Rice et Claypool, 1981 in Salze, 2008). Le mode thermique conduit à la formation des gaz naturels précédemment cités à partir de la maturation thermique de la matière organique sédimentaire. Les hydrocarbures gazeux sont produits soit directement à partir du kérogène par craquage thermique primaire, soit à partir d'huile formée aux étapes précédentes, par craquage thermique secondaire.

II.4.7. Les hydrocarbures abiogéniques

La matière organique abiotique est une synthèse inorganique d'hydrocarbures à partir de CO₂ et de H₂ dissous dans des fluides. Des études théoriques et expérimentales indiquent que les réactions de synthèse abiogénique peuvent se produire dans les conditions du magmatisme, du métamorphisme ou de l'hydrothermalisme (Berndt 1996, McCollom *et al.*, 2001 in Salze, 2008).

II.5. La classification des kérogènes

Au cours du processus de sédimentation, la MO va subir de nombreuses transformations (biologiques et chimiques). L'ensemble de ces transformations aboutit à un édifice macromoléculaire dans lequel les molécules qui constituaient les organismes vivants sont liées les unes aux autres par de nouvelles liaisons chimiques. A ce stade, la MO sédimentaire est largement insoluble, on la désigne sous le terme de kérogène.

Les kérogènes sont constitués, tout comme la MO vivante, de carbone, d'hydrogène, d'oxygène, d'azote et de soufre. Selon leur origine et leur degré d'évolution, les kérogènes présentent des compositions élémentaires très différentes. En reportant le rapport atomique H/C en fonction du rapport atomique O/C, dans un diagramme dit de Van Krevelen (fig. II.9), on distingue trois principaux types de kérogènes.

1. Le kérogène de Type I est riche en hydrogène et pauvre en oxygène. Ce type de kérogène est principalement constitué de biomasse bactérienne et algaire déposée dans des environnements lacustres où les conditions de préservation sont très bonnes (Tissot et Welte, 1984). Peu répandu, il est d'excellente qualité puisque 70 à 80 % du poids de la matière organique préservée dans les sédiments est susceptible de se transformer en hydrocarbures. Les kérogènes de type I immatures sont caractérisés par des rapports H/C élevés, de l'ordre de 1,5 et, au contraire, des teneurs en oxygène faibles (rapport O/C d'environ 0,1) La série type de ce kérogène est définie par les « Green River Shales » (Eocène, Etats-Unis).

2. Le kérogène de Type II, plus commun, se rencontre surtout dans les milieux de sédimentation marins confinés. Les chaînes carbonées linéaires sont moins longues et les structures cycliques plus nombreuses que dans le type I. Ce matériel organique tire son origine d'une biomasse planctonique marine. Jusqu'à 40 à 60 % du poids de matériel organique est susceptible de se transformer en hydrocarbures. Ces kérogènes se caractérisent par des rapports H/C moins élevés (environ 1,3) et, au contraire, des rapports O/C plus grands (environ 0,15) que ceux du type I. Ce type a été défini par étude du kérogène de la série des Schistes Cartons du Bassin de Paris (Toarcien inférieur, France) (Espitalié *et al.,* 1985a).

3. Le kérogène de Type III provient de restes de végétaux supérieurs terrestres. Ces molécules sont riches en structures cycliques et portent de nombreuses fonctions oxygénées. Il est, par exemple, caractéristique des charbons humiques. Le potentiel pétrolier de cette matière organique est relativement faible puisque 10 à 30 % seulement du poids de leur contenu organique peut se transformer en hydrocarbures. Le rapport H/C est inférieur à 1 et le rapport O/C est de l'ordre de 0,3 à 0,4. Le type III a été défini dans un premier temps dans la formation Logbada (Crétacé supérieur, Cameroun) puis redéfini dans le delta de la Mahakam (Indonésie) (Espitalié *et al.*, 1985a).

Dans certains cas, les kérogènes présentent une teneur en soufre organique (Sorg) très importante, ils sont caractérisés par un rapport atomique Sorg/C \geq 0,04. Ils ont été différenciés en type I-S (Sinninghe Damsté *et al.,* 1993 in Deniau, 2002), type II-S (Orr, 1986) et type III-S (Sinninghe Damsté *et al.,* 1992 in Deniau, 2002).

D'autres techniques peuvent être utilisées en complément pour la classification des matières organiques tels que la microscopie optique et le

couplage Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse sur les fractions saturées et aromatiques du bitume ou du pétrole.



Figure II.9 : Diagramme de Van Krevelen indiquant la composition élémentaire des trois principaux types de kérogène (Killops, 2005).

II.6. Notion de marqueurs thermiques

Avec l'enfouissement des sédiments dans le bassin sédimentaire et à cause de l'échauffement, la maturité de la matière organique va augmenter, ce qui va être enregistré et archivé dans la matière organique fossile qu'on trouve aujourd'hui dans les bassins. Les indicateurs de maturité organique enregistrent la température maximale mais ne sont pas en mesure d'enregistrer les évènements thermiques plus froids (plus vieux ou plus récents) que la température maximale. Les transformations induites par l'élévation de la température sont irréversibles. De nombreux indices ont été utilisés pour mesurer les paléotempératures dans les formations géologiques et pour

reconstruire l'histoire thermique des bassins sédimentaires comme la réflectance de la vitrinite déterminée par l'analyse optique et le taux de transformation de la matière organique et le T_{max} obtenu par la pyrolyse Rock-Eval (Al Saab, 2007)

II.7. Evolution avec l'enfouissement

Au cours de l'enfouissement sédimentaire, la matière organique se dégrade progressivement en raison de l'élévation de la pression et de la température. Les modifications physico-chimiques qu'elle subit permettent de distinguer 3 principaux stades (fig. II.10 et II.11) :

1. La diagenèse au cours de laquelle la rupture de liaisons labiles au sein du kérogène (craquage primaire) va induire la production de H₂O et CO₂ mais aussi de composés lourds (résines et asphaltènes).

2. La catagenèse où « *fenêtre à huile* » correspond à la phase d'une intense dégradation du kérogène en raison de la rupture des liaisons stables C-C (Tissot et Welte, 1984). L'oxygène restant dans le résidu solide et dans les composés hétéroatomiques est présent sous forme de liaisons éther probablement à l'intérieur d'hétérocycles. Le bitume néoformé va également se dégrader en composés de faibles masses puis en gaz humides (C₂-C₅) (craquage secondaire). Les températures peuvent atteindre de 60 à 120°C selon la profondeur.

3. La métagenèse où « *fenêtre à gaz* », dans ce stade et à cause de la grande augmentation de la température les hydrocarbures liquides (pétrole) générés dans la catagenèse se craquent en hydrocarbures gazeuses (gaz secs). La composition des produits issus du craquage tend progressivement vers celle du méthane. La déméthylation du kérogène joue aussi dans ce stade un rôle important dans la génération du méthane. Des gaz non hydrocarbonés (H₂O, CO₂, N₂) sont générés en raison de la dégradation tardive de liaisons hétéroatomiques les plus stables. Au cours de la métagenèse le kérogène aquifère une structure hautement aromatique beaucoup plus stable (fig. II.11). Ces transformations se produisent lorsque la température atteint en moyenne 160° à 180°C, et se poursuivent jusqu'au métamorphisme.

Des marqueurs de thermicité permettront d'évaluer le degré d'évolution de la matière organique au cours de l'enfouissement. Ces marqueurs sont utilisés dans la modélisation du système pétrolier pour calibrer les modèles thermiques calculés avec des données réelles du bassin étudié. Il est important de noter que ces marqueurs ont des domaines d'application bien définis en termes de température et des précautions doivent être prises lors de leur utilisation pour les études de thermicité.



Figure II.10 : Schéma des modifications de structures moléculaires du kérogène Type III (**A**: est un kérogène immature & **B**: est un kérogène thermiquement mature) (d'après Durand, 1987).



Figure II.11 : L'évolution de la matière Organique pendant la diagenèse, catagenèse et métagenèse (modifié de Tissot et Welte, 1984).

CHAPITRE III

CARACTERISATION DE LA MATIERE ORGANIQUE DU DJEBEL ONK

III.A. Etude chimique du phosphate du Djebel Onk

La partie pratique de notre étude concerne la caractérisation du matériel échantillonné par les méthodes décrit dans ce chapitre – des analyses ont été demandés au CRD-SONATRACH mais compte tenu des délais nous ne pourrons pas les utiliser.

III.A.1. prélèvement des échantillons du minerai de phosphate :

Nous avons pris des échantillons de phosphate de la couche principale noir et beige du gisement de Kef Es Sennoun, et du gisement de Djemi Djema, et de Tarfaya. Les échantillons sont résumés dans le tableau suivant :

	phosphate noire (Kef ES)	phosphate beige (Kef ES)	phosphate noir (Dj-Dj)	phosphate beige (Dj-Dj)	phosphate beige (Tarfaya)
échantillon	KS N	KS B	Dj-Dj N	Dj-Dj B	TF B
couche	principale	principale	principale	principale	principale

Tableau III.A.1 : Les différents types d'échantillons.

III.A.2. Calcimétrie

Le manocalcimètre (calcimètre Bernard) est un appareil dont le fonctionnement est basé sur la loi des gaz parfaits (P.V = n.R.T) qui permet une évaluation du pourcentage équivalent de carbonates (CaCO₃) dans un échantillon de sédiment. L'analyse est basée sur la mesure du volume de gaz carbonique dégagé par une quantité connue de sédiment avec de l'acide chlorhydrique (HCL). Aux conditions normales de l'expérience (T~20°C et P~760mmH/Hg) peut être assimilé à un gaz parfait. Le gaz dégagé de la réaction exerce une pression sur le liquide contenue dans la burette graduée. Le liquide passe alors d'un volume initial V1 à un volume V2. L'équation de la réaction produite à l'intérieur de la burette est la suivante :

$$RCO_3 + 2HCl <==> RCl2 + H_2O + CO_2$$

$$CaCO3 \% = [\Delta vCO2 (ml)]/M(g)$$

 Δv : différence de volume initiale (v1) et volume (v2)

P : pression

- T°: température
- M : masse en g de l'échantillon pesé.

• Fabrication d'un calcimètre

On peu fabriquer un calcimètre avec :

- une ampoule

- un tube gradué de 100 cm³
- un erlenmeyer de 100 cm³
- un petit tube en verre environ deux fois moins haut que l'erlenmeyer
- deux bouchons à 1 trou adaptés au tube gradué et à l'erlenmeyer
- 1,5 m de feuille anglaise

Prévoir :

- une balance à 0,01g pour peser l'échantillon.
- un portoir pour le petit tube
- une grosse pince à dissection
- un peu de pate à modeler (non attaquée par l'acide)
- une pipette graduée
- HCl assez concentré





Préparation des mesures

Préparer une solution saturée de NaCl (environ 1/4 de litre) ; la verser jusqu'à mi hauteur de l'ampoule (si on utilise de l'eau non salée, une partie du CO₂ dégagé va se dissoudre dans l'eau et le résultat sera faussé).

Tarer la balance puis peser l'échantillon $\mathbf{1}$ g (Si la masse de CaCO₃ est supérieure

à 1g, le volume de CO₂ dégagé sera trop important pour être mesuré.)

- Placer dans l'erlenmeyer : l'échantillon.
- Coller une boulette de pâte à modeler sous le petit tube.
- A l'aide d'une pipette, verser dans le tube de l'HCl assez concentré.
- A l'aide d'une grosse pince, mettre en place le tube dans l'erlenmeyer.
- Boucher l'erlenmeyer
- Modifier la hauteur de l'ampoule de manière à ce que l'eau salée soit au même niveau dans l'ampoule et le tube gradué.
- Le contenu de l'erlenmeyer sera alors à la pression atmosphérique.
- Noter le niveau.
- Incliner l'erlenmeyer afin de faire couler l'acide sur l'échantillon.
- Reposer l'erlenmeyer et attendre la fin de l'effervescence (pour une mesure précise, il convient d'attendre un rééquilibrage de la température avec celle de l'air ambiant 'réaction exothermique).

La pression dans le tube gradué est alors supérieure à la pression atmosphérique comme montré dans l'image ci-contre.

Ouvrir l'erlenmeyer ; ajouter un peu d'acide sur l'échantillon. Vérifier que l'acide était bien en excès et que tout le CaCO3 a été attaqué.



• le calcul de la teneur en CaCO₃

 $CaCO_3 + 2 HCl \longrightarrow CaCl_2 + H2O + CO2$

Si l'acide HCl est en excès, son action sur une mole de $CaCO_3$ (100g/mol) libère une mole de CO_2 (22,4 l soit 22400 mL).

Connaissant le volume de CO_2 dégagé (niveau final - niveau initial), faire un produit en croix pour calculer la masse de CaCO₃ attaqué.

Connaissant la masse de $CaCO_3$ et la masse de l'échantillon, faire un produit en croix pour calculer le pourcentage de $CaCO_3$ dans l'échantillon.

On donne un exemple de calcul de la teneur de CaCO₃ (phosphate noire, Kef ES)



Donc l'apatite noire (KS) contient 36,12 % de calcite.

	KS N	KS B	Dj-Dj N	Dj-Dj B	TF B
Echantillon (g)	1	1	1	1	1
$\Delta V = V_0 - V_f$ (ml)	80.9	33.2	85	32	36
Masse de CaCO ₃ (g)	0.3612	0.1455	0.3794	0.1428	0.1607
Teneur de CaCO ₃ %	36.12	14.55	37.94	14.28	16.07

Tableau III.A.2 : Les teneurs de calcite dans les différents échantillons.

Discussion des résultats :

Les carbonates sont principalement d'origine biogénique (foraminifères planctoniques, coccolithophoridés et dinoflagellés calcaires de type Thorachosphères) (in Riboulleau, 2000). Les teneurs en carbonates de calcium mesurées par calcimètre Bernard sur les échantillons bruts sont comprises entre 14.28 et 37.94 % ; pour le phosphate noir la teneur en carbonate est élevée, alors qu'il est riche en carbone organique, et le phosphate beige est à teneur plus faible en carbonate par rapport au phosphate noir et aussi plus pauvre en matière organique.

Il y a une corrélation positive visible entre le carbonate et la couleur du phosphate, si le phosphate est noir la teneur en carbonate est élevée, et si le phosphate est beige la teneur en carbonate diminue, ce qui renforce l'idée qu'il y a un lien entre l'organisme à l'origine de la production carbonatée dans le bassin du Djebel Onk, et les organismes responsables de la production du carbone organique préservé dans les sédiments.

III.A.3. Observation à la loupe binoculaire :

L'observation à la loupe binoculaire de grains phosphatés, extraits de la couche principale phosphatée de la série du Djemi Djema, et Kef Es Sennoun (**phosphate beige**). Les particules phosphatées comprennent les coprolites, des débris osseux, des pellets, des microorganismes enrobés, et des ooïdes représentées par des oolites et des oncolites. On remarque que les formes globalement arrondies à ovoïdes, et cylindriques, les formes sphériques et subsphériques sont majoritairement claires (fig. III.A.3, image 3,4). Les teintes externes des grains phosphatées sont jaunâtres gris, marron clair et parfois on a des grains noirâtres (5 %). Les oolites du phosphate beige sont plus petites < à 100 μ m.

Les grains de teinte noirâtre sont généralement pigmentés par la matière organique, Les cortex clairs témoignent de la présence d'une pellicule phosphatée à la périphérie de ces grains, recouvrant le corps du pellet dont la couleur fondamentale est brune.

L'observation à la loupe binoculaire de grains phosphatés isolés de leur matrice, extraits de la couche principale phosphatée de la série du Kef Es Sennoun et Djemi Djema (**phosphate noir**) a montré que les grains phosphatés sont généralement de formes arrondies sphériques et sub-sphériques et cylindriques, généralement attribuées à des pellets fécales, des coprolites et des grains enrobés. Les teintes externes de ces grains sont noirâtres (coprolites, oncolites), et marron (pellets) et parfois gris-brun (grains enrobés).

Les grains noirâtres sont majoritaires ce qui implique que la couleur de phosphate est noire, riche en matière organique (fig. III.A.3, image 1, 2).



Figure III.A.3 : Observation des grains phosphatés du Djebel Onk par la loupe binoculaire (marque, ZEISS).

III.A.4. observation par microscope optique :

L'étude microscopique se fait sur les échantillons de phosphate (des lames minces de M^{me} Chabou-Mostefaï. S).

Pour l'étude du phosphate au microscope optique, nous avons fait plusieurs observations sur des lames minces au niveau de laboratoire (D^{ptm} G. Minier). Cette méthode est basée sur l'étude de la matière organique associée au phosphate (éléments figurés) et à leur matrice (liant), pour cela nous avons noté plusieurs informations sur la présence de la MO.



Figure III.A.4 : Observation par microscope optique de grains phosphatés (échantillon 82-115, Ras el Aïn allochtone).



Figure III.A.5 : observation par microscope optique de grains phosphatés (échantillon 82-72, Ras el Aïn autochtone).

- L'image 2 (Fig. III.A.4): représente un oncolite phosphaté riche en matière organique, la MO apparaît dans le cœur de cette oncolite (étoile blanc), et leur cortex est phosphaté (étoile noire).
- L'image 4 (fig. III.A.4) : pellet pigmenté par la matière organique à leur pellicule (cercle blanc). Le centre représente le phosphate.
- L'image 1 (fig. III.A.4) : représente un coprolite dans un ciment micritique, pigmenté par la matière organique au centre et à la périphérie (triangle rouge).
- L'image 3 (fig. III.A.4) : représente un microorganisme enrobé, riche en matière organique de couleur noire, la MO apparaît au centre et à la périphérie.
- L'image 1 et 2 (fig. III.A.5) : représente des pellets fécaux, des coprolites, débris et fragments osseux dans un ciment micritique, La matière organique apparaît, soit dispersée au sein des pellets (étoile blanche), soit concentrée dans le cœur (étoile noire) de ceux-ci et au droit de particules irrégulières, noires, de quelques dizaines de micromètres de dimension moyenne. Les grains phosphatés (coprolites, pellets, ...) sont très souvent

juxtaposés et constituent des assemblages quasi-compacts, témoignant soit d'une néogenèse "rapprochée" au sein de la matrice, si ces grains procèdent d'une authigenèse au sein du sédiment, soit d'un arrangement mécanique en mode "compact" au cours de remaniements sédimentaires, si les grains préexistaient par rapport à ces remaniements. Leur couleur extérieure se rattache à trois teintes principales, le noir, le beige-brun et le marron-clair.

Finalement la matière organique prédominant dans les grains phosphatés apparaît, soit à la périphérie, soit au centre de ces grains, généralement leur couleur est noire en lumière naturelle. On remarque bien que l'échantillon 82-115 (allochtone) est plus riche en matière organique que l'échantillon 82-72 (autochtone). Donc d'après ces informations on conclut que le type de la matière organique dans l'échantillon 82-115 peut être de type III ou type I (lacustre ou continental), et l'échantillon 82-72 ce soit de type II (marin) par ce que autochtone.

III.A.5. La chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse

Pour analyser les effluents de pyrolyse et les différentes fractions des pyrolysats, qui sont des mélanges complexes, on utilise la chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/SM). L'échantillon est d'abord introduit dans le chromatographe ce qui permet de séparer les différents composés, puis les produits séparés vont être introduits dans le spectromètre ce qui va permettre d'identifier tous les composés.

Pour améliorer la séparation, lors de la chromatographie en phase gazeuse, on peut jouer sur un grand nombre de facteurs tels que la température, la nature des phases stationnaires, le débit du gaz vecteur. La particularité de cette technique est de pouvoir analyser tous les composés susceptibles de se volatiliser par élévation de température dans une gamme donnée. Ceci implique de maintenir une température minimale de sorte que les molécules étudiées se trouvent à l'état gazeux. Un gradient de température est imposé afin d'entraîner tous les composés, car le principe de séparation est basé, entre autres, sur la différence de température d'ébullition des substances à séparer. La colonne utilisée est une colonne capillaire en silice recouverte d'un film polymère qui est très peu polaire, il existe donc des interactions soluté-solvant. Les composés polaires seront les moins retenus tandis que les solutés apolaires seront retenus. Deux mécanismes sont donc mis en jeu lors de cette séparation (Deniau, 2002).

La spectrométrie de masse permet l'identification des éléments constitutifs d'un mélange complexe. Elle est basée sur le fait que des particules chargées qui se déplacent au travers d'un champ magnétique sont déviées de leurs trajectoires rectilignes. Les composés à l'état gazeux provenant de la séparation par la colonne de chromatographie pénètrent successivement dans la chambre du spectromètre qui est sous vide poussé. Les molécules neutres sont alors bombardées par un faisceau d'électrons accélérés. L'impact de ces électrons sur ces molécules entraîne une accumulation d'énergie qui, en se dissipant, peut provoquer la rupture de certaines liaisons et donner ainsi naissance à des fragments chargés. Un cation radicalaire ($M+\cdot$), que l'on appelle ion moléculaire, est tout d'abord formé par simple perte d'un électron. Etant donné que l'énergie du faisceau ionisant excède celle requise pour rompre les liaisons organiques classiques, les molécules ionisées se fragmentent. Ce phénomène donne naissance à plusieurs ions fragments, tous de masse inférieure à celle de l'ion moléculaire dont ils proviennent. Les molécules neutres ne sont ni accélérées ni déviées et se perdent donc dans la chambre de l'instrument. L'ion moléculaire et les fragments chargés sont accélérés par un champ électrique et déviés par un champ magnétique, ils adoptent alors une trajectoire circulaire dont le rayon de courbure dépend principalement du rapport m/z et de la force du champ. Le recueil sélectif des différents ions permet l'établissement d'un spectre caractéristique appelé spectre de masse pour chaque composé : on reporte les valeurs m/z en fonction de la hauteur des pics, hauteurs qui représentent la mesure du nombre relatif d'ions possédant cette masse moléculaire. A partir de leur spectre de masse on peut identifier les composés correspondant aux différents pics du chromatogramme (Deniau, 2002).

L'analyse chromatographie se fait sur le phosphate noir et beige du gisement Djemidjema, le protocole d'analyse est présenté dans le diagramme suivant :

III.A.5.1. Mode opératoire (Merabet et al., 2004) :

Le protocole expérimental utilisé pour l'identification des matières organiques dans les deux types, est présenté sur la figure III.A.6.

L'analyse des hydrocarbures présents dans les phosphates beige et noir a été effectuée à l'aide d'un chromatographe de type SHIMADZU avec détecteur à ionisation de flamme (FID). Une phase stationnaire de type SE 54. La température est programmée de la manière suivante :

- Température initiale : 70° C pendant 1 mn,
- Vitesse de montée : 3° C/mn,
- Température finale : 290° C pendant 20 mn.

Le gaz vecteur (azote) est injecté à 250° C avec un débit de 1,5 ml/ mn. L'injection des solvants (hexane et mélange hexane/dichloromethane respectivement pour les deux fractions aliphatique et aromatique) et des échantillons à analyser est de 3 μ l.

L'identification des hydrocarbures a été obtenue par comparaison aux temps de rétentions des hydrocarbures des solutions standard aromatiques et dans les mêmes conditions opératoires (tableau. III.A.3).



Figure III.A.6 : Protocole d'analyse des hydrocarbures (Merabet et al., 2004)

Les résultats des analyses par chromatographie des deux fractions d'hydrocarbures aromatiques et aliphatiques extraites des phosphates beige et noir sont présentés par les figures III.A.7 à III.A.10.



Figure III.A.7 : chromatogramme des hydrocarbures aliphatiques du phosphate beige (Merabet et al., 2004).



Figure III.A.8 : chromatogramme des hydrocarbures aliphatiques du phosphate noir (Merabet et al., 2004).



Figure III.A.9: chromatogramme des hydrocarbures aromatiques du phosphate noir (Merabet et al., 2004).



Figure III.A.10 : chromatogramme des hydrocarbures aromatiques du phosphate beige (Merabet et al., 2004).

CHAPITRE III CARACTERISATION DE LA MATIERE ORGANIQUE DU DJEBEL ONK

Composés	TR	Composés	TR	Composés	TR	
aliphatiques	(mn)	aliphatiques	(mn)	aromatiques	(mn)	
C ₁₀	7.59	C22	49.55	Naphtalène	13.79	
C ₁₁	11.06	C23	52.30	Methyl.1-naphtalène	18.59	
C ₁₂	14.52	C24	55.66	Ethyl.1-naphtène	21.97	
C ₁₃	18.46	C25	57.66	Acenaphthylène	23.96	
C ₁₄	22.41	C26	60.27	Acenaphtène	25.29	
C ₁₅	26.25	Squalane	61.65	Fluorene	28.98	
C ₁₆	30.10	C27	62.67	Phénanthrene	35.88	
C ₁₇	33.71	C28	65.08	Anthracène	36.20	
Pristane	33.92	C29	67.36	Methy.2-	20.02	
				phénanthrène	39.92	
C ₁₈ : 1	36.91	C30	69.65	Methy.1-	40.72	
				phénanthrène	40.72	
C ₁₈	37.16	C31	71.80	Dimethyl.3,6-	13 31	
				phénantène	43.31	
Phytane	37.50	C32	73.95	73.95 Fluoranthène		
C ₁₉	40.44	C33	75.48	Pyrène	46.37	
C ₂₀	43.44	C34	77.02	Methyl.1-pyrène	50.77	
C ₂₁	46.64			Chrysène	56.01	
				Perylène	66.01	

Tableau III.A.3 : Temps de rétention des composés aliphatiques et aromatiques.

L'ensemble des résultats obtenus montre une différence nette entre la qualité des hydrocarbures identifies dans les phosphates noir et beige, où l'on enregistre la présence importante de la fraction aromatique (fig. III.A.9), particulièrement de naphtalène dans le phosphate noir contrairement au phosphate beige (fig. III.A.10). Par contre la fraction aliphatique est importante dans le phosphate beige (fig. III.A.7) comparée à celle du phosphate noir (fig. III.A.8).

L'analyse qualitative des matières organiques, particulièrement les hydrocarbures, par chromatographie, a mis en évidence la présence des hydrocarbures aromatiques (Naphtalène, 1.Méthyl-naphtalène, 1.Acénaphtalène, Fluorène, Phénanthrène) dans le phosphate beige où l'on enregistre l'importance des hydrocarbures aliphatiques (**C**₁₂, **C**₁₃, **C**₁₄, **C**₁₅, **C**₁₆). Donc le phosphate noir est plus riche en matière organique par rapport au phosphate beige.

III.A.5.2. Conclusion :

D'après les analyses qui on a déjà été faîtes sur l'étude de la MO associée au phosphate, nous notons que :

- Le phosphate noir est plus riche en matière organique que le phosphate beige.
- La matière organique se trouve surtout dans les pellets, les coprolites, soit au centre de ces grains, soit à leur périphérie, ou dans tout le corps.
- La présence de la matière organique en excès donne la couleur noire du phosphate noire.
- Le carbonate de calcium à une origine biogénique
- Dans le phosphate beige la reminéralisation de la matière organique favorise la dissolution des carbonates en libérant du CO₂, pour cela le phosphate beige est pauvre en carbonate de calcium.

III.B. Caractérisation des niveaux roches mères par Pyrolyse Rock Eval

Pour plus commodité nous appellerons les puits de la manière suivante afin de ne pas divulguer les noms réels donnes dans des rapports inédits:

Puits 1 : puits au niveau du Djebel Onk.

Puits 1" : puits au niveau du Djebel Onk position différent au Puits 1.

Puits 2 : puits au niveau de Djebel Kemakem.

Puits 3 : puits au niveau de Djebel Foua.

Puits 4 : puits au niveau de Manndra.

Puits 5 : puits au niveau de Guettar.

Puits 6 : puits au niveau de Boudjellal.

Puits 7 : puits au niveau de Gerguit Kihal sud.

III.B.1 Introduction

La caractérisation de la matière organique dans les hydrocarbures ce fait a l'aide des méthodes chimiques, microscopiques ou pyrolytique, dans cette partie nous avons intéressons à une méthode pyrolytique appelée "Pyrolyse Rock Eval".

Cette méthode nous permettre d'étudier et de caractériser les roches mères et d'identifier le type de matière organique.

III.B.2 Pyrolyse Rock Eval

La méthode Rock-Eval a été conçue et développée à l'Institut français du pétrole (IFP) au milieu des années soixante dix pour évaluer la qualité pétroligène des roches fondées sur la pyrolyse de leur contenu carboné. La méthode consiste à chauffer environ 100 mg de roche broyée sous courant de gaz inerte (hélium).La pyrolyse débute par un isotherme à 300°C puis se poursuit avec une augmentation de T°C de25°C/min jusqu'à 600°C (Al Saab, 2007).

A 300°C, les hydrocarbures libres (ceux déjà présents dans la roche) sont volatilisés (pic S1). Dans l'intervalle 300-600°C, les composés hydrocarbonés lourds sont volatilisés (pic S2). La détection des produits libérés se fait par ionisation de flamme '**FID**' (flamme Ionisation detector). Le dioxyde de C issu du craquage du kérogène est piégé jusqu'à 390°C puis détecté lors du refroidissement du four (pic S3). L'échantillon pyrolysé est ensuite introduit par un passeur automatique dans un four d'oxydation au sein duquel il est chauffé à 600°C pendant 7 minutes sous courant d'air. Le dioxyde de C produit est détecté comme précédemment (pic S4). Ce pic correspond au résidu carboné de la pyrolyse menée jusqu'à600°C (Espitalié *et al.*, 1987).

Un pyrogramme Rock-Eval (fig. III.B.1) montre 4 pics. Le pic **S1** correspond aux hydrocarbures libres thermodésorbables à 250°C. Le pic **S2** est la quantité totale d'huile et de gaz issus du craquage thermique du kérogène entre 250°C et 650°C. Le pic **S3** représente la quantité de CO₂ et CO piégés séparément lors du craquage du kérogène pendant la maturation thermique. Le pic **S4** correspondant au CO₂ et CO libérés par oxydation de la matière organique résiduelle à 650° C représente le carbone organique résiduel.



Figure III.B.1: Diagramme montrant les paramètres principaux mesurés au cours de la pyrolyse Rock-Eval 6 (d'après Lafargue et al., 1998).

• Les paramètres classiquement calculés sont (Espitalié et al., 1985a et b Lafargue et al, 1998):

- **Le carbone organique total (COT %)** est calculé en intégrant tous les pics d'effluents générés au cours de la pyrolyse et l'oxydation et en ramenant à la masse d'échantillon analysé. Il est donné en pourcentage massique.

- L'indice de production (IP) IP = S₁ / [S₁+S₂] L'index de production est utilisé pour caractériser l'évolution de la matière organique et augmente avec la profondeur. En général, IP < 0,1 et Tmax < 435°C indiquent que la matière organique est immature, mais il faut que S2 > 0,2 mgHC/g de roche pour que les résultats soient significatifs. IP atteint 0,4 à la base de la zone à huile et augmente jusqu'à 1 lorsque la capacité du kérogène à produire de l'huile a été épuisée. Tmax et IP permettent une évaluation grossière du degré de maturation de la matière organique, mais ils sont dépendants d'autres facteurs dont le type de matière organique.

- L'indice d'hydrogène (IH) est le rapport du pic S2 sur le COT, IH = 100 [S₂ / COT] en mg HC/g COT, Espitalié et al. (1985) ont démontré que l'hydrogène du kérogène est proportionnel aux hydrocarbures S2 libérés par la pyrolyse et que l'index d'hydrogène est corrélé au rapport H/C du kérogène. Par exemple, il a été démontré que les organismes marins et les algues ont des valeurs d'IH supérieures à celles des organismes terrestres. Ainsi, IH est utilisé pour évaluer le type et l'origine de la matière organique présente dans les roches sédimentaires.

- L'indice d'oxygène (IO) est le rapport du pic S3 sur le COT, IO = 100 [S3 / COT] en mg CO2/g COT comparable au rapport O/C du kérogène. L'index d'oxygène est utilisé en conjonction avec IH pour qualifier le degré de maturation thermique et le type de matière organique.

- **Le taux de transformation** (noté **TT** ou **TR** pour transformation ratio) est calculé par la relation (Pelet, 1985) :

TR = 1200(IHo - IH)/ IHo (1200 - IH)

Avec, IH l'indice d'hydrogène et IHo l'indice d'hydrogène initial
Le taux de transformation est compris entre (0 et 100 %). Il dépend également du type de matière organique. Il constitue un marqueur de thermicité pour la catagenèse.

- **Le T**_{max} (°C) c'est le sommet du pic S2. Il reflète la thermostabilité de la matière organique, c'est à dire son degré d'aromaticité. Il augmente avec la maturation thermique.

- S1 : quantité d'hydrocarbures (gaz et huile), présents à l'état libre dans la roche, libérés (volatilisés) lorsque la roche est chauffée jusqu'à 300ºC. En général, on considère que la quantité d'hydrocarbures (HC) est significative et digne d'intérêt lorsque S1 > 1 mg HC/g de roche.

- **S2** : Ce paramètre indique la quantité d'hydrocarbures (non volatils) générée par le craquage du kérogène lorsque la roche est chauffée jusqu'à 600°C. Il s'agit en quelque sorte de la quantité d'hydrocarbures « potentiels » (ou résiduels) qui pourrait être produite si l'enfouissement et la maturation se poursuivaient. Dans la littérature, on classe de façon grossière le potentiel roche-mère en fonction du S2 de la façon suivante (Espitalié *et al.,* 1985) :

On s'attend généralement à ce que les calcaires aient un contenu en carbone organique total moins élevé que celui des shales.

- **S3** : Il s'agit de la quantité de CO_2 produite lors de la pyrolyse du kérogène dans l'intervalle 250 à 400°C, à savoir une température inférieure à celle correspondant au début de la dissociation thermique des carbonates. S3 indique ainsi la quantité d'oxygène contenue dans le kérogène.



Figure III.B.2 : Diagramme type de matière organique de discrimination de Tmax et d'index d'hydrogène et diagramme IH vs IO de discrimination des différents types de la matière organique , modifié par Espitalié et al. (1985a).

III.B.3. Caractérisation des niveaux roches mères par la méthode pyrolyse

III.B.3.1. La région du Djebel Onk

Dans la partie suivante à l'aide de la méthode Pyrolyse Rock Eval nous étudierons 3 niveaux des roches mères des hydrocarbures au niveau de ce bassin (Turonien, Cénomanien, Albien supérieur) afin de caractériser de façon spécifique les niveaux des roches mères du Djebel Onk ainsi que la matière organique qui lui est associée.

III.B.3.2. Caractérisation des niveaux roches mères du Turonien

Ce que nous appelons dans cette étude roches mères du Turonien, ce sont touts les niveaux du Turonien ainsi que ceux du passage Cénomano-Turonien. Ce sont les mieux analysés aussi bien dans le S.E. Constantinois que dans le Sillon du Chott Melrhir. (Haddadi, 1997)

A) Description lithologique

Les niveaux du Turonien sont des niveaux à textures très fines ; dans le sillon Aurésien ces niveaux sont représentés essentiellement par des argiles

carbonatées à passées de calcaire argileux gris , tendre à indurée avec des traces de pyrite ; dont l'épaisseur varie du banc centimétrique au banc décimétrique ;alors que de part et d'autre de la flexure S.A et dans la région de Tébessa le faciès est caractérisé par des alternances de laminites et de fines passées d'argiles noires et de calcaires marneux. Le microfaciès est représenté par une biomicrites. Dans le sillon du Chott Melrhir ces niveaux deviennent de plus en plus fins ou s'intercalent deux bancs calcaires pour disparaître complètement vers le Sud à la faveur d'un faciès dolomitique. (Haddadi, 1997).

B) Paléogéographie

Une transgression généralisée est connue à l'échelle de toute l'Algérie du Nord au Turonien. La carte en isopaques du Turonien (Fig. III.B.3) montre qu'il n'ya pas une très grande variation d'épaisseur d'une région à une autre et que la subsidence n'est pas très active à cette époque, cependant on peut considérer que l'axe Jahfa – Amimat EL Kebir ainsi que la région de Sidi Nadji sont des zones basses (épaisseur de 429 à 473 m) par rapport à la région des Nememchas (Dj Kemakam et Dj Onk), par contre au sud du Sillon Melrhir la sédimentation est de type lagunaire. (Haddadi, 1997)



Figure III.B.3 : La carte en isopaques du Turonien, (Haddadi, 1997).

La carte en isopaques des niveaux roches mères (Fig.III.B.4) montre que ces niveaux ont une extension régionale avec une épaisseur qui ne dépasse pas les 60 mètres, et une épaisseur moyenne de l'ordre de 15 à 20 mètres .Ces niveaux ne sont pas concentrés seulement dans les axes où la subsidence est active.



Figure III.B.4 : La carte en isopaques des niveaux roches mères du turonien, (Haddadi, 1997)

C) Richesse en matière organique

Une carte en isorichesse a été réalisée à partir de la moyenne arithmétique du carbone organique total (C.O.T) des niveaux considérés comme étant roches mères. Cette carte (fig. III.B.5) met en évidence trois zones riches où le C.O.T est supérieur à 2%.



Figure III.B.5 : La carte en isorichesse du C.O.T du Turonien (Haddadi, 1997).

La première zone est située dans le Sillon Aurésien, la deuxième le long de la flexure Sud Atlasique et la troisième dans la région de Tébessa (Dj. Bottena-Boudjellal et Taya).

D) Type de la matière organique

Les diagrammes IO/IH des différent puits, indiquent que la matière organique (M O) est de type II, avec un indice d'Hydrogène (IH) très variable et indice d'oxygène (IO) faible à moyen. L'étude microscopique de la matière organique extrait (M.O.E) montre une MO amorphe avec des débris végétaux.

E) Caractérisation géochimique des niveaux roches mères très intéressant

(C.0.T > 0.5%; S2 > 0.2 mg HC/g de C.O.T).

Le potentiel pétrolier (PP) de ces niveaux est très variable d'une région à une autre. Dans Aurésien il varie de 0.45 à 2.06 mg HC/g de C.O.T.dans la région de Tébessa est de l'ordre de 0.59 à 46.49 mg HC/g de C.O.T Au niveau de la flexure S.A le PP. varie de 1.53 à 35 ,57mg HC/g de C.O.T alors que dans le Sud du Sillon Chott Melrhir il est faible et varie de 0,47 à 1.02 mg HC/g de C.O.T. L'indexe de production (IP) varie de 0.01 à 0.89 à l'échelle de toute la zone d'étude.

puits	Intervalle	Epaisseur	C.O.T Min/max moyen	S2 Min/max moyen	IH Min/max moyen	IO Min/max moyen	PP Min/max moyen	IP Min/max moyen	Tmax Min/max moyen	Observation
Puits 3	1171-1191 1259-1271 1291 1313 1321-1345 1369-1397	10 5 2 1 10 10	$\begin{array}{c} 0.52/0.59\\ 0.55\\ 0.56/0.58\\ 0.57\\ 0.64\\ 1.17\\ 1.24/1.62\\ 1.43\\ 1.24/2.60\\ 1.22\\ 1.260\end{array}$	0.42/0.76 0.59 0.46/1.64 1.05 2.37 0.58 2.34/5.22 3.78 2.7/9.76	81/129 105 79/293 186 370 50 144/348 246 124/530	49/52 50 45/78 61 73 16 25/90 57 23/85	0.48/0.83 0.65 0.49/1.78 1.14 2.59 0.66 2.57/5.72 4.14 3.01/10.4	$\begin{array}{c} 0.09/0.12\\ 0.11\\ 0.06/0.08\\ 0.07\\ 0.09\\ 0.12\\ 0.09/0.11\\ 0.1\\ 0.08/0.1\\ \end{array}$	434 434 436 435 432/435 433 432/434	Immature
Puits 2	1780-1782 1819-1896.3	2 19	1.92 0.55/0.58 0.56 0.43/7.39 3.91	0.23 0.75/1 0.87 0.61/38.3 0.87	136-172 154 110-134 725	39/61 50 8/151 79	0.87-1.11 0.99 0.76-40.22 20.49	0.1/0.14 0.12 0.05/0.89 0.45	443-447 445 440-449 445	Phase A Huile
Puits 1	1370 1440-1450	2.5 4	0.58 0.51/0.55 0.55	0.63 0.42/0.57 0.49	109 82/104 93	24 20/25 22	0.69 0.46/0.63 0.55	0.09 0.09/0.1 0.09	435 434/438 436	Immature
Puits 5	1692-1796 1896-1928	40 15	0.52/0.94 0.73 0.49/0.69 0.59	0.55/1.51 1.03 0.53/1.13 0.83	105/318 211 89/136 126	27/40 33 5/53 29	0.69/1.79 1.24 0.63/1.4 1.02	0.14/0.21 0.17 0.1/0.21 0.15	440/447 444 437/441 439	Phase A Huile
Puits 6	580 605 635 704-728 752-766 800-804	2 10 3 4 13 4	$\begin{array}{c} 0.8\\ 3.48\\ 0.61\\ 0.84/1.14\\ 0.99\\ 1.41/1.6\\ 1.51\\ 1.04\\ \end{array}$	0.58 13.88 0.44 1.59/-3.32 2.45 4.79/5.42 5.11 3.26	72 405 72 189/281 235 332/339 335 313	77 30 98 54 41/43 42 56	$\begin{array}{c} 0.59\\ 14.1\\ 0.45\\ 1.62/3.45\\ 2.54\\ 5.08/9.7\\ 5.39\\ 3.42 \end{array}$	$\begin{array}{c} 0.02\\ 0.02\\ 0.02\\ 0.02/0.04\\ 0.03\\ 0.04/0.06\\ 0.05\\ 0.05\\ 0.05\\ \end{array}$	433 422 429/434 432 424/425 424 427	Immature
Puits 7	3690-3695.65 3697.6-3706.65 3707.25-3722 3725-3740	2 4 8 5 10	0.4 0.62/2.13 1.37 3.04/11.53 7.28 0.54/2.56 1.55 1.18/0.53 0.85	$\begin{array}{c} 1.26\\ 1.53/9.66\\ 5.59\\ 13.98/53.6\\ 9\\ 33.83\\ 7.05/12.07\\ 9.56\\ 0.37/7.81\\ 4.09\end{array}$	$\begin{array}{c} 271\\ 315\\ 247/483\\ 365\\ 460/551\\ 505\\ 146/471\\ 308\\ 145/1175\\ 660\\ \end{array}$	$ 103 \\ 108 \\ 35/65 \\ 50 \\ 5/9 \\ 7 \\ 12/50 \\ 23/86 \\ 54 $	2.19 1.32 1.73/1.957 6.15 15.03/56. 17 35.57 0.9/13.04 6.97 0.73/8.04 4.38	$\begin{array}{c} 0.11\\ 0.05\\ 0.04/0.12\\ 0.08\\ 0.04/0.09\\ 0.06\\ 0.02/0.12\\ 0.07\\ 0.05/0.12\\ 0.08\\ \end{array}$	435 438 434/435 436 433/435 434 434/436 435 435/439 437	Phase à Huile

Tableau III.B.1 Caractérisation des niveaux roches mères du Turonien.

V.B.3.3 Caractérisation des niveaux roches mères du Cénomanien

Ce sont tous les niveaux roches mères du Cénomanien au sens strict qui ne sont pas analysés de façon homogène.

A) Description lithologiques

Les niveaux roches mères du Cénomanien sont essentiellement marneux, argileux et marno –calcaires. Dans le Sillon Aurésien se sont des argiles et des marnes noires avec des traces de pyrite, dont l'épaisseur est variable, alors que dans la région de Tebessa et au niveau de la flexure S.A, ce sont des alternances très fines représentées par des bancs centimétriques de marnes, de calcaires marneux et d'argiles noires. Au sud dans la Sillon du Chott Melrhir l'épaisseur de ces niveaux diminue considérablement.

B) Paléogéographie

Au Cénomanien la subsidence est bien marquée. La carte en isopaques (fig. III.B.6) montre une dépression qui se traduit par un axe de subsidence très active de direction NE-SW dont l'épaisseur des sédiments peut atteindre 1216 mètres dans le Sillon Aurésien. Alors que la région de Tébessa et le Sillon du Chott Melrhir se comportent en zones hautes, excepté dans la zone de Foua ou l'épaisseur du Cénomanien est de 655 mètres.



Figure III.B.6 : La carte en isopaques du Cénomanien, (Haddadi, 1997).

La carte en isopaques des niveaux roches mères (fig. III.B.7) n'est pas très représentative, ceci est lié au fait que le cénomanien est très mal échantillonné notamment dans le sillon Aurésien, néanmoins on peut remarquer que ces niveaux ont une très grande extension dans le bassin S.E. Constantinois et que le maximum d'épaisseur se situe dans l'axe Amimat el Kebir (puits 2) Selsala et dans la région de Boudjellal (puits 6). Alors que dans le Sillon Chott Melrhir les épaisseurs n'excédent pas les 20 mètres.



Figure III.B.7 : La carte en isopaques des niveaux roches mères du Cénomanien, (Haddadi, 1997)

C) Richesse en matière organiques

La carte en isorichesses montre que ces niveaux ont une grande extension et que se sont des niveaux moyennement riches en matière organique avec des valeurs en C.O.T supérieur à 0.5%. Deux zones ou le C.O.T. pouvant atteindre des valeurs supérieures à 1% dans l'axe Jahfa-Kemakem et l'axe Souabah-Serdies. Dans le Sillon du Chott Melrhir ce sont des niveaux pauvres en matière organique avec un C.O.T inférieur à 0.5%.



Figure III.B.8 : La carte en isorichesse du C.O.T du Cénomanien, (Haddadi, 1997).

D) Type de la matière organique

Les diagrammes IO/IH (CRD in Haddadi, 1997) des différents puits indiquent que la M.O est de Type II avec des IH très variables et des IO faibles à moyens variant de 0 à 238. L'étude microscopique de la M.O.E. montre que la MO est représentée par un matériel amorphe et des débris de végétaux.

E) Caractérisation géochimique des niveaux roches mères du cénomanien

Le tableau V.B.2: résume les caractéristiques géochimique des niveaux sélectionnés (C.O.T>0.5% et S2>0.2 mgHC/g de C.O.T).Dans le Sillon Aurésien le PP est faible à moyen varie de 0.27 à 5.03 mg HC/g de roche. Dans la région de Tébessa il varie de 0.35 à 2.64 mg HC/g de roche. Au niveau de la flexure le potentiel pétrolier (PP) varie de 0.44 à 3.57 mg HC/g de roche, alors que dans le Sillon du Chott Melrhir il devient très faible.

L'index de production(I.P) varie de 0.001 à 0.57 à travers l'ensemble de la région d'étude.

CHAPITRE III CARACTERISATION DE LA MATIERE ORGANIQUE DU DJEBEL ONK

puits	Intervalle	Epaisseur	C.O.T Min/max moyen	S2 Min/max moyen	IH Min/max moyen	IO Min/max moyen	PP Min/max moyen	IP Min/max moyen	Tmax Min/max moyen	Observation
Puits 3	1411-1421 1443 1733 1763-1767 846 1933-1960	5 2 3 5 10	0.52/0.55 0.53 0.56 0.54 0.37/0.47 0.42 0.66 0.65/0.86 0.75	0.38/0.39 0.38 1.11 0.31 0.26/0.89 0.57 1.53 1.06/1.35 1.21	69/75 72 198 57 55/240 147 171 163/157 160	65/67 66 86 64 34/92 63 23 39/40 39	0.43/0.45 0.44 1.23 0.41 0.31/1.1 0.71 1.36 1.3/1.74 1.52	0.1/0.16 0.13 0.1 0.25 0.17/0.19 0.18 0.17 0.18/0.22 0.2	432/433 432 436 441 440/439 439 442 445	Immature Phase se à huile
Puits 1	195	5	0.64	0.84	131	40	2.37	0.17	444	Phase à huile
Puits 5	2192 2202	2 2	0.87 0.89	0.54 0.7	62 78	31 23	0.84 1.00	0.36 0.35	461 455	Phase A condensat
Puits 7	3755-3765 3777-3782 3787-3790 3795 3820 3915-3925	5 2 2 1 1 5	$\begin{matrix} 0.\overline{38}/0.83\\ 0.61\\ 0.5/2.12\\ 1.31\\ 0.53/1.01\\ 0.77\\ 2.38\\ 0.59\\ 0.52/1.21\\ 0.86\\ \end{matrix}$	$\begin{matrix} 0.\overline{61/2.55} \\ 1.58 \\ 0.31/2.02 \\ 1.16 \\ 0.78/0.95 \\ 0.86 \\ 3.27 \\ 0.5 \\ 0.38/0.87 \\ 0.63 \end{matrix}$	161/323 442 15/331 173 94/147 121 137 85 72/80 76	12/55 33 21/238 129 12/48 30 14 66 37/87 62	$\begin{matrix} 0.\overline{66/2.76} \\ 1.71 \\ 0.38/2.16 \\ 1.27 \\ 0.85/1.09 \\ 0.97 \\ 3.57 \\ 0.58 \\ 0.42/0.94 \\ 0.68 \end{matrix}$	0.08/0.18 0.13 0.06/0.23 0.14 0.08/0.13 0.11 0.08 0.14 0.09/0.1 0.09	339/441 440 436/415 440/441 440 430 440 436/438 437	Phase à Huile

Tableau III.B.2 Caractérisation des niveaux roches mères de cénomanien (Haddadi, 1997).

III.B.3.4 Caractérisation des niveaux roches des mères de l'Albien supérieur

Ce sont tous les niveaux de l'Albien supérieur marneux et les niveaux marneux de l'Albien supérieur calcaire. Ils ne sont pas analysés de façon homogène et dans certains puits ils ne sont pas du tout analysés.

A) Description lithologique

Ce sont des niveaux à texture très fine. Dans le Sillon Aurésien ils sont représentés par des alternances centimétriques à métriques de marnes et des argiles noires indurées. Dans la région de Tébessa et au niveau de la flexure S.A, ce sont aussi des marnes noires à intercalations de calcaires marneux. Dans le Sillon du Chott Melrhir, au sud de Ras-Toumb ces niveaux diminuent considérablement en faveur d'un faciès dolomitique.

B) Paléogéographie

La carte en isopaques de l'Albien supérieur met en évidence deux axes de subsidence :

Le premier dans le Sillon Aurésien, de direction NE-SW à E-W et le deuxième de direction NW-SE dans la région de Manndra. Ces deux axes sont séparés par une zone haute, qui correspond à l'axe Onk (puits 1)-Kemakem (puits 2)-Taya. Le Sillon du Chott Melrhir se comporte en zone haute avec des épaisseurs qui ne dépassent pas les 200 mètres.



Figure III.B.9 : La carte en isopaques du l'Albien supérieur (Haddadi, 1997).

La carte en isopaques des niveaux roches mères (fig. III.B.10) montre que ces niveaux ont une grande extension et que le maximum d'épaisseur se situe dans la région de Tébessa. Dans le Sillon Aurésien l'épaisseur ne dépasse pas 20 mètres et dans le sillon du Chott Melrhir elle n'excède pas les 5 mètres.



Figure III.B.10 : La carte en isopaques des niveaux roches mères du l'Albien supérieur (Haddadi, 1997).

C) Répartition de la matière organique

La carte d'isorichesse en C.O.T (fig. III.B.11) montre une grande extension de ces niveaux roches mères. Dans le Sillon Aurésien, ce sont des niveaux riches en matière organique, avec un C.O.T supérieur à 1% Alors que dans la région de Tébessa, ils sont pauvres à moyennement riches en M.O avec un C.O.T variable de 0.16% à 0.84%.

Dans le Sillon du Chott Melrhir, au sud de Ras Toumb, ces niveaux perdent leurs caractéristiques de roches mères, ou les valeurs en C.O.T sont inférieures à 0.5%.



Figure III.B.11 : Carte d'isorichesse de C.O.T de l'albien supérieur (Haddadi, 1997).

D) Type de la matière organique

Les diagrammes IH/IO (CRD) indiquent une MO de type II, avec un IH faible à moyen et qui varie de 17 à 300 et IO faible à très faible. L'étude microscopique de la M.O.E montre un amas de matière organique Amorphe.

E) Caractérisation géochimique des niveaux roches mères de l'Albien supérieur

Le tableau III.B.3 résume les caractéristiques géochimiques des niveaux retenus comme roches mères. Le potentiel pétrolier (PP) varie d'une zone à une autre mais de tendance générale faible à moyen. L'indexe de production (IP) varie de 0.01 à 0.56 à l'échelle de toute la zone d'étude.

CHAPITRE III CARACTERISATION DE LA MATIERE ORGANIQUE DU DJEBEL ONK

puits	Intervalle	Epaisseur	C.O.T Min/max moyen	S2 Min/max moyen	IH Min/max moyen	IO Min/max moyen	PP Min/max moyen	IP Min/max moyen	Tmax Min/max moyen	Observation
Puits 3	2051 2089 2145 2199 2249/2299 2429 2490-2493 2523	1 2 2 20 1 2 3	$\begin{array}{c} 0.51\\ 0.5\\ 0.74\\ 0.51\\ 0.57/0.58\\ 0.57\\ 0.64\\ 0.51/0.19\\ 0.85\\ 1.25\\ \end{array}$	$\begin{array}{c} 0.5\\ 0.41\\ 0.99\\ 0.45\\ 0.5/0.7\\ 0.6\\ 0.42\\ 0.23/0.67\\ 0.45\\ 0.45\\ 0.45\\ \end{array}$	98 82 134 88 88/120 104 66 45/56 51 36	21 44 22 25/76 50 30 21/31 26 40	$\begin{array}{c} 0.68\\ 0.55\\ 1.3\\ 0.6\\ 0.64/1.07\\ 0.85\\ 0.59\\ 0.59\\ 0.59\\ 0.44/1.14\\ 0.79\\ 0.94\\ \end{array}$	$\begin{array}{c} 0.26\\ 0.26\\ 0.24\\ 0.25\\ 0.22/0.41\\ 0.31\\ 0.43/0.5\\ 0.46\\ 0.46\\ \end{array}$	441 442 438 437/440 438 445 461/467 464 461	Phase à huile gaz
Puits 1°	1997	2	0.75	1.13	143	94	1.58	0.28	448	Phase à huile
Puits 6	1858 1974-2050	6 25	0.43 0.56/0.71 0.64	0.6 0.36/0.57 0.46	139 64/91 77	43 33/64 48	0.77 0.47/0.74 0.61	0.18 0.21/0.26 0.23	442 440/443 442	Phase à huile
Puits 7	3950 3960	2 2	0.5 0.5	0.55 0.24	110 48	40 76	0.57 0.26	0.04 0.08	437 436	Immature

Tableau III.B.3 Caractérisation des niveaux des roches mères de l'albien supérieur.



Figure III.B.12 : Répartition des hydrocarbures du Djebel Onk.

III.B.4. Conclusion

Les analyses on été faites sur les échantillons aux niveaux des roches mères du Turonien Cénomanien, Albien supérieur montre le même résultat qu'est la matière organique dans la région de djebel Onk est de type II qui est d'origine marine d'après les diagrammes de caractérisation de type de la matière organique.

CONCLUSION GENERALE :

Une étude microscopique, chromatographique et par calcimétrie, nous a permis de trouver que, d'une manière générale, la matière organique du phosphate du Djebel Onk est caractérisée par les résultats suivants :

- la MO associée au phosphate est d'origine marine (biomasse planctonique marine)
- le phosphate noir est plus riche en matière organique et en carbonate de calcium, par rapport au phosphate beige (les chaînes cycliques).
- La MO associée au phosphate se trouve généralement dans les coprolites, les pellets, les oolites, les oncolites, et les débris osseux. Cette MO apparaît soit, au sein de ces grains, soit à la périphérie et parfois dans tout le corps de ces grains.
- La matière organique dans les phosphates est de type II.
- Le degré de maturation de la MO associée au phosphate est faible, car elle se trouve dans les niveaux supérieurs (profondeur et température faible).

La méthode Pyrolyse Rock Eval appliquée aux niveaux de matière organique associée aux hydrocarbures nous permet d'obtenir les résultats suivants

- La matière organique est de type II, ceci indique une origine marine.
- Les niveaux anciens indiquent un degré de maturation important, mais les niveaux récents sont caractérisés par une matière organique immature.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Al Saab. D., 2007. Etude de la production et de la migration des hydrocarbures dans le bassin du Donets en Ukraine (Aspects économiques et Exploitation). Thèse Doct, Univ Henri Poincaré (Nancy 1), 272 P.
- Aycard. M., 2004. Géochimie des sédiments du bassin de Cariaco (Venezuela)
 dans le contexte de la dernière transition glaciaire-interglaciaire.
 Processus de sédimentation et préservation de la matière organique.
 Thèse Doct, Univ Lille I, 191 P.
- Benoît, P.C., 2008. Influence de la matière organique dissoute sur la spéciation et la biodisponibilité des métaux : cas de la seine, un milieu sous forte pression urbaine. Thèse Doct, Univ Paris Est, 261 P.
- Bentaalla. S., 2009. Etude du bassin du Sud Est Constantinois (Stratigraphie –
 Géologie structurale –Paléogéographie et Occurrences Minérales). Mém,
 Magister, ENP, Alger, 88 P.
- Chabou-Mostefaï. S., 1987. Etude de la série phosphatée tertiaire du Djebel el Onk, Algérie, Stratigraphie, Pétrographie, Minéralogie et Analyse Statistique, Thèse Doct, Univ. Droit, d'Economie et des Sciences d'AIX-MARSEILLE, 376 p.
- Combaz. A., 1980. Les kérogènes vus au microscope. In: Durand, B.: Kerogen Insoluble Organic Matter for Sedimentary Rocks. Technips, Paris, P. 55-112.
- Deniau. I., 2002. Caractérisation géochimique du kérogène associé à l'argile Oligocène de Boom (Mol, Belgique) et évolution sous divers stress thermiques. Thèse Doct, Univ Paris VI, 191 P.
- Durand. B., 1980. Kerogen insoluble organic matter from sedimentary rocks. Technip, Paris.

- Durand. B., 1987. Du kérogène au pétrole et au charbon: les voies et les mécanismes des transformations de matières organiques sédimentaires au cours de l'enfouissement. Mém Soc Géol de France, N°. 151, p. 77-95.
- Espitalié. J., Deroo. G., Marquis F., 1985a. La pyrolyse Rock-Eval et ses applications, Part I. Rev. Inst Fr du Pétrole., v. 40, p. 563-584.
- Espitalié. J., Deroo. G., Marquis F., 1985b. La pyrolyse Rock-Eval et ses applications, Part II. Rev. Inst Fr du Pétrole., V. 40, p. 755-785.
- Haddadi. N., 1997. Étude et caractérisation des roches mères de l'Albien supérieur, Cénomanien et du Turonien du bassin S.E Constantinois et du sillon de Melrhir. Sonatrach, 45 P., inedit.
- Killops. S., Killops. V., 2005. Introduction to organic geochemistry- second edition- 350 Main Street, Malden, MA 02148-5020, USA, 406 P.
- Lafargue. E., Marquis. F., Pillot D., 1998. Rock Eval 6 applications in hydrocarbon exploration, production and soil contaminations studies. Rev Inst Fr du Pétrole, v. 53, p. 421-437.
- Merabet. D., Benabdeslam. N., Bezzi. N., Ikhlef. T., Arkoub. H., 2004. Influence de la composition chimique et minéralogique du phosphate noir du gisement du Djebel Onk (Tébessa). Ann. Chim. Sci. Mat. 29 (5) © Lavoisier, Paris. PP. 69-85.
- Pelet, R., 1985. Evolution quantitative des produits formés lors de l'évolution de la matière organique. Rev. Inst Fr du Pétrole, v. 40, p. 551- 562.
- Riboulleau. A., 2000. Géochimie des black shales du Jurassique supérieur de la plate-forme russe, Processus de sédimentation et de préservation de la matière organique. Thèse Doct, Univ Paris 6, 262 P.
- Salze. D., 2008. Etude des interactions entre uranium et composés organiques dans les systèmes hydrothermaux. Thèse Doct, Univ Henri Poincaré (Nancy I), 284 P.

- Tissot. B. P., Welte. D. H., 1978. Petroleum formation and occurence. A new approach to oil and gas exploration. Springer-Verlag, Berlin, 699 p.
- Tissot. B.P., Welte, D.H., 1984. Petroleum formation and occurrence, Springer Verlag, Berlin, 2^{ème} Edition, 699 p.
- Vandenbroucke. M., 1980. Structure of kerogens as seen by investigations on soluble extracts. In Kerogen (éd. B. Durand) Editions Technip, 415-443.
- Zegouagh Y., Derenne S., Largeau C., Bertrand P., Sicre M.-A., Saliot A., 1999.
 "Refractory organic matter in sediments from the North-West African upwelling system: abundance, chemical structure and origin". Organic Geochemistry, 30 : PP. 101-117.

ANNEXE A : Autres méthodes d'analyses géochimiques de la MO.

A.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

La spectrométrie infrarouge permet d'identifier la nature des différentes fonctions chimiques présentes dans le kérogène. La méthode est basée sur l'absorption de radiations électromagnétiques (gamme des infrarouges de 2,5 à 25 μ m) par les liaisons chimiques. L'absorption de ces ondes par les molécules constitutives induit la vibration des liaisons chimiques. Chaque liaison susceptible d'entrer en vibration est caractérisée par une bande d'absorption de longueur d'onde déterminée qui dépend à la fois de la liaison et de la nature de son environnement.

Pour cette analyse, on broie quelques milligramme de proto-kérogène avec du KBr, avant de les presser, à l'aide d'une presse hydraulique, en une pastille de 5 mm de diamètre sur laquelle sont faites les analyses (Aycard, 2004).

Groupements fonctionnels	Nombres d'ondes (cm ⁻¹)
0-Н	3400 - 3300
N-H	3200
С-Н	2960 et 1380 (CH ₃), 2940 et 1460
	(CH ₂)
СООН	2700-2500, 1730-1720, 1220-1180
COOR	1760
C=O aromatique	1660-1630
C-0	1100-1000 (sucres), 1150-1280
	(phénols)
N-C=O	1660 (amide 1), 1550 (amide 2)
SOOH	1040

Tableau A.1 : Nombres d'onde des bandes IR des structures organiques et inorganiques présentes dans les extraits de MO (Benoît, 2008).

A.2. Résonance magnétique nucléaire du carbone 13 (RMN¹³C)

De la même manière que l'IRTF, la RMN¹³C à l'état solide permet l'étude de la nature des fonctions chimiques présente dans le kérogène. En revanche, à la différence de l'infrarouge, la RMN¹³C ne caractérise que les liaisons chimiques impliquant au moins un atome de carbone. La méthode de résonance magnétique nucléaire est basée sur le principe que les atomes à spin non nul (¹H, ¹³C, ¹⁵N, ¹⁹F, ³¹P...) lorsqu'ils sont placés dans un champ magnétique, absorbent l'énergie de

ANNEXE

rayonnement. Le signal que l'on enregistre correspond au déplacement chimique lorsque les noyaux sont placés dans ce champ magnétique. Les isotopes à spins non nul ne sont en général présents qu'en faible abondance. Il est donc nécessaire d'amplifier le signal obtenu par utilisation de la séquence de polarisation croisée (CP). La largeur des raies d'absorption est affinée par la rotation de l'échantillon suivant l'angle magique (MAS) (Aycard, 2004).

En revanche la rotation imposée à l'échantillon n'entraîne que certains sites anisotropes, essentiellement les carbones non aliphatiques, produisent des signaux de résonance secondaires également appelés bandes de rotation. La localisation ainsi que l'intensité de ces bandes de rotation dépendent directement de la vitesse de rotation. Il est donc absolument nécessaire de faire tourner l'échantillon à différentes vitesses afin de discriminer le signal et les bandes de rotation (Aycard, 2004).

Groupements	Types de composés	Bandes (ppm)
chimiques		
С-Н	Carbone aliphatique	0 - 55
C-N	Amine, amide, protéine	40 -55
O-CH ₃	Groupe méthoxy lignine et tannin	55 - 60
C-0	Alcool aliphatique, éther ester	60 - 90
0-C-0	Carbone anomérique sucre lactol	90 - 100
ф	Carbone aromatique	95 – 165
φ-0	Ester aromatique, éther amide	135 - 165
0=C-0 ; 0=C-N	Acide carboxylique, ester amide	160 – 190
O=C-C=C	Flavone, quinone	170 – 200
O=C-C		190 - 220

Tableau A.2 : Bandes structurales observées sur les spectres RMN ¹³C de MO(Croué *et al.*, 2000 in Benoît, 2008).

A.3. La pyrolyse "off-line"

Contrairement à la pyrolyse Rock-Eval, la pyrolyse "off-line" permet d'obtenir des informations détaillées sur la structure chimique des kérogènes. Les conditions de pyrolyse sont donc choisies afin de permettre un craquage efficace de l'échantillon, tout en limitant les réactions secondaires.

ANNEXE

Le kérogène, préalablement extrait aux solvants organiques, est soumis à un premier traitement thermique, afin d'éliminer les produits piégés physiquement dans le kérogène et les produits thermolabiles. Après extraction aux solvants organiques, le résidu de chauffage subit un deuxième traitement thermique plus sévère que le premier. Les produits de pyrolyse de moyenne volatilité, entraînés par un gaz neutre, se retrouvent piégés dans un solvant organique, alors que les produits les plus volatils ne sont pas retenus. Les composés les plus lourds ne sont pas entraînés par le gaz, ils sont séparés du résidu de pyrolyse par extraction aux solvants organiques. Les effluents de moyenne volatilité récupérés dans les piéges, peuvent être soit directement injectés en chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/SM) soit séparés en différentes fractions (en fonction de leur polarité) ou subir des transformations chimiques (estérification, silylation).

A.4. La pyrolyse "on-line"

La pyrolyse "on-line" est complémentaire de la pyrolyse "off-line". En effet, dans cette technique, la chambre de pyrolyse est directement couplée à un chromatographe en phase gazeuse et à un spectromètre de masse. Les effluents les plus volatils ne sont donc pas perdus. Cette pyrolyse s'effectue dans un temps très court (quelques secondes). L'échantillon est déposé sur un fil ferromagnétique qui est porté à sa température de Curie par induction en 30 millisecondes. Cette technique permet un contrôle très précis de la température puisque celle-ci est fonction de la nature du fil (différents alliages sont commercialisés correspondant à différentes températures de Curie).

A.5. Palynofaciès (Combaz, 1980)

L'étude de la matière organique isolée de la matrice minérale ou palynofaciès est réalisée en microscopie photonique en lumière transmise. La matière organique est isolée de la matrice minérale par un traitement aux acides chlorhydrique et fluorhydrique puis montée entre lame et lamelle. L'observation permet une estimation qualitative et semi-quantitative des différents constituants organiques ; éléments figurés, tels que des débris ligno-cellulosiques ou de microalgues, et matière organique amorphe à l'échelle microscopique.

ANNEXE B : Système pétrolier

B.1. Les roches mères

La roche mère est un élément essentiel dans le système pétrolier car c'est l'usine à pétrole et à gaz. La matière organique fossile dans les roches sédimentaires se présente soit sous forme dispersée et dépasse rarement 5% en carbone organique pour les shales, soit sous forme accumulée pour les charbons (Durand, 1980; Tissot et Welte, 1984 ; Combaz, 1980). Les shales contenant au moins 2% en carbone organique sont considérés comme de bonnes roches mères pétrolières. Cependant, toutes les roches mères ne sont pas équivalentes et leur capacité à générer du pétrole ne dépend pas uniquement de la teneur en carbone organique mais de la nature de la matière organique et des conditions de dépôt et de sédimentation. Le charbon, souvent associé à des sédiments clastiques, est une roche sédimentaire pouvant contenir plus de 90% de carbone organique. C'est une roche mère qui peut générer des hydrocarbures au cours de l'enfouissement sédimentaire. Cependant les charbons génèrent moins de pétrole que les shales.

B.2. Les roches réservoirs

Une roche réservoir est une roche suffisamment poreuse et perméable. Il s'agit des sables, carbonates, dolomites, ou des roches fracturées contenant des failles et des fractures qui permettent le déplacement des fluides des roches mères vers les zones d'accumulation ou la surface. La porosité des roches réservoirs est comprise entre 5 à 30% du volume total de la roche. Les hydrocarbures (liquides et gazeux) formés dans les roches mères se déplacent dans ce système de drains jusqu'à trouver des zones favorables à leur accumulation. Dans le cas contraire ils sont perdus à la surface. Les veines de charbon dans les formations sédimentaires sont souvent associées à des intercalations de roches (carbonates, shales, anhydrite...) pouvant jouer le rôle de drains, de réservoirs et de couvertures.

B.3. Les roches couvertures

C'est une roche imperméable située au dessus des roches réservoirs. Il s'agit de roches argileuses ou d'évaporites (sel massif, anhydrite ...). Son rôle est de confiner et de préserver les hydrocarbures générés par les roches mères et accumulés dans les roches réservoirs. L'absence de cette roche se traduit dans le système pétrolier par une migration des hydrocarbures vers la surface (dismigration) avec pour conséquences la transformation du pétrole en un résidu solide sous l'effet de l'altération météorique (lessivage par les eaux météoritiques, oxydation abiotique et biodégradation) et la perte des gaz dans l'atmosphère. Les formations riches en veines de charbons présentent également des intercalations de roches couvertures.

B.4. Les pièges pétroliers

Les pièges sont des configurations géologiques qui empêchent la dispersion du pétrole et du gaz en direction de la surface. Ils sont normalement identifiés par les méthodes sismiques. En général, on distingue deux types de pièges :

(1) *les pièges structuraux* qui sont des zones de déformation géométriques des couches géologiques et qui permettent l'accumulation des hydrocarbures comme les plis et les failles.

(2) les pièges sédimentaires qui sont définis comme des zones de variation latérale de la porosité et de la perméabilité des roches réservoirs comme les récifs ou des zones de variation locale de la porosité des roches. On trouve parfois ces deux types de pièges combinés dans les diapirs de sel.



Figure : Représentation simplifiée d'un système pétrolier.