

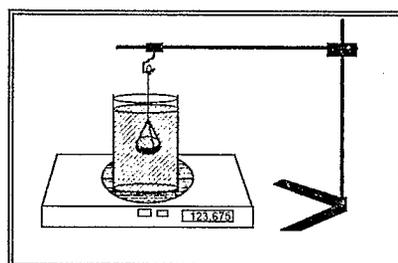
— référence —



Laboratoire de comportement des
sols cultivés (L.C.S.C.)
Centre ORSTOM de Montpellier

**METHODE DENSIMETRIQUE SIMPLIFIEE POUR L'ESTIMATION SUR MOTTES DE TERRE DE LA
POROSITE TOTALE ET DE CARACTERISTIQUES ASSOCIEES (Masse volumique apparente,
masse volumique pseudo réelle sèche)**

Protocole. Evaluation des biais et des incertitudes.



Blavet
D. BLAVET & J. FARDOUX
Janvier 1993

Fonds Documentaire ORSTOM



010018796

Fonds Documentaire ORSTOM
Cote : *Bx-18796* Ex : *1*

Résumé

Une variante de mesure de la porosité sur motte par la méthode au pétrole est décrite et discutée. Le choix de cette méthode est volontairement effectué en fonction de critères de rusticité des manipulations et du matériel mis en oeuvre, qui permettent d'envisager son utilisation pour un faible coût dans des laboratoires à équipement réduit.

Le protocole élaboré met en oeuvre 3 pesées systématiques sur balance électronique mono-plateau précise à ± 0.01 g, plus deux pesées initiales concernant le matériel utilisé. Les formules développées permettent de calculer la porosité accessible au pétrole (porosité apparente), la masse volumique apparente sèche et la masse volumique "pseudo réelle" sèche. Ces calculs formulent également les écarts potentiels entre porosité saturée par le pétrole (porosité apparente) et porosité totale, et entre masse volumique "pseudo-réelle" sèche et masse volumique réelle sèche. Concernant la porosité apparente, le biais de surestimation susceptible d'être introduit au ressuyage des mottes est défini, et les incertitudes relatives et absolues sont formulées. On montre notamment que le biais de surestimation de la porosité introduit au ressuyage est proportionnel au volume de pétrole non ressuyé, inversement proportionnel au volume des mottes, et fonction décroissante de la porosité.

Par ailleurs, en conditions expérimentales contrôlées et normalisées, le calcul indique que l'incertitude relative sur la porosité peut être approchée par une fonction inverse, à un coefficient près, du volume des mottes utilisées.

Ces calculs sont confirmés par les résultats obtenus sur une série de mesures assortie de témoins à porosité stable (aggrégats de silice poreux). *On montre que le volume total de motte(s) placée(s) dans une même capsule ne doit pas, en pratique, être inférieur à 10 - 20 centimètres cube pour minimiser le biais de ressuyage et obtenir une incertitude relative sur la porosité inférieure à 2 %.*

On conclut par le constat que la relative simplicité des manipulations conduit en revanche à des formulations assez complexes des biais et des incertitudes, ce qui rend très souhaitable l'automatisation des procédures.

Introduction

La porosité du sol, ou plus exactement une partie de la porosité totale du sol, représente le pourcentage de volumes offerts au stockage et à la circulation des fluides. Du fait de la complexité de l'espace poral (formes, dimensions et "ouverture" ou "fermeture" des pores), la porosité totale ne peut être directement associée aux propriétés hydrodynamiques du sol (conductivité hydraulique notamment). Cependant, cette difficulté ne doit pas faire oublier que ces propriétés hydrodynamiques restent déterminées par les caractéristiques de l'espace poral et par la nature des constituants du sol. A long terme, une meilleure définition de cet espace poral et de ses caractéristiques géométriques restent donc une approche intéressante dans l'optique d'études dynamiques.

Par ailleurs, la caractérisation de la porosité est nécessaire pour évaluer certains états hydriques du sol (taux de saturation en eau en fonction de l'humidité volumique ou de l'humidité pondérale notamment).

En conséquence, il existe de nombreuses méthodes visant à caractériser la "porosité" du sol (méthodes densimétriques; méthodes utilisant les rayonnements gamma, méthodes à variations de pression d'air, moulages, analyse d'images, etc. ...) . Selon les principes et les moyens techniques utilisés dans le cadre de ces méthodes, le type de pores auquel on a accès peut varier et reste à préciser.

Parmi les méthodes densimétriques, la méthode "au pétrole" (DEMOLON, 1952 in CHAMAYOU & LEGROS, 1989; RENNIE, 1957 in AUDRY & al., 1973;) est une méthode classiquement évoquée. Cependant, le mode opératoire employé et ses conséquences sur les incertitudes sont rarement décrits et discutés dans le détail.

Or, par rapport à d'autres méthodes concernant des échantillons de dimension réduite, et en particulier les méthodes de traitement d'image sur lames minces, elle présente l'avantage de ne requérir qu'un matériel peu sophistiqué, dont les éléments principaux sont une balance précise et une enceinte à dépressurisation.

S'il est certain que cette méthode peut comporter des "biais", il apparaît possible de préciser la nature et l'importance de ces biais. Par ailleurs, si ces biais sont correctement évalués, ils peuvent conduire, en théorie, à l'appréciation de caractéristiques intéressantes.

Principe :

La méthode "au pétrole" utilise des mottes de terre à structure conservée d'environ 10 à 20 cm³, sur lesquelles on évalue, par pesées, le volume total apparent, et un volume de pores que l'on assimile généralement au volume total de pores.

La méthode requiert 3 pesées concernant la motte (plus les pesées d'étalonnage du matériel utilisé).

1°) - une pesée initiale sur la motte.

2°) - une pesée des mottes après saturation par du pétrole. Le poids du pétrole retenu par les pores permet d'obtenir un volume de pores correspondant au volume saturé par ce liquide.

L'expérience montre que le pétrole perturbe apparemment très peu l'organisation de la motte pendant la phase de saturation alors qu'une saturation par l'eau amène une déstructuration plus ou moins complète de la motte¹. La saturation au pétrole peut se faire sous atmosphère dépressurisée pour faciliter le dégazage de la motte.

3°) - une pesée permettant de mesurer la poussée d'Archimède sur les mottes saturées (obtention d'un volume total) immergées dans un liquide. Si l'immersion dans le pétrole permet de faciliter le calcul, on pourrait toutefois envisager d'immerger la motte dans d'autres liquides qui ne déstructureraient pas cette motte, sans que le principe de cette manipulation soit modifié.

On considère parfois que cette méthode permet de travailler sur des échantillons non séchés, afin d'obtenir également le volume d'eau contenus dans la motte de terre. La saturation par le pétrole conduit ainsi théoriquement aux deux configurations figurés ci-dessous :

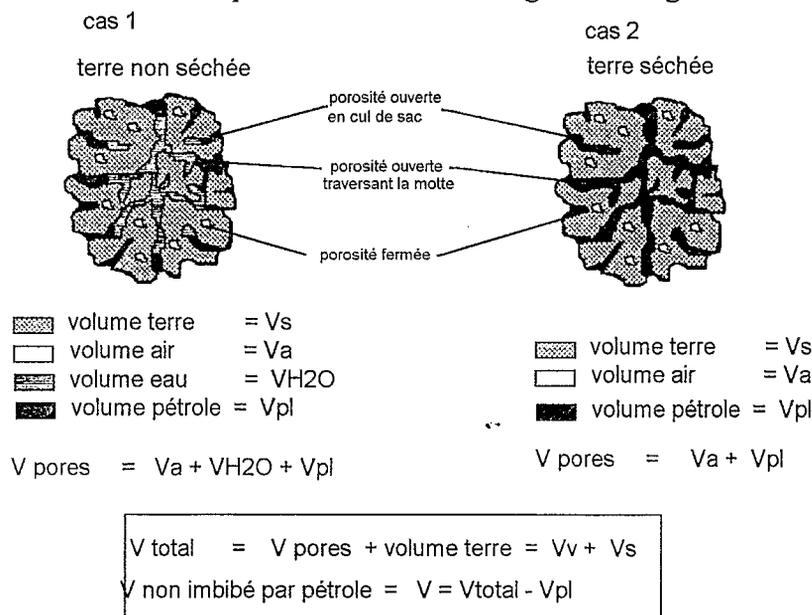


Schéma théorique de l'organisation d'une motte de terre après imbibition de pétrole

Mais il semble que la mise en dépressurisation peut avoir des effets non négligeables. Ainsi, une perte d'eau pourrait se produire au moment de l'évacuation de l'air des pores.

Pour simplifier, nous ne verrons donc que le cas des mesures sur échantillons séchés.

(En conséquence, nous n'aborderons pas les problèmes de gonflement susceptibles de se produire entre des mottes sèches et des mottes humides).

(les raisons de ce phénomène, assez analogue à ce que l'on peut observer sur d'autres matériaux poreux et relativement fragiles comme les papiers et les tissus, seraient d'ailleurs intéressantes à préciser davantage : rôle de la tension superficielle ?; rôle des interactions liquide-solide ?)¹

Nous ne discuterons pas non plus ici des questions de signification de la mesure sur un échantillon par rapport à l'ensemble du volume duquel il est extrait : ces questions, certes importantes *in fine*, relèvent des problèmes généraux de l'échantillonnage

Dans cette méthode, on fait généralement l'hypothèse que le volume de pétrole absorbé et retenu par une motte est égal à la porosité totale.

En fait, cette hypothèse demande à être discutée. On peut en effet envisager au moins trois problèmes :

Le premier problème est qu'il est peu probable que l'on accède systématiquement à toute la porosité de la motte lorsqu'il existe une porosité fermée. Au contraire, il nous semble que la méthode est susceptible de caractériser davantage une porosité ouverte : En effet, la porosité fermée, lorsqu'elle existe, ne peut, à priori, être saturée par le pétrole que par diffusion à travers la paroi des pores fermés, mais on ne voit pas alors très bien par quel mécanisme.

Le second problème est que la méthode est susceptible de provoquer une modification de la porosité, à la faveur de contraintes mécaniques qui sont fonction du mode opératoire, en particulier de l'immersion dans le pétrole et, surtout, de l'alternance dépressurisation/repressurisation. On peut imaginer une ouverture d'une fraction inconnue de la porosité fermée, ou une modification de la porosité ouverte. Dans ces conditions, la porosité fermée deviendrait, partiellement ou totalement, artificiellement ouverte.

Le troisième problème est qu'il n'est pas évident que le volume de pétrole retenu par la motte que l'on mesure soit égal à la totalité de la porosité accessible par ce liquide. En effet, la méthode requiert une élimination du pétrole excédentaire en périphérie de la motte et sur la capsule qui contient cette motte. Au cours de cette élimination, on risque d'éliminer également une partie inconnue du pétrole ayant pénétré dans la motte. et donc de sous évaluer la porosité accessible au pétrole. A ce titre, Il n'y a pas de norme de ressuyage définie qui soit vraiment justifiée. Il reste donc à effectuer des essais préliminaires pour déterminer la méthode de ressuyage optimale. De manière générale, la motte ne doit pas être trop petite pour que l'erreur sur le ressuyage puisse être minimisée. Cependant, elle ne doit pas non plus être trop grosse pour d'autres raisons (notamment pour éviter le piégeage d'air en son centre dans la porosité ouverte, qui peut alors imposer un temps de saturation très long).

En résumé, il existe donc des incertitudes concernant la signification exacte du volume de pétrole saturant que l'on mesure. On mesure plus généralement une fraction variable de la porosité ouverte, et éventuellement, une fraction de la porosité fermée, le tout étant susceptible d'être perturbé par les manipulations.

Ces incertitudes imposent la recherche de précautions et d'une standardisation du protocole :

- standardisation pour pouvoir effectuer des comparaisons à mode opératoire égal entre les mottes.

- précautions pour obtenir une mise en saturation optimale et une minimisation des risques de modification de la structure de la motte. Parmi ces précautions, les temps nécessaires pour obtenir des équilibres sont à prendre en considération, car ils peuvent varier selon le volume de la motte et la nature et la structure du matériau. La standardisation du protocole doit donc notamment être basée sur des temps d'équilibre suffisamment longs pour convenir à l'ensemble des échantillons traités.

Des tests comparatifs de variantes opératoires sont envisageables pour déterminer le mode opératoire optimal, mais on devra les effectuer sur le même échantillon, ou travailler sur des répétitions permettant d'obtenir un échantillonnage représentatif pour chaque variante.

Dans l'état actuel, et avant de pouvoir effectuer de plus amples tests comparatifs, nous examinerons un protocole dérivé de DE BLIC & FARDOUX (1992), avec quelques variantes.

Matériel nécessaire :

- une batterie de capsules avec fil de suspension fin et non absorbant de préférence (Nylon ?) + anneaux
- une enceinte à vide; manomètre à dépression, ampoule à vide (facultatif, pour variante)
- récipients : 1 bêcher de 1000 cm³; cuvettes pour placer dans l'enceinte à vide
- une potence réglable en hauteur + 1 crochet de fixation
- une balance électronique de précision ($\pm 1/10$ ème de gramme minimum) : compte tenu de la masse volumique du pétrole à 20 ° C (entre 0.7 et 0.8 g/cm³), une précision de ± 0.1 gramme permet d'avoir une précision d'environ ± 0.15 cm³ de pétrole, soit ± 1.5 % pour 10 cm³ de terre
- pétrole (5 à 10 litres) dont la densité est à déterminer en fonction de la température.
- un thermomètre immergeable
- un chronomètre
- un hygromètre (éventuellement)

Définitions sigles employés :

g = accélération de la pesanteur terrestre au lieu du laboratoire (LT⁻²)

|g| = valeur algébrique de g (adimensionnel)

Remarque : une balance de laboratoire (*balance électronique à 1 plateau notamment*) est généralement étalonnée au lieu du laboratoire à l'aide de masses de valeurs connues de façon à afficher une valeur de *poids corrigé* M pour une *masse* de M grammes ayant un *poids réel* M' (M' = M x g), quelle que soit la valeur effective de l'accélération de la pesanteur au lieu du laboratoire. La pesée d'un corps sur une balance étalonnée de cette façon fournit donc, à l'unité de mesure près, une valeur de sa *masse*, indépendamment de son *poids réel* qui peut varier selon les variations de g..

En considérant un corps que l'on "pèse" sur ce type de balance, on obtient les conversions suivantes :

Pesée balance	= Masse x g/ g	(MLT ⁻²) = (M) x (LT ⁻²)
Pesée balance	= Pds réel/ g	(MLT ⁻²) = (MLT ⁻²)
Masse	= Pds réel/g	(M) = (MLT ⁻²) x (L ⁻¹ T ²)
Masse	= (Pesée balance) x g /g	(M) = (MLT ⁻²) x (L ⁻¹ T ²)
g/ g 	= 1 m/s ² (MLT ⁻²)	si la pesée de la balance donne des poids corrigés en grammes force pour des masses en grammes .

Température

t° = température ambiante

Poids réels (MLT⁻²)

P_S = Poids sol sec

P_{pl} = Poids pétrole dans la motte après imbibition

P_C = Poids capsule

Volumes (L³)

V_S = volume de solide dans la motte

V_ξ = volume de pores non saturés par le pétrole après imbibition de la motte

V_V = volume de pores dans la motte

V_{pl} = Volume de pétrole dans la motte après imbibition

V_C = volume capsule

$P_{c+s} = (P_c + P_s) =$ Poids capsule + sol sec
 $P_{fix} =$ Poids de la fixation de la capsule

$V_{fix} =$ Volume de la fixation de la capsule

Masses (M)

$M_s =$ Masse sol sec
 $M_{pl} =$ Masse pétrole dans la motte après imbibition
 $M_c =$ Masse capsule
 $M_{c+s} = (M_c + M_s) =$ Masse capsule + sol sec
 $M_{fix} =$ Masse de la fixation de la capsule

Masses volumiques (ML⁻³)

$\rho_{pl}^{t^\circ} =$ Masse volumique pétrole à la température ambiante
 $\rho_{H_2O}^{4^\circ c} =$ Masse volumique eau à 4 degrés Celsius $\cong 1 \text{ g/cm}^3$
 $\rho_{H_2O}^{t^\circ} =$ Masse volumique eau à la température ambiante
 $\rho_{as} =$ Masse volumique apparente sèche motte $= (P_s / g(V_s + V_v)) = M_s / (V_s + V_v)$
 $\rho_r =$ Masse volumique réelle sèche motte $= (P_s / gV_s) = M_s / V_s$

Densités (adimensionnel)

$D_{as} =$ densité apparente sèche motte $= \rho_{as} / \rho_{H_2O}^{4^\circ c}$
 $D_r =$ densité réelle sèche motte $= \rho_r / \rho_{H_2O}^{4^\circ c}$
 $D_{pl}^{t^\circ} =$ densité du pétrole à la température ambiante $= \rho_{pl}^{t^\circ} / \rho_{H_2O}^{4^\circ c}$
 $D_{H_2O}^{4^\circ c} =$ densité de l'eau à 4 degrés celsius $= \rho_{H_2O}^{4^\circ c} / \rho_{H_2O}^{4^\circ c} = 1$
 $D_{H_2O}^{t^\circ} =$ densité de l'eau à la température ambiante $= \rho_{H_2O}^{t^\circ} / \rho_{H_2O}^{4^\circ c}$

Compte tenu de la valeur de $\rho_{H_2O}^{4^\circ c}$ (1 g/cm³), on a :

$D_{as} \cong |\rho_{as}|$
 $D_r \cong |\rho_r|$
 $D_{pl}^{t^\circ} \cong |\rho_{pl}^{t^\circ}|$
 $D_{H_2O}^{t^\circ} \cong |\rho_{H_2O}^{t^\circ}|$

Porosité (adimensionnel)

porosité motte $= V_v / (V_s + V_v) = 1 - (D_{as} / D_r) = 1 - (\rho_{as} / \rho_r)$

Terme complémentaire (adimensionnel)

$\alpha =$ fraction inconnue du volume de la fixation correspondant à la partie immergée dans le pétrole dans la manipulation. En imposant α constant par la manipulation, ce terme intervient dans le raisonnement mais n'intervient pas dans le résultat final.

Protocole (et suggestions):

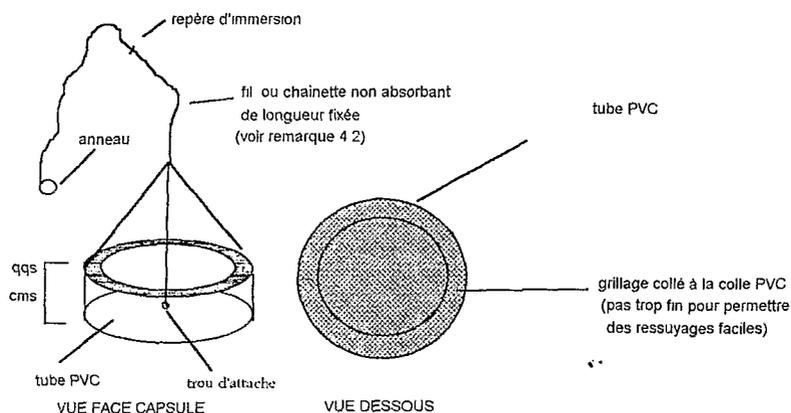
▷0°) séchage préalable des échantillons

On préconise généralement un séchage à l'étuve à 105 °C. Ce mode de séchage ne semble valable qu'en absence de porosité fermée, dont la proportion est a priori inconnue. En effet, l'élévation de température dans des pores fermés et remplis de gaz est susceptible de faire éclater ces pores par surpression.

Nous préférons donc un séchage à l'air et à pression atmosphérique, éventuellement sous dessiccateur pour accélérer le processus de dessiccation. L'équilibre final obtenu est fonction du degré d'hygrométrie de l'enceinte dans laquelle on travaille. Il est donc préférable de connaître cette variable.

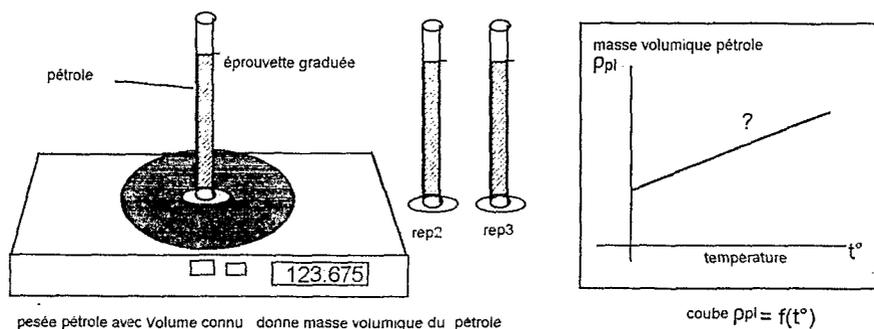
▷1° préparation du matériel

1.1. On prépare n capsules avec leur système d'attache (on numérote les capsules au marker par ex, qui est insoluble dans le pétrole.). Comme la méthode requiert un temps de manipulation assez long, on prépare plusieurs capsules pour opérer simultanément sur une série de capsule et de motte. Le nombre de capsules dans la série dépend des récipients disponibles : ex : n = 8, 16 ou plus. Plus ces récipients seront nombreux, moins les manipulations seront longues.



Exemple de construction d'une capsule en PVC

1.2. On établit la masse volumique $\rho_{pl}^{t^\circ}$ du pétrole utilisé pour la manipulation en fonction de la température du liquide. (généralement entre 0.7 et 0.8 g/cm³ à 20 °C). Pour cela, on peut effectuer la pesée de volumes connus de pétrole en éprouvette graduée par exemple. On devra par la suite ne travailler qu'avec ce pétrole, compte tenu de la variabilité de constitution et donc de masse volumique des produits trouvés dans le commerce. Pour plus de précision, il faut établir la courbe $\rho_{pl}^{t^\circ} = f(t^\circ)$ selon la gamme de t° du laboratoire et utiliser par suite cette



courbe pour connaître $\rho_{pl}^{t^{\circ}}$ en fonction de la température à laquelle s'effectue la manipulation. Exemple de calcul de $\rho_{pl}^{t^{\circ}}$ et $D_{pl}^{t^{\circ}}$ à la balance électronique sur 3 pesées PL1, PL2, PL3 d'un volume constant V1 de pétrole :

$$ML1 = PL1 \times \frac{|g|}{g}$$

$$ML2 = PL2 \times \frac{|g|}{g}$$

$$ML3 = PL3 \times \frac{|g|}{g}$$

$$\rho_{pl}^{t^{\circ}} = \frac{ML1 + ML2 + ML3}{3V1} = \frac{PL1 + PL2 + PL3}{3V1} \times \frac{|g|}{g}$$

$$D_{pl}^{t^{\circ}} \cong |\rho_{pl}^{t^{\circ}}|$$

▷ 2°) mesure préliminaire du poids et du volume des n capsules avec leur système de suspension

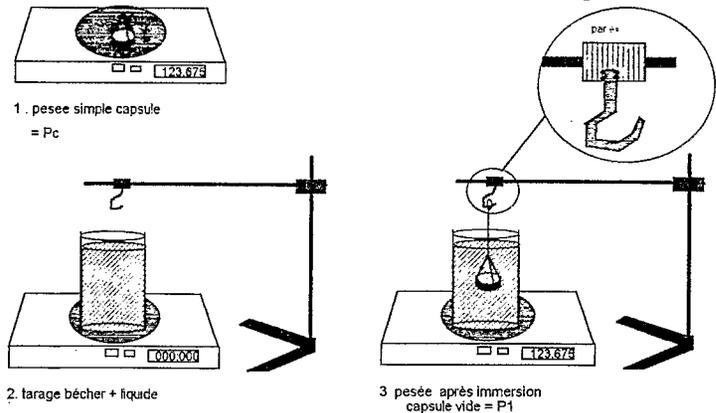
2.1) On pèse directement sur la balance la capsule avec son système de fixation (fil + anneau). On obtient :

$$P0 = (P_c + P_{fix}) / |g|$$

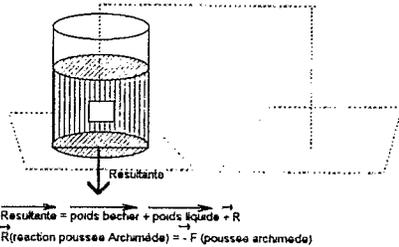
$$(MLT^{-2}) = (MLT^{-2})$$

[1]

2.2) On effectue une pesée P1 après immersion suspendue de chaque capsule dans un liquide (on choisit le pétrole, pour simplifier la suite des calculs). Les mesures sont effectuées une fois pour toute sur la série de capsules dont on dispose. La valeur de P1 obtenue après immersion



du corps est fonction du poids réel du volume de liquide déplacé, ce dernier étant égal au volume du corps introduit (essai d'explication : réaction du corps introduit à la poussée d'Archimède exercée par le liquide, et transmise par le liquide au béccher, puis du béccher à la balance).



On a :

$$\begin{aligned} \text{Volume de pétrole déplacé} &= V_c + \alpha V_{\text{fix}} && (L^3) \\ \text{Masse de pétrole déplacée} &= P_1 \times |g|/g && (M) \\ \text{Masse volumique } \rho_{\text{pl}}^{t^{\circ}} \text{ à } t^{\circ} &= \text{Masse pétrole déplacé} / \text{Volume pétrole déplacé} && (ML^{-3}) \\ V_c + \alpha V_{\text{fix}} &= 1/\rho_{\text{pl}}^{t^{\circ}} \times P_1 \times |g|/g && (L^3) = (M^{-1}L^3) \times (MLT^{-2}) \times (L^{-1}T^2) \end{aligned}$$

et

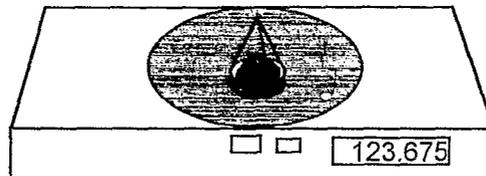
$$\begin{aligned} P_1 &= \rho_{\text{pl}}^{t^{\circ}} (V_c + \alpha V_{\text{fix}}) \times |g|/g \\ (MLT^{-2}) &= (ML^{-3}) \times (L^3) \times (LT^{-2}) \\ &[2] \end{aligned}$$

De manière générale, il y a un risque d'imprécision de la mesure à cause du volume du système de suspension immergé (αV_{fix}) qui varie selon la profondeur d'immersion de la capsule (ex : 10 cm d'un filin de 1 mm² de section correspondent à 0.1 cc ce qui est très peu, mais le volume/unité de longueur d'une chaînette métallique peut être suffisamment appréciable pour ne pas être négligé).

Pour simplifier les calculs ultérieurs, on veillera donc à maintenir la capsule dans le liquide à une profondeur z toujours identique de la surface du liquide (Noter cette profondeur z par un repère sur le système de suspension, par exemple). **En opérant systématiquement les immersions à cette même profondeur tout au long de la manipulation, y compris lorsque l'on immergera les capsules contenant les mottes de terre, le terme α sera constant et le volume du système de suspension pourra finalement être parfaitement négligé dans le résultat final des calculs.**

▷3°). Prise d'échantillon et pesée à sec dans les capsules:

3.1) Prendre des mottes non perturbées d'environ 25 à 30 g, soit environ 10 cm³ et les disposer dans les capsules numérotées. On veillera à prendre des mottes non effritées (souffler



éventuellement légèrement dessus pour enlever les particules susceptibles de se désagréger).

3.2) peser capsule + fixation + terre sèche :

$$\begin{aligned} P_2 &= (P_s + P_c + P_{\text{fix}}) / |g| \\ (MLT^{-2}) &= (MLT^{-2}) \\ &[3] \end{aligned}$$

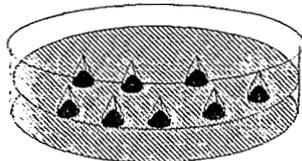
Après cette pesée, il est fondamental de manipuler avec précaution les échantillons jusqu'à la fin de la manipulation pour ne pas perdre de terre au cours des opérations.

▷4°) saturation en pétrole des échantillons

Pour la mise à saturation, on doit veiller à ne pas faire éclater les mottes et à assurer une saturation optimale de la porosité ouverte. On rappelle que compte tenu des sources d'erreur et d'imprécisions, le mode opératoire doit être le même pour tous les échantillons traités, de façon à pouvoir effectuer des comparaisons entre eux.

Pour cela, nous envisagerons deux variantes, qui seraient d'ailleurs encore susceptibles d'être améliorées :

4.1.) Variante 1 : mise en dépression progressive après saturation en pétrole (protocole DE BLIC & FARDOUX)

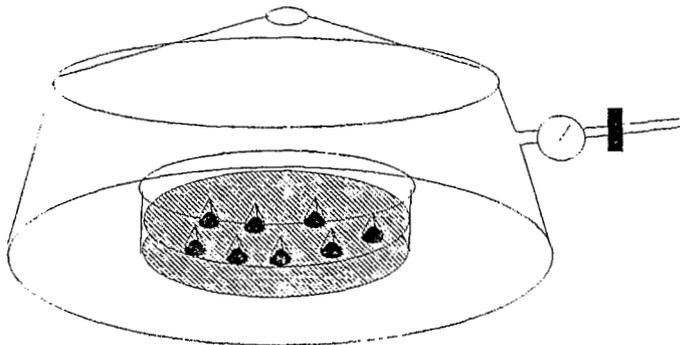


Avant mise sous dépression

4.1.1. On plonge la série de capsule + terre dans un récipient rempli de pétrole.

4.1.2. On place le récipient contenant pétrole et mottes dans une enceinte à vide. On met progressivement en dépression jusqu'à 300 millibars de pression (soit 700 mm bar de dépression par rapport à P_{atm}) pour éviter un éclatement des mottes par dépressurisation rapide des bulles d'air qu'elles contiennent.

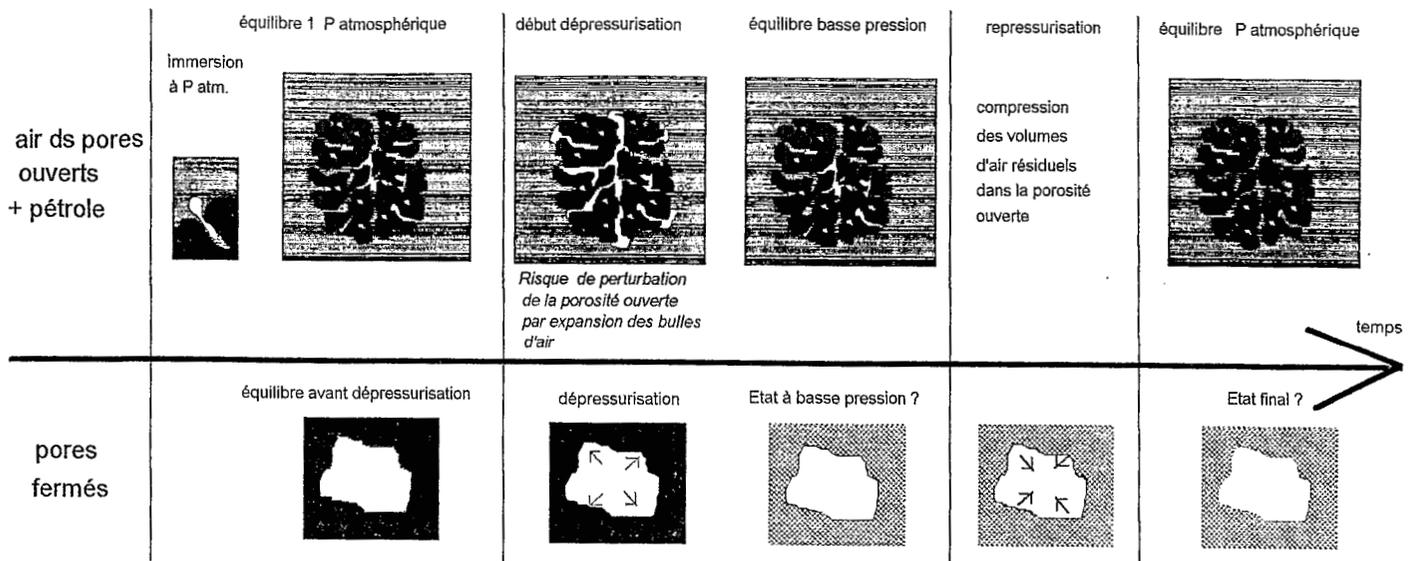
En fin d'opération, il ne doit plus y avoir de dégazage visible dans les mottes. Il faut donc prendre un temps standard assez long (par ex 30 minutes) qui soit susceptible de convenir à toutes les mottes. On pourra mieux définir ce temps sur des mottes d'essai à porosité apparemment fine, donc à dégazage lent.



Saturation des mottes en pétrole par mise en dépression progressive

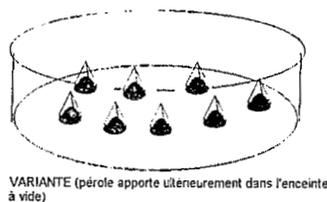
NB : Malgré les précautions dans la mise progressive en dépression, la porosité ouverte risque tout de même d'être modifiée, notamment lors de l'expansion des bulles d'air et de leur évacuation du pétrole (fig. A). Par ailleurs, la porosité fermée remplie d'air, si elle existe, est soumise à des contraintes de dépression et de compression.

FIG A. Essai de reconstitution des déplacements d'air et de pétrole dans la motte et des contraintes subies par la porosité au cours des phases de saturation par immersion et de dépressurisation/repressurisation



4.2 Variante 2 : dépressurisation de la motte avant son immersion.

Pour minimiser les risques de perturbation de la porosité ouverte au cours de la phase de dépressurisation, on suggère la variante suivante (valable uniquement pour les *mottes sèches* auxquelles on s'intéresse) :



Dans cette variante, on ne met pas le pétrole initialement dans le récipient, mais on l'apporte après dépressurisation par la base du récipient contenant les capsules. Il faut alors disposer d'un système de manipulation en atmosphère dépressurisée (apport de pétrole par ampoule à vide par ex). Ceci autorise une mise en dépression plus rapide avec moins de risque d'éclatement de la porosité ouverte dans la mesure où l'air dilaté contenu dans les mottes peut s'écouler plus facilement que dans un liquide (fig. B).

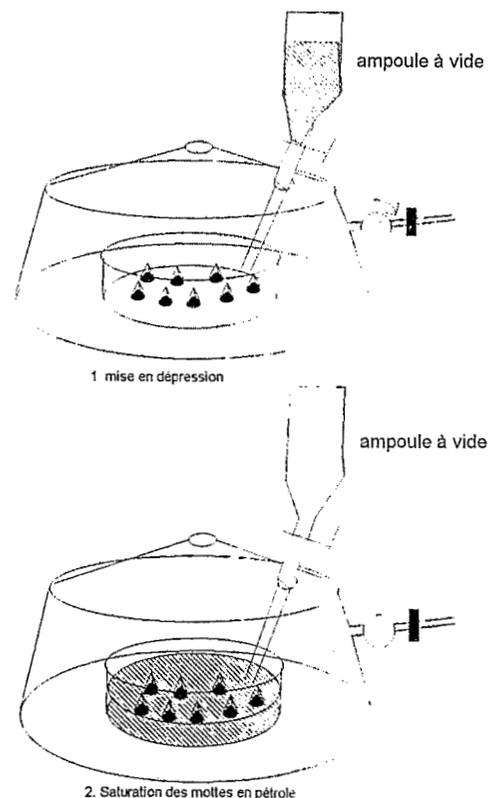
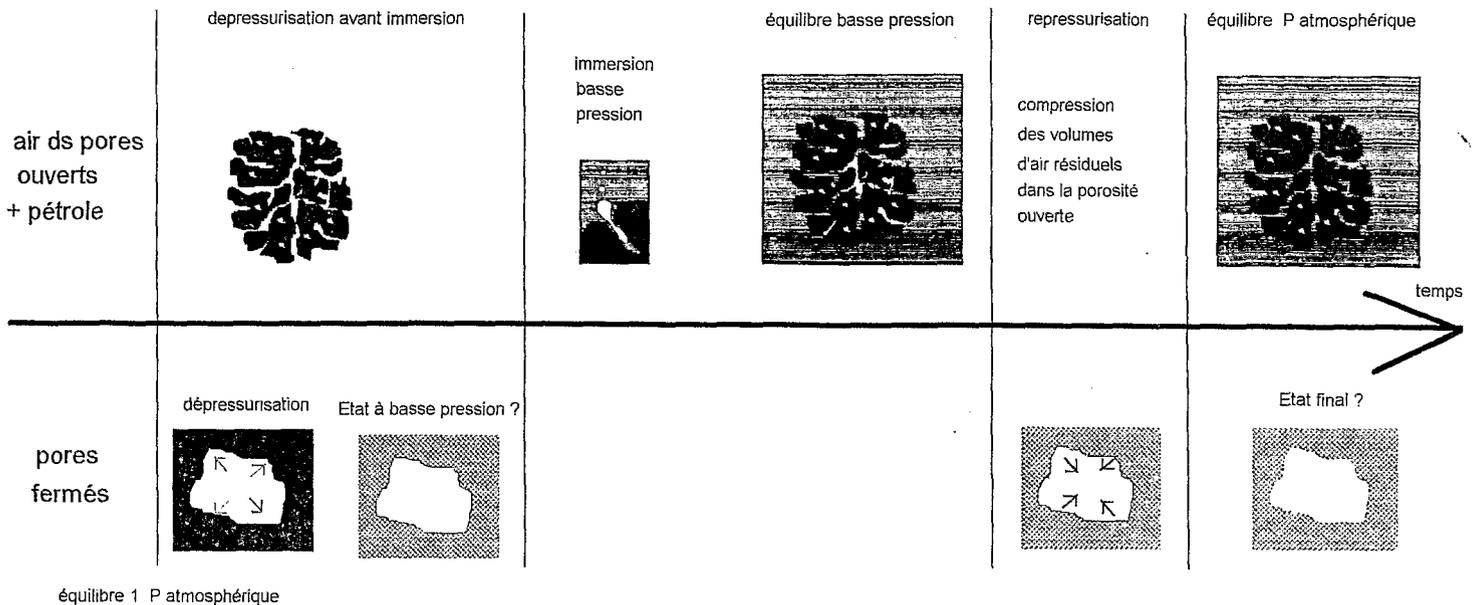


FIG B. Essai de reconstitution des déplacements d'air et de pétrole dans la motte et des contraintes subies par la porosité au cours des phases de saturation par immersion et de dépressurisation/repressurisation. (Variante suggérée).



Remarque générale concernant la mise en dépressurisation :

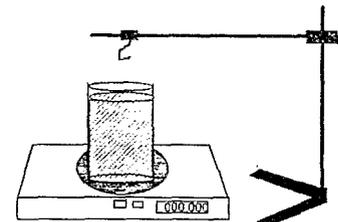
Quelle que soit la variante choisie, il existe des contraintes susceptibles d'affecter la porosité fermée (cf. fig. A et fig. B). On pourrait songer à ne pas effectuer de mise en dépressurisation, mais on risquerait alors de ne pas assurer une évacuation totale de l'air contenu dans la porosité ouverte.

Il serait peut être intéressant d'étudier la possibilité d'un remplacement progressif de l'air par une atmosphère de pétrole en conditions de pression atmosphérique, la motte restant non immergée jusqu'au remplacement total de l'air par les vapeurs de pétrole.

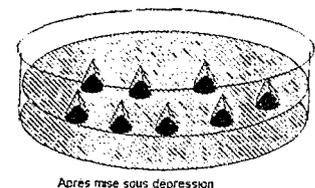
Par ailleurs, il apparaît qu'il convient de prendre en compte un volume de pores V_{ξ} qui restent non saturés par le pétrole.

▷ 5°) Pesées des échantillons saturés en pétrole (pesées P3 et P4)

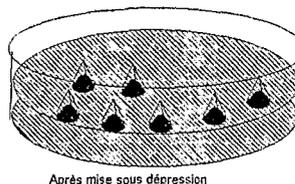
5.1) Au début d'une série de mesures, on prépare la balance + un béccher contenant du pétrole + une potence. On mesure la température dans le pétrole afin d'en déduire $\rho_{pl}^{t^{\circ}}$ selon la courbe établie en 1.2.



5.2) On retire le bain de pétrole contenant la série de capsule de l'enceinte à vide en laissant en immersion les mottes jusqu'à peu de temps avant la pesée dans le pétrole (ceci évite un risque de dessèchement des mottes qui se traduirait par une sous-estimation de la porosité)

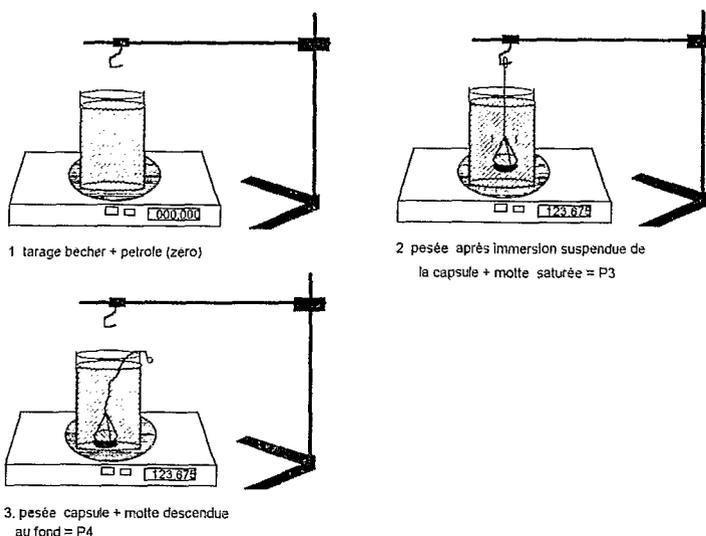


5.3). On retire une capsule avec sa motte du bain de pétrole et on ôte l'excédent de pétrole à l'extérieur de la motte. Cette opération est délicate : l'élimination du pétrole excédentaire ne doit être ni excessive (sous-estimation des pores par vidange d'une partie de la porosité) ni insuffisante (sur estimation de la porosité par maintien de pétrole dans la grille de la capsule par exemple). L'opération ne doit pas non plus être trop longue (risque d'évaporation du pétrole et donc encore sous-estimation de la porosité). On doit effectuer un séchage complet de la capsule (avec un papier absorbant par exemple), mais un essuyage très léger pour la surface de la motte En replongeant des mottes d'essai dans le pétrole, on peut par exemple vérifier qu'il n'y a pas de nouveau dégazage après le ressuyage. On notera que le ressuyage de la capsule peut poser problème à cause des recoins, mais que celui de la surface de la motte est à priori naturellement rapide. Il semble donc dangereux de laisser la motte de manière prolongée sur un papier absorbant comme on le voit dans certains protocoles, car ceci risque de ré extraire le pétrole contenu à l'intérieur de la motte.



On peut éventuellement envisager de contrôler l'effet du ressuyage en mesurant la densité apparente par la méthode à la paraffine. En effet, en prenant certaines précautions, il est tout à fait possible de réutiliser la même motte et de l'enrober de paraffine. La comparaison des valeurs de densité apparente obtenues sur un certain nombre d'échantillons pourrait permettre de voir s'il existe des différences systématiques.

5.4) Après tarage du bécher rempli de pétrole, on immerge la motte imbibée et on effectue 2 pesées (**P3** et **P4**) comme suit (cf. fig.) :



5.4.1) Immersion suspendue et pesée **P3**.

Cette pesée s'effectue de la même façon que pour la détermination du volume des capsules à vide (α constant par immersion jusqu'à la profondeur préalablement définie par une marque sur le système de fixation). La valeur mesurée correspond au poids du liquide déplacé par le

volume introduit, c'est à dire le volume de la capsule + le volume de la fixation + le volume total de la motte imbibée de pétrole. Soit, selon le même raisonnement qu'en 2.2 :

$$\begin{aligned} P_3 &= \rho_{pl} t^0 (V_c + V_s + V_\xi + V_{pl} + \alpha V_{fix}) \times g / |g| \\ (MLT^{-2}) &= (ML^{-3}) \times (L^3) \times (LT^{-2}) \\ &[4]. \end{aligned}$$

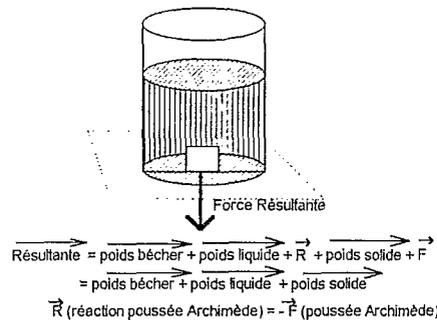
5.4.2) Dépôt de la capsule délicatement au fond du bécher (pour éviter d'abîmer la motte et pouvoir la récupérer pour d'autres opérations) et pesée **P4**.

Cette pesée évite de faire une manipulation supplémentaire sur la motte. Une "astuce" consiste à utiliser un système de suspension, un peu plus long que le bécher pour pouvoir déposer l'anneau sur le rebord du flacon et retirer par la suite aisément la capsule..

P4 évalue une résultante de forces qui est équivalente au poids **P** du corps introduit, soit $P_c + P_{fix} + P_s + P_{pl}$. (ce qui, intuitivement, semble évident et est d'ailleurs valable pour tous les corps, y compris les corps flottants))

En effet, la poussée **F** d'Archimède continue à s'exercer comme lors de la pesée **P3**, et la réaction **R** à cette poussée ($|R| = F$) du solide sur le bécher s'ajoute au poids **P** du corps introduit diminué de la poussée d'Archimède.

La résultante des forces ajoutées au poids initial (bécher + pétrole initial) est $R + P - F = P$.



On a :

$$\begin{aligned} P_4 &= (P_{pl} + P_s + P_c + P_{fix}) / |g| \\ (MLT^{-2}) &= (MLT^{-2}) \\ &[5] \end{aligned}$$

▷6°) CALCULS

Les calculs sont basés sur 2 hypothèses préliminaires, qui ne sont plausibles que si la manipulation a fait l'objet de certaines précautions :

- le volume total des pores (V_v) n'a pas varié au cours des différentes phases de la manipulation

- le ressuyage de la motte après la phase de saturation n'a pas entraîné une vidange partielle des pores remplis de pétrole.

On a défini par ailleurs l'existence d'un volume de pores V_ξ tel que :

V_v (volume de pores) = V_{pl} (volume de pétrole saturant la motte) + V_ξ (volume de pores non saturés par le pétrole). (si la saturation de la motte est parfaite, on a $V_\xi = 0$ et $V_v = V_{pl}$)

On rappelle que les pesées P0, P1, P2, P3 et P4 donnent :

$$P0 = (P_c + P_{fix})/|g| \quad [1]$$

$$P1 = \rho_{pl}^{t^\circ} (V_c + \alpha V_{fix}) \times g/|g| \quad [2]$$

$$P2 = (P_s + P_c + P_{fix})/|g|. \quad [3]$$

$$P3 = \rho_{pl}^{t^\circ} (V_c + V_s + V_\xi + V_{pl} + \alpha V_{fix}) \times g/|g| \quad [4]$$

$$P4 = (P_{pl} + P_s + P_c + P_{fix})/|g| \quad [5]$$

En convertissant les poids réels P_c , P_{fix} , P_s , P_{pl} selon les masses en gM_c , gM_{fix} , gM_s et gM_{pl} , on obtient :

$$P0 = (M_c + M_{fix}) \times g/|g| \quad [1]$$

$$P1 = \rho_{pl}^{t^\circ} (V_c + \alpha V_{fix}) \times g/|g| \quad [2]$$

$$P2 = (M_s + M_c + M_{fix}) \times g/|g|. \quad [3]$$

$$P3 = \rho_{pl}^{t^\circ} (V_c + V_s + V_\xi + V_{pl} + \alpha V_{fix}) \times g/|g| \quad [4]$$

$$P4 = (M_{pl} + M_s + M_c + M_{fix}) \times g/|g| \quad [5]$$

on a déterminé auparavant $\rho_{pl}^{t^\circ}$ (masse volumique du pétrole en fonction de la température ambiante t°)

on s'est arrangé pour que α (cf. définition) soit constant

et on cherche :

$$pas = \text{masse volumique apparente sèche de la motte} = M_s / (V_s + V_v)$$

$$pr = \text{masse volumique réelle sèche motte} = M_s / V_s$$

$$Das = \text{densité apparente sèche motte} = pas / \rho_{H_2O}^{4^\circ c}$$

$$Dr = \text{densité réelle sèche motte} = pr / \rho_{H_2O}^{4^\circ c}$$

$$V_v / (V_s + V_v) = \text{porosité motte} = 1 - (pas/pr)$$

Pour le raisonnement, on procède à des calculs intermédiaires :

6.1 : Masse sol sec M_s

$$M_s = (P2 - P0) \times |g|/g \quad ([3]-[1]) \quad [6]$$

6.2 : volume des pores saturés de pétrole = V_{pl}

$$(P4 - P2) \times |g/g| = M_{pl} \quad [5] - [3]$$

$$\text{et } V_{pl} = M_{pl} / \rho_{pl}^{t^{\circ}} = (P4 - P2) \times 1 / \rho_{pl}^{t^{\circ}} \times |g/g| \quad [7]$$

6.3 : Volume total de la motte

Le volume total est $V_s + V_v$

et on a posé que $V_v = V_{pl} + V_{\xi}$

$$\text{or } P3 - P1 = \rho_{pl}^{t^{\circ}} (V_s + V_{pl} + V_{\xi}) \times |g/g| \quad [4] - [2]$$

$$\text{donc } V_s + V_{pl} + V_{\xi} = (P3 - P1) \times 1 / \rho_{pl}^{t^{\circ}} \times |g/g| \quad [8]$$

$$\text{et } V_s + V_v = (P3 - P1) \times 1 / \rho_{pl}^{t^{\circ}} \times |g/g| \quad [9]$$

6.4 : Volume terre sèche V_s

$$V_s = [(P3 - P1) \times 1 / \rho_{pl}^{t^{\circ}} \times |g/g|] - V_{pl} - V_{\xi} \quad ([8])$$

soit encore, en remplaçant V_{pl} selon [7] :

$$V_s = [(P3 - P1) \times 1 / \rho_{pl}^{t^{\circ}} \times |g/g|] - [(P4 - P2) \times 1 / \rho_{pl}^{t^{\circ}} \times |g/g|] - V_{\xi}$$

$$\text{donc } V_s = [(P3 - P1 - P4 + P2) \times 1 / \rho_{pl}^{t^{\circ}} \times |g/g|] - V_{\xi} \quad [10]$$

▷ 7°) FORMULES APPROCHÉES ET COMMENTAIRES

7.1 Masse volumique apparente sèche de la motte :

Par définition, la Masse volumique apparente sèche $\rho_{as} = M_s / (V_s + V_v)$
d'après [6] et [9]

$$\rho_{as} = \rho_{pl} t^{\circ} \times \frac{P2 - P0}{P3 - P1} \quad [11]$$

Commentaire : Les valeurs obtenues pour les pesées $P0$, $P1$ et $P2$ ne sont pas soumises à des hypothèses simplificatrices concernant la pénétration du pétrole dans la porosité. Par ailleurs, $P3$ ne dépend pas de la porosité fermée non saturée par le pétrole, mais uniquement du maintien d'une bonne saturation des pores ouverts vers l'extérieur de la motte après le ressuyage. Sous réserve des hypothèses préliminaires formulées (pas de modification de la porosité totale au cours de la manipulation, problèmes de ressuyage résolus), la masse volumique apparente sèche devrait donc être connue avec peu de biais par cette méthode.

7.2 Densité apparente sèche de la motte

d'après [11] et la remarque que $D_{as} \cong |\rho_{as}|$

$$D_{as} \cong \left| \rho_{pl} t^{\circ} \times \frac{P2 - P0}{P3 - P1} \right| \quad [12]$$

Commentaire : La densité apparente sèche est connue avec la même précision que la masse volumique apparente sèche. La seule simplification supplémentaire apportée ici réside dans l'approximation à 1 g/cm^3 de $\rho_{H2O}^{4^{\circ}\text{C}}$

7.3 Masse volumique réelle sèche de la motte et Masse volumique "pseudo réelle"

Par définition, la Masse volumique réelle sèche $\rho_r = M_s / V_s$

d'après [6] et [10] on a :

Masse volumique réelle sèche :

$$\rho_r = \rho_{pl} t^{\circ} \times \frac{P2 - P0}{P3 - P1 - P4 + P2 - \rho_{pl} V_{\xi} \cdot \frac{g}{|g|}} \quad [13]$$

Commentaire : On constate que, par cette méthode, ρ_r ne peut être connue avec la même précision que ρ_{as} puisque plusieurs variables supplémentaires apparaissent. Par ailleurs, la masse volumique réelle sèche ne peut être connue par cette seule méthode que dans le cas où $V_{\xi} \cong 0$, ce qui n'est pas nécessairement le cas.

Il reste donc préférable d'estimer la densité réelle par une autre méthode. (pycnomètre par exemple. A noter que les mottes servant à la méthode au pétrole peuvent être réutilisées).

On peut définir une Masse volumique "pseudo-réelle" sèche ρ_{pr} correspondant à la masse du volume occupé par le solide plus les pores occupant le volume V_{ξ}

$$\rho_{pr} = \rho_{plt}^{\circ} \times \frac{P2 - P0}{P3 - P1 - P4 + P2} \quad \text{d'après [6] et [10]} \quad [14]$$

$$\rho_{pr} = M_s / V_s + V_{\xi}$$

7.4. Densité réelle sèche et densité "pseudo-réelle"

D'après [13] et [14] :

Densité réelle :

$$D_r \cong \left| \rho_{plt}^{\circ} \times \frac{P2 - P0}{P3 - P1 - P4 + P2 - \rho_{plt}^{\circ} V_{\xi} \times \frac{g}{|g|}} \right| \quad [15]$$

Densité "pseudo-réelle" :

$$D_{pr} \cong \left| \rho_{plt}^{\circ} \times \frac{P2 - P0}{P3 - P1 - P4 + P2} \right| \quad [16]$$

Commentaires : Les remarques concernant la précision effectuées pour D_{as} par rapport à ρ_{as} s'appliquent de la même façon pour D_r par rapport à ρ_r et pour D_{pr} par rapport à ρ_{pr} .

7.5. porosité totale et "porosité apparente"

la porosité totale = $1 - \rho_{as} / \rho_r$, soit d'après [11] et [13] :

$$\text{porosité totale} = 1 - \frac{P3 - P1 - P4 + P2 - \rho_{plt}^{\circ} \left(V_{\xi} \times \frac{g}{|g|} \right)}{P3 - P1}$$

ou encore, après simplification :

$$\text{porosité totale} = \frac{P4 - P2 + \rho_{plt} \left(V_{\xi} \times \frac{g}{|g|} \right)}{P3 - P1} \quad [17]$$

Commentaire : Comme pour ρ_r , la porosité totale ne peut être connue que si V_{ξ} est négligeable ($\cong 0$).

On peut définir une "porosité apparente" correspondant aux pores saturés par le pétrole :

$$\text{porosité apparente} = V_{pl} / (V_v + V_s) = V_{pl} / (V_v + V_s) = (V_v - V_{\xi}) / V_{\text{total}}$$

D'après [7] et [9] :

$$\text{porosité apparente} = \frac{P4 - P2}{P3 - P1} \quad [18]$$

Il est intéressant de noter que cette porosité apparente peut être connue indépendamment de la connaissance de la masse volumique du pétrole (ρ_{plt}°).

On vérifie par ailleurs aisément d'après [11] et [14] que cette porosité apparente s'écrit :

$$\text{porosité apparente} = 1 - \rho_{as}/\rho_{pr} = 1 - D_a/D_{pr} \quad [19]$$

7.6. Volume de pores V_ξ non saturés par le pétrole et "porosité insaturée"

La connaissance de p_r par une autre méthode permet d'évaluer V_ξ . En effet, d'après [13] et [14] :

$$[13] \quad \frac{\rho_{plt}^\circ}{\rho_r} = \frac{P_3 - P_1 - P_4 + P_2 - \left(\rho_{pl}^\circ V_\xi \times \frac{g}{|g|} \right)}{P_2 - P_0}$$

$$[14] \quad \frac{\rho_{plt}^\circ}{\rho_{pr}} = \frac{P_3 - P_1 - P_4 + P_2}{P_2 - P_0}$$

$$\rho_{plt}^\circ \left(\frac{1}{\rho_{pr}} - \frac{1}{\rho_r} \right) = \frac{\rho_{pl}^\circ V_\xi \times \frac{g}{|g|}}{P_2 - P_0}$$

$$\Leftrightarrow \frac{1}{\rho_{pr}} - \frac{1}{\rho_r} = \frac{V_\xi \times \frac{g}{|g|}}{P_2 - P_0}$$

$$\Leftrightarrow V_\xi \times \frac{g}{|g|} = (P_2 - P_0) \times \left(\frac{1}{\rho_{pr}} - \frac{1}{\rho_r} \right)$$

$$\text{or } (P_2 - P_0) = \frac{P_s}{|g|}$$

$$\text{Donc } V_\xi \times \frac{g}{|g|} = \frac{P_s}{|g|} \times \left(\frac{1}{\rho_{pr}} - \frac{1}{\rho_r} \right)$$

$$\Leftrightarrow V_\xi = \frac{P_s}{g} \times \left(\frac{1}{\rho_{pr}} - \frac{1}{\rho_r} \right)$$

$$\Leftrightarrow \boxed{V_\xi = M_s \times \left(\frac{1}{\rho_{pr}} - \frac{1}{\rho_r} \right)} \quad [20]$$

On vérifie alors aisément que la porosité (V_ξ/V_{total}) non saturée par le pétrole, que l'on pourrait appeler "porosité insaturée" s'écrit :

$$\boxed{\text{porosité insaturée} = \rho_{as} \cdot \left(\frac{1}{\rho_{pr}} - \frac{1}{\rho_r} \right) \quad [21]}$$

$$\cdot D_{as} \cdot \left(\frac{1}{D_{pr}} - \frac{1}{D_r} \right)$$

Commentaires :

En prenant , par exemple, le cas courant d'un sol de masse volumique réelle sèche $\rho_r = 2.6$, on obtient

$$\text{porosité insaturée} = \rho_{as} \times \left(\frac{1}{\rho_{pr}} - 0.385 \right)$$

D'autre part, d'après les égalités suivantes :

$$\text{porosité totale} = 1 - \rho_{as}/\rho_r \quad (\text{par définition})$$

$$\text{porosité apparente} = 1 - \rho_{as}/\rho_{pr} \quad [19]$$

$$\text{porosité insaturée} = \rho_{as}(1/\rho_{pr} - 1/\rho_r) \quad [21]$$

On retrouve aisément l'égalité, intuitivement évidente :

$$\text{porosité totale} = \text{porosité insaturée} + \text{porosité apparente.}$$

Par ailleurs, si l'on arrivait à s'assurer :

- d'une parfaite saturation des pores ouverts
- d'une non saturation des pores fermés
- d'une non-perturbation mécanique des pores fermés

la porosité "insaturée", que l'on peut calculer par cette méthode et par la connaissance de la masse volumique réelle sèche, correspondrait à la porosité fermée.

Enfin, la possibilité de mesurer en continu les variations de la poussée d'Archimède grâce à une balance électronique permettent de se demander s'il n'est pas intéressant d'étudier, en conditions expérimentales bien définies, le *comportement dynamique du dégazage*, afin d'étudier la diminution au cours du temps de la porosité insaturée lors de la saturation de la motte. En effet, en fixant un certain nombre de variables (forme et taille de l'échantillon; nature du liquide d'immersion, valeur de dépression de l'atmosphère au dessus du liquide d'immersion fixée avant l'immersion, température, ...) on peut ainsi théoriquement accéder à un paramètre dynamique qui ne varie a priori qu'en fonction :

- de la configuration de l'espace poral
- et de la nature du solide déterminant le type d'interactions solide/air et solide/liquide.

Ce paramètre pourrait être défini, par exemple, comme suit :

$$\frac{\Delta V_{\xi}}{\Delta \text{temps}} \quad \text{ou bien encore} \quad \frac{\Delta \text{porosité insaturée}}{\Delta \text{temps}}$$

▷ 8°) Estimation du biais de ressuyage , formulation plus générale de la porosité et calcul d'incertitudes .

8.1. Calcul du biais introduit indirectement par les capsules enrobées d'un film de pétrole.

L'expérience a montré qu'un biais important pouvait être introduit, dans certaines conditions de ressuyage insuffisant, par un film de pétrole excédentaire, persistant notamment autour des capsules contenant les mottes. Dans ce cas, les formules développées précédemment ne suffisent plus pour calculer la porosité et il faut alors tenir compte du volume correspondant à ce film de pétrole. La formule ci dessous de calcul de la porosité est plus générale que les formules citées précédemment :

$$\text{porosité non biaisée} = \frac{\Delta PA + \mu - PltC}{\Delta PB - PltC}$$

Soit $PltC$ le poids de ce volume de pétrole excédentaire. On peut montrer, à partir des formules développées dans les pages précédentes que les porosités s'écrivent en fait :

où $\Delta PA = P4 - P2$; $\Delta PB = P3 - P1$;

μ = terme complémentaire lié à la porosité résiduelle non saturée par le pétrole par définition, $\mu = 0$ pour la porosité "apparente")

pour la porosité réelle, μ s'écrit comme ci-dessous :

$$\mu = \rho_{pl} \xi \left(V \xi \times \frac{g}{|g|} \right)$$

et $V \xi$ = porosité non saturée par le pétrole

Si $PltC$ est différent de 0, alors le terme $\frac{\Delta PA + \mu}{\Delta PB}$ ne représente pas la porosité effective, mais une "porosité biaisée".

Et si l'on définit le biais absolu comme suit :

$$\text{Biais absolu} = \text{Porosité biaisée} - \text{Porosité effective}$$

on peut montrer, toujours à partir des formules des pages précédentes, que ce biais s'écrit, dans tous les cas (pour la porosité "apparente" , comme pour la porosité réelle) :

$$\text{Biais absolu} = \text{Porosité biaisée} - \text{Porosité non biaisée} = (1 - \text{Porosité biaisée}) \times \left(\frac{\text{volume du film de pétrole}}{\text{volume de la motte de sol}} \right)$$

Cette formule montre que le biais se traduit par une tendance à la surestimation systématique de la porosité (le biais est toujours nécessairement positif ou nul). Il est proportionnel au volume du film de pétrole, et inversement proportionnel au volume de la motte. Enfin, il est plus faible pour les fortes porosités (cf graphique page suivante).

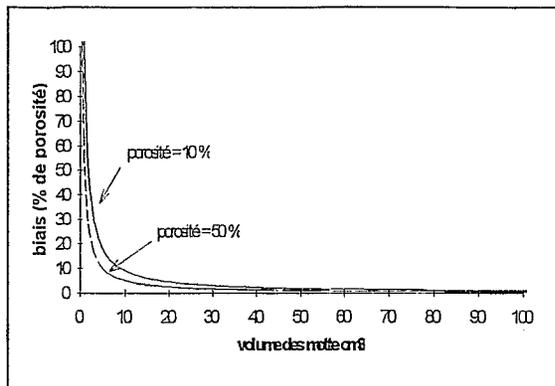


fig. Biais absolu induit par le ressuyage (en % de porosité) en fonction du volume des mottes (en cm³).
Volume de pétrole excédentaire = 1 cm³.

8.2. Calcul de l'incertitude absolue sur la porosité apparente non biaisée

L'incertitude absolue dépend des incertitudes sur les différents termes intervenant dans le calcul de la porosité non biaisée :

$$\text{Porosité}\% = \frac{P_4 - P_2 - P_{fc}}{P_3 - P_1 - P_{fc}}$$

Soit

volmotte = volume total de la motte

ΔP = incertitude absolue sur une pesée

fp = poids de pétrole excédentaire non ressuyé

Δfp = incertitude absolue sur le poids de pétrole excédentaire non ressuyé

ρp = masse volumique du pétrole

On peut montrer que :

$$\Delta \text{Porosité}\% = (100 + \text{porosité}\%) \times \left(\frac{2 \Delta P + \Delta P_{fc}}{P_3 - P_1 - P_{fc}} \right)$$

soit encore :

$$\begin{aligned} \Delta \text{Porosité}\% &= (100 + \text{porosité}\%) \times \left(\frac{2 \Delta P + \Delta P_{fc}}{\rho p \times \frac{g}{|g|} \times \text{volmotte}} \right) \\ &= \frac{(100 + \text{porosité}\%)}{\rho p \times \frac{g}{|g|}} \times \left(\frac{2 \Delta P + \Delta P_{fc}}{\text{volmotte}} \right) \end{aligned}$$

Par ailleurs, bien évidemment : $0 \leq \text{Porosité}\% \leq 100$

D'où l'inégalité suivante :

$$\frac{(100)}{\rho p \times \frac{g}{|g|}} \times \left(\frac{2 \Delta P + \Delta P_{fc}}{\text{volmotte}} \right) \leq \Delta \text{Porosité}\% \leq \frac{(200)}{\rho p \times \frac{g}{|g|}} \times \left(\frac{2 \Delta P + \Delta P_{fc}}{\text{volmotte}} \right)$$

Ces formules montrent que l'incertitude absolue sur la porosité non biaisée est

- → fonction croissante de la porosité

- → proportionnelle à la précision des pesées et à l'incertitude sur la quantité de pétrole excédentaire;

- → inversement proportionnelle au volume de la motte et à la densité du pétrole (un liquide plus dense aurait tendance à faire diminuer l'incertitude absolue).

On voit également qu'en connaissant ΔP (incertitude absolue sur la pesée) et ΔP_{fc} (incertitude absolue sur le volume de pétrole excédentaire non ressuyé), il est possible de déterminer le volume minimum des mottes susceptible de fournir une fourchette d'incertitude donnée. Par exemple, si $\Delta P = 0.01$ et $\Delta P_{fc} = 0.15$, alors les mottes

devraient avoir un volume de 20 à 35 cm³ pour que l'incertitude absolue sur la porosité n'excède pas 1 centième de porosité.

▷ 9°) Application à une série de mesures de mise au point

Pour les résultats figurant ci dessous, la saturation en pétrole des échantillons a été effectuée en atmosphère de pétrole après dépressurisation à 300 mmbar. Le temps d'imprégnation du pétrole a été de 30 minutes. Les différentes pesées (P0, P1, P2, P3 et P4) ont été effectuées selon le protocole proposé dans les pages précédentes. Les capsules contenant les mottes de terre étaient constituées de morceaux de tuyau de 4 cm de diamètre en PVC sur lesquels un grillage de nylon avait été collé. Les calculs ont été vérifiés deux fois de suite, à l'aide d'un tableur (Microsoft EXCEL), puis à l'aide d'un petit programme rédigé sous le gestionnaire de bases de données Paradox.

On a d'abord testé la reproductibilité de la méthode sur deux agrégats de porosité visiblement différente et subdivisés chacun en 3 échantillons (pseudo répétitions), ainsi que sur des bulleurs d'aquarium en silice, à porosité stable. Pour ces derniers, il s'agit de l'ensemble du protocole qui a été répété sur le même échantillon (répétitions vraies). Le tableau suivant résume les résultats de ces tests préliminaires.

	Porosité moy	minim um	maxim um	variation abs	variation rel	nb répétitions
agrégat 1	45	43	47	± 2	± 4,45%	1 x 3 ech.
agrégat 2	62	59	66	± 4	± 6,45%	1 x 3 ech.
bulleur 1	40.1	39.7	40.38	± 0.3	± 0,7%	6 x 1 ech.
bulleur 2	31.16	30.94	31.56	± 0.4	± 1,28 %	6 x 1 ech.

On constate une excellente reproductibilité des mesures pour les bulleurs (répétitions vraies sur des échantillons à porosité fixe) : les écarts relatifs à la moyenne sont inférieurs à 1,5 %. Une dispersion sensiblement plus importante des résultats est observée sur les pseudo répétitions (écarts relatifs à la moyenne atteignant 6,5 %). Il fut alors noté que le protocole de mesure différait légèrement dans les deux cas : pour les mesures sur agrégats, des capsules étaient utilisées, ce qui n'était pas le cas pour les bulleurs d'aquarium qui étaient suffisamment rigides pour être suspendus directement au bout d'un filin. Cependant, on attribua surtout la plus grande dispersion des mesures sur agrégats à la variabilité de la porosité au sein d'un même agrégat.

Après avoir mis en oeuvre le protocole sur une série de 60 échantillons provenant du Togo, les porosités calculées sont apparues comme étant anormalement élevées. En effet, une moyenne de 48 pourcent de porosité a d'abord été obtenue à l'aide de la formule porosité apparente = $P4 - P2 / P3 - P1$ (écart type = 5,45 pourcent; CV = 11 %). Or, l'emploi sur le même site de prélèvement de la méthode dite "méthode au cylindre" avait fourni des valeurs de porosité nettement plus faibles sur des échantillons d'environ 400 cm³ (moyenne de 33 pourcent pour 57 échantillons; écart type = 5; CV = 16 %). Ce fait avait tout lieu de surprendre car on s'attendait, au contraire, à une diminution de la porosité totale avec la diminution du volume de l'échantillon (MONNIER & AL., 1973). *L'existence d'un biais systématique inhérent à la manipulation a donc été supposé.*

Compte tenu du caractère apparemment "optimiste" de ce biais, le ressuyage par gravité a été mis en cause. Une prise en compte du volume de pétrole retenu par la capsule après ressuyage a été effectuée par calcul de la différence entre les résultats des poussées d'Archimède sur les capsules sèches et ceux des poussées d'Archimède sur les

mêmes capsules ressuyées . Il est apparu qu'un volume non négligeable d'environ 0.7 cm³ subsistait systématiquement autour des capsules utilisées. Compte tenu de la surface de celles-ci (que l'on peut estimer à 50 cm²), ceci correspondrait à un film de pétrole de l'ordre de 0.15 millimètres d'épaisseur (épaisseur fournie uniquement à titre indicatif, et n'entrant pas dans le calcul du biais proprement dit). Une deuxième série de mesure de contrôle a indiqué des volumes de pétrole retenus par les capsules qui étaient inférieurs de 15 % en moyenne à ceux de la première série de mesure (le temps de ressuyage aurait, en moyenne, très légèrement augmenté à cette occasion). Le volume de pétrole retenu par les capsules est donc apparu comme étant entaché d'incertitude. Faute de véritables données statistiques à ce sujet, l'incertitude relative sur le volume de pétrole excédentaire a été évaluée à cette valeur de 15%.

Le volume de pétrole retenu par chaque capsule au cours de chacune des 60 mesures de porosité a ensuite été calculé. Le calcul du biais a été effectué selon la formule donnée dans les pages précédentes. La prise en compte du biais ramène la moyenne des porosités apparentes de 47 à 40 %. Cette valeur se rapproche de la valeur de 33 % obtenue par la méthode au cylindre. On notera qu'elle reste encore sensiblement plus élevée, ce qui pourrait encore indiquer une sous-estimation du volume de pétrole excédentaire (existence possible d'un film de pétrole excédentaire sur la motte proprement dite, ou constitution d'un ménisque de rétention du pétrole entre la capsule et la motte).

Quoi qu'il en soit, sur les mottes analysées au laboratoire, le biais de ressuyage peut s'avérer très sensible lorsqu'il est introduit dans le calcul de la porosité : par exemple, pour une capsule de 50 centimètres carré de surface et une motte de 3,25 cm³, *il est apparu qu'un film de pétrole de l'ordre de 0.16 millimètres d'épaisseur couvrant la capsule introduisait une surestimation absolue de l'ordre de 14 pourcent de porosité, soit une porosité biaisée de 42 % pour une porosité "effective" de 28 % (cf tableau ci après).*

Surface capsule cm ²	Epaisseur film pétrole estimée mm	Volume de la motte cm ³	Porosité biaisée par le film % (A)	Porosité corrigée % (B)	Biais absolu % (A-B)
50 cm ²	0.16 mm	3.25 cm ³	42.22 %	28.35%	+ 13.87%

La valeur de porosité biaisée par un ressuyage trop ménagé est donc généralement inacceptable, et il convient, en première approximation, de la corriger par le calcul systématique du biais.

Une fois ce biais estimé, l'incertitude absolue sur la porosité apparente non biaisée peut être évaluée à l'aide des formules développées précédemment

Dans les conditions de l'expérience, on a :

$$\begin{aligned} \Delta P &= 0.01 \\ \rho_{p/l} &= 0.7816 \\ \frac{\Delta P}{P} &= 0.15 \text{ (valeur déterminée expérimentalement sur 3 séries de 16 capsules sèches/ressuyées)} \end{aligned}$$

On obtient, en tenant compte des unités (grammes, centimètres cubes) :

$$1.279 \times \left(\frac{2 + 15fp}{volmotte} \right) \leq \Delta_{porosité}\% \leq 1.279 \times \left(\frac{4 + 30fp}{volmotte} \right)$$

L'incertitude absolue sur la porosité non biaisée varie surtout, dans ces conditions, en fonction de la quantité de pétrole excédentaire non éliminé au cours du ressuyage.

Avec le type de capsules utilisées, la quantité de pétrole excédentaire s'avère être en moyenne de 0.7 g. D'où l'estimation moyenne suivante de l'incertitude absolue sur la porosité :

$$\frac{20}{volmotte} \leq \Delta_{porosité}\% \leq \frac{35}{volmotte}$$

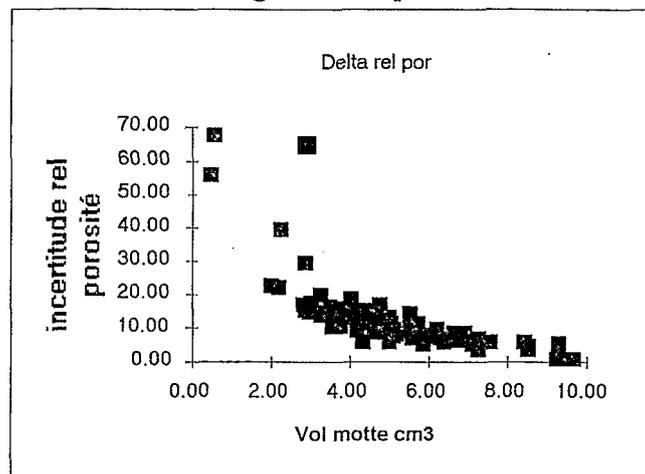
On en déduit qu'avec le type de capsules utilisé, les mottes auraient du avoir un volume de 20 à 35 cm³ pour que l'incertitude absolue sur la porosité n'excède pas 1 centième de porosité.

En revanche, lorsque les échantillons ne sont pas placés dans des capsules (c'est le cas des bulleurs d'aquarium témoins), le calcul des incertitudes indique une précision sur la porosité tout à fait satisfaisante (incertitude absolue de l'ordre de 0.4 centièmes de porosité; incertitude *relative* sur la porosité de l'ordre de 1%). En outre, ce calcul d'incertitude donne des valeurs très proches de celles de la dispersion expérimentale obtenue lors des répétitions effectuées en phase de test préliminaire. Ceci semble indiquer que le calcul d'incertitude effectué prend bien en compte la majeure partie des paramètres qui entrent en ligne de compte.

Le graphe ci dessous illustre l'importance du volume des mottes sur l'incertitude relative de la mesure au cours de cette expérience. Il révèle également que ce volume est, dans l'ensemble, insuffisant.

La formule développée ensuite précise que si le poids de pétrole excédentaire et la porosité varient peu d'un échantillon à l'autre, alors l'incertitude relative sur la porosité apparente est une fonction inverse (à un coefficient près) du volume de la motte.

Graphe semi expérimental de l'incertitude relative sur la porosité en fonction du volume des mottes.



NB : Expression de la fonction incertitude relative porosité = f(volume motte, porosité, pétrole excédentaire)

$$\frac{\Delta \text{porosité apparente}^{\theta_0}}{\text{porosité apparente}^{\theta_0}} \times 100 = \frac{100}{\rho_{pl} \times \frac{g}{|g|}} \times \left(\frac{100}{\text{porosité apparente}^{\theta_0}} + 1 \right) \times \left(\frac{2\Delta P + \left(\frac{\Delta P_{fc}}{P_{fc}} \times P_{fc} \right)}{\text{volmotte}} \right)$$

ρ_{pl} = masse volumique du pétrole = constante

$\frac{g}{|g|}$ = constante = 1 m s²

ΔP = incertitude absolue pesées constante ≈ 0.01 gm s²

P_{fc} = poids de pétrole excédentaire = variable estimée expérimentalement en fonction de la capsule

$\frac{\Delta P_{fc}}{P_{fc}}$ = incertitude relative ressuyage = constante estimée par dispersion expérimentale de $P_{fc} \approx 0.15$

soit encore, en posant

$$\alpha = \frac{100}{\rho_{pl}} = \text{constante} (M^{-1} L^2 T^{-2})$$

$$\beta = \frac{\frac{g}{|g|} \times \rho_{pl}}{\Delta P_{fc}} = \text{constante}$$

$$\gamma = 2\Delta P = \text{constante} (M L T^{-2})$$

$$\frac{\Delta \text{porosité apparente}^{\theta_0}}{\text{porosité apparente}^{\theta_0}} \times 100 = (\alpha \beta P_{fc} + \alpha \gamma) \times \frac{1}{\text{volmotte}} \times \left(1 + \frac{100}{\text{porosité apparente}^{\theta_0}} \right)$$

$\alpha \gamma = 127.9$

$\beta = 0.15$

$\gamma = 0.02$

$$\frac{\Delta \text{porosité apparente}^{\theta_0}}{\text{porosité apparente}^{\theta_0}} \times 100 \approx (20 P_{fc} + 2.6) \times \frac{1}{\text{volmotte}} \times \left(1 + \frac{100}{\text{porosité apparente}^{\theta_0}} \right)$$

▷ 10°) Conclusion

Dans le cadre de l'expérience de mise au point présentée, la première phase du protocole (saturation en pétrole sous vide après dépressurisation en atmosphère de pétrole) ainsi que les pesées sous poussée d'Archimède n'ont pas posé de problèmes particuliers. Elles assurent une bonne reproductibilité des mesures sur des témoins à porosité fixe, et dans une moindre mesure sur des fractions d'un même échantillon de terre. Avec une balance précise à 0.01 g, la précision des pesées s'avère suffisante et entre pour une faible part dans l'incertitude absolue sur la porosité dès lors que le volume de la motte est supérieur ou égal à 2,5 cm³ (cette part est alors toujours inférieure à 1 pourcent de porosité).

En revanche, il peut exister un biais au ressuyage conduisant à une surestimation systématique de la porosité. Dans l'expérience décrite, le biais de ressuyage s'avère essentiellement induit par les capsules contenant les mottes et ayant conservé un film de pétrole de l'ordre du dixième de millimètre après ressuyage. En même temps, le volume des mottes apparaît insuffisant par rapport au pétrole excédentaire. En effet, le biais introduit est proportionnel au volume de pétrole excédentaire, et inversement proportionnel au volume des mottes.

Si ce biais de ressuyage peut être estimé à partir de mesures expérimentales sur le volume de pétrole excédentaire, il s'avère que la part de l'incertitude sur la porosité apparente attribuable à l'incertitude sur ce volume de pétrole reste élevée dès lors que le volume des mottes est faible.

Dans la série de mesures effectuée, le volume moyen des mottes n'était que de l'ordre de 5 cm³, pour des raisons de contenance des capsules. De ce fait, l'incertitude absolue sur la porosité apparente s'est révélé être en moyenne de 5 centièmes de porosité (4 ± 2 centièmes en excluant des 93 échantillons traités deux échantillons "poudreux" aux réponses nettement anormales). L'incertitude relative moyenne sur la porosité est de l'ordre de 12 %. De plus, la dispersion des valeurs d'incertitude autour de ces moyennes est importante, puisque le coefficient de variation sur l'incertitude absolue est de l'ordre de 50 %.

Dans l'exemple étudié, on voit donc qu'à cause d'un volume de mottes trop faible et d'un ressuyage trop ménagé, on ne peut utiliser les résultats obtenus pour une caractérisation très précise de la porosité. Ceci exclut alors la réalisation de profils de porosité fiables dans des sols où cette porosité varie très progressivement.

Le protocole lui même n'est cependant pas à mettre en cause. En effet, en conditions contrôlées, il ne semble pas très difficile d'aboutir à une amélioration sensible de la précision des résultats. Pour minimiser l'importance du biais de ressuyage et surtout l'importance de son incertitude, on peut assez facilement jouer sur les paramètres suivants :

1°) Le volume de pétrole excédentaire dû à un ressuyage imparfait :

Même si la valeur de ce volume peut être estimée convenablement, on doit avant tout s'efforcer de le minimiser car son incertitude intervient dans le calcul des incertitudes sur la porosité. Pour cela, on pourrait :

- a) travailler avec des capsules de contenance suffisante (> 20 cm³) mais dont la forme permet de développer une faible surface. L'emploi de capsules peu mouillables par le pétrole est à étudier (les capsules en PVC, produit dérivé du pétrole, semblent à ce titre à déconseiller)..

- b) définir plus précisément le protocole de ressuyage (sans pour autant assécher les mottes);
- c) travailler très préférentiellement sans capsules pour les mottes résistantes, et ce surtout pour les mottes de petite dimension (suspension directe par un fil).

2°) Le volume des mottes de terre :

L'augmentation du volume des mottes constitue en fait le paramètre prépondérant pour s'assurer systématiquement d'une bonne précision de la méthode, car il permet à la fois de diminuer la valeur du biais de ressuyage et son incertitude.

Ce volume doit être optimisé à l'aide des formules développées précédemment sur les biais et sur les incertitudes. On veillera toutefois à ne pas utiliser des mottes trop volumineuses qui poseraient des problèmes de saturation par le pétrole. On peut en revanche envisager de placer simultanément dans une même capsule plusieurs mottes issues du même échantillon.

Dans les conditions de l'expérience réalisée (même type de capsule, même mode de ressuyage), le calcul montre que le seul fait d'augmenter le volume de mottes autour de 20 à 30 cm³ peut permettre:

- de minimiser considérablement l'influence du biais de ressuyage : dans un exemple cité, le biais absolu de porosité apporté indirectement par les capsules (+ 14 pourcent de porosité) aurait été réduit à 4.5 pourcent de porosité en prenant une motte de 10 cm³, et à 1.5 pourcent de porosité sur un volume de motte de 30 cm³.
- d'obtenir une incertitude absolue sur la porosité non biaisée inférieure à 1 centième de porosité.

Plus difficilement, un troisième paramètre pourrait éventuellement être modifié : la densité du liquide d'immersion. En effet, on a vu que l'augmentation de la densité du liquide permet de réduire proportionnellement les incertitudes. Mais il n'apparaît pas évident de pouvoir trouver un liquide à la fois dense, suffisamment mouillant, et ne modifiant pas la structure des mottes (l'eau, du reste guère plus dense que le pétrole, est exclue puisqu'elle déstabilise considérablement les mottes dans la phase d'imbibition).

On notera enfin que si les manipulations de laboratoire sont relativement simples et rapides dans le cadre du protocole choisi, les divers calculs qui s'ensuivent peuvent s'avérer fastidieux sur des séries répétées de mesures. En effet, le biais de ressuyage et les incertitudes sur la porosité ne sont pas des constantes mais des fonctions relativement complexes des pesées. De tels calculs doivent cependant être impérativement introduits pour obtenir au préalable des estimations correctes du volume de motte optimal, et à posteriori une évaluation juste du biais de ressuyage, et des incertitudes sur la masse volumique apparente, la masse volumique pseudo-réelle, et la porosité. Afin de pouvoir contrôler le mode de calcul et les différentes variables introduites, puis simplifier la phase de calcul proprement dite, il semble donc préférable de l'automatiser à l'aide d'un petit programme informatique (nous avons d'ailleurs été rapidement conduits à élaborer un tel programme à partir des données recueillies et des formules développées).

Ouvrages à consulter :

AUDRY (P.), COMBEAU (A.), HUMBEL (F.X.), ROOSE (E.), VIZIER (J.F.) - 1973 - *Essai sur les études de dynamique actuelle des sols. Définitions. Méthodologies. Techniques. Limitations actuelles.* ORSTOM, Paris, 190 p.

CHAMAYOU (H.), LEGROS (J.P.) - 1989 - *Les bases physiques, chimiques et minéralogiques de la science du sol.* Coll. techniques vivantes. P.U.F ed. Paris. 593 p.

HILLEL (D.) - 1974 - *L'eau et le sol. Principes et processus physiques.* Vander ed. Louvain. 288 p.

MUSY (A.), SOUTTER (M.) - 1991 - *Physique du sol.* Coll. Gérer l'environnement. 335 p.

Biblio complémentaire :

MONNIER (G.), STENGEL (P.) & FIES (J.C).1973. Une méthode de mesure de la densité apparente de petits agglomérats terreux. Application à l'analyse des systèmes de porosité du sol. INRA. Ann. agron., 24(5), 533-545.

ANNEXE : RESULTATS OBTENUS DANS LE CADRE D'UNE EXPERIENCE DE MISE
AU POINT

1. Quelques résultats intermédiaires (les calculs sont ici effectués à l'aide d'un petit programme sous SGBD PARADOX, à partir des formules générales développées et d'un petit utilitaire de calcul statistique (également programmé sous PARADOX))

Variable	Incertitude absolue de la porosité apparente préalablement corrigée du biais de ressuyage (en % de porosité)
Nombre de valeurs prises en compte	93
valeur Mini	.3477898939875
valeur Maxi	69.6875
Moyenne	4.895361681687
Variance population	62.85905492781
Variance échantillon	63.54230552485
Ecart type population	7.928370256730
Ecart type échantillon	7.971342767994
Coeff Variation population %	161.9567822003
Coeff Variation échantillon %	162.8346031676
Intervalle réel données pour D. Freq	.3477898939875 à 69.6875
Intervalle choisi pour D. Freq	.3 à 70
Amplitude classes complètes pour D. Freq	1
Nombre de classes pour D. Freq	71
Borne inf classes complètes pour D. Freq	.65
Borne sup classes complètes pour D. Freq	69.65

Variable	Biais de porosité lié à l'excédent de pétrole (% de porosité)
Nombre de valeurs prises en compte	92
valeur Mini	0
valeur Maxi	24.29769392033
Moyenne	7.975802211106
Variance population	23.55235268692
Variance échantillon	23.81116974941
Ecart type population	4.853076620755
Ecart type échantillon	4.879669020478
Coeff Variation population %	60.84750464344
Coeff Variation échantillon %	61.18091812361
Intervalle réel données pour D. Freq	0 à 24.29769392033
Intervalle choisi pour D. Freq	0 à 25
Amplitude classes complètes pour D. Freq	2.5
Nombre de classes pour D. Freq	10
Borne inf classes complètes pour D. Freq	0
Borne sup classes complètes pour D. Freq	25

Variable Part absolue des pesées dans
l'incertitude absolue sur la
porosité (% de porosité)

Nombre de valeurs prises en compte	93
valeur Mini	.3477898939875
valeur Maxi	12.5
Moyenne	.9341245549975
Variance population	1.951331124836
Variance échantillon	1.972541245758
Ecart type population	1.396900542213
Ecart type échantillon	1.404471874321
Coeff Variation population %	149.5411436023
Coeff Variation échantillon %	150.3516706425
Intervalle réel données pour D. Freq	.3477898939875 à 12.5
Intervalle choisi pour D. Freq	.3 à 15
Amplitude classes complètes pour D. Freq	1
Nombre de classes pour D. Freq	16
Borne inf classes complètes pour D. Freq	.65
Borne sup classes complètes pour D. Freq	14.65

Variable Volume motte cm³

Nombre de valeurs prises en compte	93
valeur Mini	.4605936540429
valeur Maxi	9.659672466734
Moyenne	5.371941757189
Variance population	4.700969567465
Variance échantillon	4.752067062764
Ecart type population	2.168171941398
Ecart type échantillon	2.179923636911
Coeff Variation population %	40.36104707383
Coeff Variation échantillon %	40.57980773886
Intervalle réel données pour D. Freq	.4605936540429 à 9.659672466734
Intervalle choisi pour D. Freq	0 à 10
Amplitude classes complètes pour D. Freq	1
Nombre de classes pour D. Freq	10
Borne inf classes complètes pour D. Freq	0
Borne sup classes complètes pour D. Freq	10

Variable Estimation de l'épaisseur de pétrole non ressuyé (mm)

Nombre de valeurs prises en compte	93
valeur Mini	0
valeur Maxi	.1919140225179
Moyenne	.1314095156337
Variance population	.0031430021667
Variance échantillon	.0031771652337
Ecart type population	.0560624844860
Ecart type échantillon	.0563663484162
Coeff Variation population %	42.66242380979
Coeff Variation échantillon %	42.89365815283
Intervalle réel données pour D. Freq	0 à .1919140225179
Intervalle choisi pour D. Freq	0 à .2
Amplitude classes complètes pour D. Freq	.02
Nombre de classes pour D. Freq	10
Borne inf classes complètes pour D. Freq	0
Borne sup classes complètes pour D. Freq	.2

2 tableaux des résultats finaux

<i>Echant.</i>	<i>Rép</i>	<i>Manip</i>	<i>Da</i>	<i>Dr</i>	<i>Por app %</i>	<i>delta abs por</i>	<i>delta rel por</i>
témoin1	1	1	1.55	2.58	40	0.39	0.97
01H01	1	1	1.76	3.12	44	6.45	14.77
01H02	1	1	1.74	3.06	43	3.79	8.78
01H03	1	1	1.84	2.97	38	3.59	9.38
01H04	1	1	1.81	3.41	47	2.77	5.90
01H05	1	1	1.79	2.94	39	3.05	7.81
01H06	1	1	1.74	2.82	38	4.85	12.64
01H07	1	1	1.65	3.16	48	4.83	10.12
01H08	1	1	1.69	3.29	49	4.21	8.65
témoin2	1	2	1.60	2.32	31	0.35	1.12
02H01	1	2	2.48	3.90	125	69.69	55.75
02H02	1	2	2.74	3.58	23	9.24	39.44
02H03	1	2	2.09	3.47	40	3.52	8.82
02H04	1	2	2.09	3.68	43	7.39	17.08
02H05	1	2	2.27	3.83	41	9.12	22.41
02H06	1	2	1.97	3.35	41	5.25	12.78
03H01	1	2	1.68	3.14	47	2.70	5.79
03H02	1	2	2.59	4.16	38	8.59	22.85
témoin1	2	3	1.54	2.59	40	0.39	0.95
03H03	1	3	1.73	3.00	42	6.73	15.83
03H04	1	3	1.70	3.25	48	3.22	6.75
03H05	1	3	1.70	2.94	42	2.87	6.81
03H06	1	3	1.65	3.12	47	1.64	3.50
04H01	1	3	1.54	2.78	45	2.87	6.42
04H02	1	3	2.10	2.82	25	7.42	29.16
04H03	1	3	1.77	2.92	39	4.93	12.53
04H04	1	3	1.86	3.00	38	4.97	13.07
témoin2	2	4	1.61	2.33	31	0.35	1.12
04H05	1	4	1.74	2.91	40	4.22	10.44
04H06	1	4	1.73	2.88	40	3.38	8.45
04H07	1	4	1.62	2.90	44	2.38	5.39
05H01	1	4	1.49	2.71	45	2.93	6.51
05H03	1	4	1.90	2.93	35	4.79	13.58
05H04	1	4	1.78	2.94	40	5.43	13.70
05H05	1	4	1.69	3.11	45	3.36	7.39
05H06	1	4	1.62	3.04	47	4.94	10.57
témoin1	3	5	1.54	2.58	40	0.38	0.95
06H01	1	5	1.66	3.08	46	7.15	15.47
06H02	1	5	1.77	2.92	39	2.95	7.48
06H03	1	5	1.79	2.80	36	2.12	5.90
06H04	1	5	1.89	3.13	40	1.33	3.37
06H05	1	5	1.88	2.99	37	3.65	9.79
06H06	1	5	1.81	2.83	36	4.65	12.88
06H07	1	5	1.79	2.93	39	6.25	16.06
06H08	1	5	1.57	2.87	45	3.16	7.00
?006-02	1	6	2.22	2.86	22	3.14	14.06
témoin2	3	6	1.59	2.33	32	0.35	1.11
10H01	1	6	1.71	2.72	37	3.70	9.93

10H02	1	6	1.55	2.86	46	4.11	9.00
10H03	1	6	1.64	2.31	29	3.30	11.44
10H04	1	6	1.85	2.90	36	6.38	17.65
10H05	1	6	2.12	2.85	26	4.40	17.13
10H06	1	6	1.73	2.90	40	3.18	7.88
10H07	1	6	1.90	2.81	33	3.71	11.40
témoin1	4	7	1.54	2.58	40	0.39	0.96
10H08	1	7	1.91	2.79	31	2.78	8.86
10H09	1	7	2.20	3.13	30	3.73	12.57
10H10	1	7	1.81	2.87	37	3.06	8.30
10H11	1	7	1.89	3.00	37	2.23	6.04
11H01	1	7	1.61	2.79	42	2.55	6.03
11H02	1	7	1.74	2.77	37	4.94	13.27
11H03	1	7	1.73	2.89	40	6.62	16.50
11H04	1	7	2.08	2.95	30	3.63	12.27
SH100	1	8	1.59	2.69	41	2.83	6.95
SH200	1	8	1.60	2.71	41	2.16	5.28
témoin2	4	8	1.61	2.32	31	0.35	1.13
11H05	1	8	2.23	3.11	28	5.63	19.88
11H06	1	8	2.10	3.14	33	5.07	15.30
11H07	1	8	1.69	3.01	44	3.02	6.89
témoin1	5	9	1.54	2.58	40	0.39	0.96
07H01	1	9	1.67	2.93	43	3.99	9.30
07H02	1	9	1.65	2.85	42	2.03	4.79
07H03	1	9	1.83	3.17	42	5.74	13.61
07H04	1	9	2.58	3.13	18	2.22	12.65
07H05	1	9	2.03	3.36	40	5.24	13.26
07H06	1	9	1.67	2.83	41	4.71	11.52
08H01	1	9	1.55	2.84	45	4.52	10.00
08H02	1	9	1.53	2.78	45	3.00	6.71
témoin2	5	10	1.59	2.32	31	0.35	1.11
08H03	1	10	1.62	2.75	41	4.25	10.35
08H04	1	10	1.80	2.75	34	4.53	13.14
08H05	1	10	2.06	2.71	24	3.54	14.64
08H06	1	10	2.14	2.81	24	4.50	18.90
09H01	1	10	2.03	4.81	58	39.09	67.66
09H02	1	10	1.69	2.79	39	5.42	13.77
09H03	1	10	1.66	3.12	47	4.87	10.45
09H04	1	10	1.80	2.85	37	3.60	9.73
?006-02	2	11	2.50	2.76	10	6.17	64.49
?009-6m	1	11	1.96	2.88	32	4.91	15.45
témoin1	6	11	1.55	2.57	40	0.39	0.97
09H06	1	11	1.97	3.12	37	5.58	15.12
09H07	1	11	1.97	3.24	39	4.87	12.41
09H08	1	11	1.95	3.05	36	1.88	5.21

Commentaire : La plupart des résultats présentés ici sont entachés d'une incertitude non négligeable. Un certain nombre de résultats doivent être rejetés compte tenu d'incertitudes excessives. Ces résultats correspondent essentiellement aux cas où le volume de la motte est particulièrement faible

On notera que les témoins (bulleurs d'aquarium à porosité stable) présentent une très bonne répétitivité d'une série à l'autre de mesures, et que leurs porosité est connue avec une faible incertitude. Or, ces témoins ne sont pas disposés dans des capsules, mais simplement maintenus directement par une fixation. Ceci indiquerait que la principale source d'erreur dans l'expérience réalisée provient d'un ressuyage insuffisant des capsules.