



**HAL**  
open science

# Caractérisation par la mesure de perméabilité au gaz de l'endommagement mécanique et hydrique dans l'EDZ des argilites du Callovo-Oxfordien

Diansen Yang

► **To cite this version:**

Diansen Yang. Caractérisation par la mesure de perméabilité au gaz de l'endommagement mécanique et hydrique dans l'EDZ des argilites du Callovo-Oxfordien. Sciences de l'ingénieur [physics]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2008. Français. NNT: . pastel-00004660

**HAL Id: pastel-00004660**

**<https://pastel.hal.science/pastel-00004660>**

Submitted on 30 Jan 2009

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



ED n° 430 - Matériaux, Ouvrages, Durabilité, Environnement et Structures

*N°attribué par la bibliothèque*

|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|

## **T H E S E**

pour obtenir le grade de  
**Docteur de l'École des Mines de Paris**  
Spécialité “ Géologie de l'Ingénieur ”

présentée et soutenue publiquement par  
**Diansen YANG**

le 19 Septembre 2008

**Caractérisation par la mesure de perméabilité au gaz de l'endommagement  
mécanique et hydrique dans l'EDZ des argilites du Callovo-Oxfordien**

Devant un jury composé de :

Mme Véronique MERRIEN-SOUKATCHOFF

M. Dashnor HOXHA

M. Yu-Jun CUI

M. Vincent BARBIN

M. Kun SU

M. Jean TALANDIER

M. Joël BILLIOTTE

Rapporteur

Rapporteur

Président

Examineur

Examineur

Examineur

Examineur



## AVANT-PROPOS

Ce travail de thèse a bénéficié d'un support de l'ANDRA avec le financement de l'ARMINES et a été réalisé au sein de l'équipe de Géologie de l'Ingénieur et Géomécanique du Centre de Géosciences de l'Ecole des Mines de Paris.

Je tiens tout d'abord à remercier vivement à Monsieur Joël BILLIOTTE pour avoir accepté d'être directeur de ma thèse. C'est grâce à lui que ma thèse a été réalisée. Ses idées, sa grande curiosité, ainsi que sa disponibilité, son soutien et son aide avec patience et gentillesse tout au long de ces quatre années m'ont été très bénéfiques.

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à Monsieur Kun SU, mon conseiller scientifique, qui a suivi inlassablement l'évolution de mon travail. Ses précieux conseils, ses sérieux rédactions, son soutien sans faille, sa patience et ses encouragements m'ont permis de mener à bien ce travail.

J'adresse également tous mes remerciements à Madame Véronique MERRIEN-SOUKATCHOFF, Professeur à l'Ecole des Mines de Nancy, et Monsieur Dashnor HOXHA, Professeur de l'Université Orléans, qui m'ont fait l'honneur d'accepter d'être rapporteurs de ces travaux et m'ont apporté des critiques constructives.

Je voudrais exprimer ma gratitude à Monsieur Yu-Jun CUI, Professeur de l'Ecole des Ponts et Chaussées, qui a accepté de présider mon jury de thèse, et à Messieurs Vincent BARBIN, Professeur à l'Université de Reims, et Monsieur de Jean TALANDIER, ingénieur de l'Andra, qui ont accepté de participer au jury et de juger mon travail.

J'exprime aussi ma reconnaissance et mes remerciements à Monsieur Jean Alain Fleurisson, directeur du Centre d'Etudes Supérieures pour l'Exploitation des Carrières et des Mines à Ciel Ouvert à l'Ecole des Mines de Paris, qui m'avait donné toute l'aide possible.

Je remercie également l'ensemble du personnel du Centre de Géoscience (enseignants, chercheurs, thésards, techniciens, secrétaires) pour leur disponibilité et le soutien dont j'ai profité tout au long de mon séjour.

Un grand merci aussi à tous mes amis fidèles en Chine et en France pour leur amitié.

Enfin je voudrais adresser toute ma gratitude à mes parents pour leur soutien et pour m'avoir supporté et encouragé pendant ces années et je n'oublie pas ma femme Liu-Feng CHEN, qui m'a toujours épaulé avec son amour et sa patience.



## RESUME

Dans l'étude de faisabilité d'un stockage géologique profond des déchets radioactifs, les questions essentielles posées aux ingénieurs et chercheurs en géomécanique sont la stabilité des ouvrages pendant la période de réversibilité et la variation des propriétés de confinement de la roche hôte induite par le creusement des cavités et par le stockage lui-même. Le présent travail porte sur l'étude des propriétés de confinement vis-à-vis des gaz des argilites du Callovo-Oxfordien du site de Meuse/Haute-Marne, étudié par l'ANDRA depuis 1995, au voisinage d'un puits d'accès.

Un protocole de mesure de la perméabilité au gaz a été élaboré en prenant en compte la très faible perméabilité des argilites et les effets de désaturation. Les trajets de chargement mécanique et de pression de gaz ont été déterminés par rapport aux chargements *in situ*. Deux méthodes d'interprétation, une fondée sur une solution analytique simplifiée et l'autre sur une solution numérique, ont été utilisées pour déterminer la valeur de perméabilité au gaz.

Des mesures de la perméabilité au gaz sur des éprouvettes prélevées à différentes distances, de 0,1 à 12,5 m, de la paroi du puits d'accès au Laboratoire Souterrain de Meuse/Haute-Marne ont été effectuées pour caractériser l'endommagement mécanique induit suite au fonçage du puits. Les résultats obtenus sous une contrainte isotrope de 11 MPa sont compris entre  $10^{-21}$  et  $10^{-22}$  m<sup>2</sup> et ils ne présentent pas de variations significatives entre la zone potentiellement endommagée (éprouvette proximité à la paroi) et la zone présumée intacte (éprouvette à 12,5 m de la paroi). Ce résultat est cohérent avec les caractérisations de l'endommagement menées *in situ*. Sous chargement déviatorique, la variation des mesures de perméabilité est inférieure d'un ordre de grandeur par rapport à celle mesurée sous contrainte isotrope ; elle est donc peu significative compte tenu de la précision du dispositif de mesure.

Des éprouvettes jumelles d'argilites supposés intactes ont subi différents paliers hydriques à l'aide des solutions salines sursaturées (HR variant de 25 % à 98 %) pour constituer un cycle complet désaturation - resaturation. Pour chacune des valeurs du degré de saturation, des mesures de perméabilité ont été effectuées. La cinétique de désaturation, la courbe de rétention, les déformations hydriques ainsi que la fissuration hydrique des éprouvettes ont été mesurées et analysées. La valeur du coefficient de diffusivité hydrique déterminée d'après l'évolution de la masse des éprouvettes est estimée à  $5.10^{-10}$  m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>. La perméabilité au gaz mesurée des éprouvettes, sous un confinement de 5 MPa, augmente de  $10^{-21}$  m<sup>2</sup> à  $10^{-18}$  m<sup>2</sup> lorsque l'humidité relative à laquelle les éprouvettes ont été conditionnées varie de 98 % à 25 %. La perméabilité au gaz (k) et le degré de saturation (Sr) de la roche présentent une relation quasi-linéaire dans un repère log(k) - Sr. L'évolution de la perméabilité au gaz en fonction d'un déviateur de contraintes a aussi été étudiée pour différents degrés de saturation. Les résultats confirment que l'effet du déviateur de contraintes sur la perméabilité n'est pas significatif, même si le déviateur de contraintes dépasse le seuil d'endommagement et s'il est proche du seuil de rupture. Ces résultats ont été comparés à ceux obtenus par d'autres laboratoires utilisant des techniques différentes (Zhang 2007).

La déformabilité et la vitesse des ondes des éprouvettes d'argilites ont été suivies pendant les essais. La microstructure des argilites a été étudiée à l'aide de la porosimétrie au mercure. Les facteurs influençant la mesure de perméabilité tels que : l'effet Klinkenberg, la variation du degré de saturation pendant l'essai, la dissolution du gaz et le déplacement d'eau par le gaz, et surtout l'étanchéité du système, ont été abordés dans cette étude.

**Mots clés : Endommagement, EDZ, argilites, perméabilité au gaz, transfert au gaz, désaturation-resaturation**

## ABSTRACT

On the feasibility evaluation of nuclear waste storage in deep formations, the essential issues are as follows: the stability of underground structures over the reversible period, the influence of cavity excavation on geomechanical properties of the wall rock and the variation of those properties during the different phases while storage realization. The work presented here covers the investigations on the variation of geomechanical properties of the approximately 500 m deep MHM in France (mudstone in the departments of Meuse/Haute-Marne), chosen as a potential medium for nuclear waste disposal by ANDRA.

In order to measure the very low permeability of mudstone and to observe the dependency on saturation, a special test scheme on measurement of gas permeability has been developed. In the scheme, *in situ* referenced stresses have been chosen as the stresses acting on the solid matrix. The gas permeability has been determined with both analytical and numerical methods.

To estimate the mechanical damage of storage induced by the excavation, laboratory tests on gas permeability have been conducted on samples recovered from different locations situated at different distances from the wall of the main access shaft of the MHM (from 0,1 m to 12,5 m). Results of gas permeability obtained under an isotropic stress of 11 MPa vary between  $10^{-21}$  and  $10^{-22}$  m<sup>2</sup> and do not show significant variations between damaged zones (near the wall) and intact zones (sample located 12 m from the wall). The observations in laboratory tests coincide with *in situ* damage characterizations. The variation of gas permeability under the cycle of loading and unloading is an order less than the initial value under the isotropic stress. Taking into account the precision of the testing system, this variation is not significant.

The oviparous intact samples have been imposed different saturations by salt solutions (with a relative humidity from 25 % to 98 %) to form a cycle of de- and re-saturation. The water retention curve, the kinetic dehydration, the dehydration shrink and wetting crack in samples were measured and analyzed. The coefficient of hydraulic diffusion determined from the evolution of mass is about  $5 \cdot 10^{-10}$  m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>. The gas permeability (k) under the isotropic stress of 5 MPa increases from  $10^{-21}$  to  $10^{-18}$  m<sup>2</sup> when the imposed relative humidity decreases from 98 % to 25 %. A quasi-linear relation between log(k) and Saturation has been observed and mathematically formulated. The gas permeability as a function of deviator stress has also been studied and the results confirm that the effect of the deviator is not evident, even when the deviator exceeds the damage threshold. These results coincide with Zhang's observations on the same rock of MHM.

The deformation and the acoustics velocity of samples have been traced during the tests and the microstructure of mudstone has been studied with the method of mercury intrusion. The factors influencing the measure of gas permeability, such as the Klinkenberg effect, the variation of saturation during the tests, the dissolution of gas in water and the water transformation due to the gas pressure, especially the leak tightness of the testing system, have been discussed in the study.

**Keywords: damage, EDZ, mudstones of MHM, gas permeability, gas transfer, de- and re-hydration**



## SOMMAIRE

AVANT-PROPOS .....	i
RESUME .....	ii
ABSTRACT .....	iii
<b>Introduction générale .....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre 1 Etude bibliographique du transfert de gaz dans les roches argileuses en relation avec les phases d’excavation et de clôture d’un stockage souterrain .....</b>	<b>5</b>
<b>Introduction .....</b>	<b>5</b>
<b>1 Les problématiques liées à la réalisation du stockage .....</b>	<b>6</b>
1.1 La problématique d’endommagement mécanique .....	6
1.2 La problématique du transfert de gaz dans le stockage .....	6
<b>2 Notions fondamentales .....</b>	<b>8</b>
2.1 Notions liées aux écoulements multiphasiques non miscibles .....	8
2.2 Le potentiel de l’eau en milieu poreux et la succion .....	10
2.3 Les lois phénoménologiques de transfert en milieu poreux .....	12
2.3.1 Loi de Darcy pour un écoulement en milieu poreux saturé .....	12
2.3.2 Loi de Fick .....	14
2.3.3 Loi de Henry .....	14
<b>3 Caractérisation physique des argilites du Callovo-oxfordien .....</b>	<b>15</b>
3.1 Microstructure des argiles .....	17
3.2 Type de l’eau dans les matériaux argileux .....	18
3.3 Caractéristiques de l’espace poreux des argilites du Callovo-Oxfordien .....	20
<b>4 Transfert hydrique dans les argilites .....</b>	<b>24</b>
4.1 Effet mécanique des phénomènes de désaturation et de resaturation .....	24
4.1.1 Observations in situ .....	24
4.1.2 Observations sur échantillons .....	25
4.2 Mécanisme de transfert hydrique .....	27
4.3 Diffusivité hydrique .....	28
4.4 Courbe de rétention .....	32
<b>5 Transfert du gaz sous pression .....</b>	<b>33</b>
5.1 Transfert du gaz dissous .....	33
5.2 Transfert biphasique homogène (sans endommagement de la roche) .....	34
5.3 Transfert de gaz par microfissuration .....	36
5.4 Transfert par fracturation .....	37
5.5 La pression d’entrée de gaz .....	38
5.6 Synthèse .....	40
<b>6 Conclusions .....</b>	<b>40</b>
<b>Chapitre 2 Mesures de la perméabilité au gaz .....</b>	<b>43</b>
<b>Introduction .....</b>	<b>43</b>
<b>1 Les différentes méthodes de mesure de la perméabilité .....</b>	<b>44</b>
1.1 Méthodes en régime permanent .....	44
1.2 Méthode en régime transitoire .....	46
1.3 Autres méthodes de mesure ou d’évaluation de la perméabilité .....	48
<b>2 Mesure de la perméabilité au gaz par la méthode ‘Pulse test’ .....</b>	<b>49</b>
2.1 Le principe de ‘Pulse test’ .....	49

2.2	Equation générale de la diffusion du gaz dans l'échantillon .....	50
2.3	Solutions de l'équation .....	53
2.4	Optimisation des paramètres .....	55
<b>3</b>	<b>Dispositif expérimental de mesure de perméabilité .....</b>	<b>56</b>
<b>4</b>	<b>Interprétation de la perméabilité .....</b>	<b>58</b>
4.1	Méthode de Brace .....	58
4.2	Méthode des abaques numériques.....	59
4.3	La méthode d'inversion .....	60
<b>5</b>	<b>Validation du banc de mesure de perméabilité.....</b>	<b>61</b>
5.1	Etudes de l'étanchéité du système gaz.....	61
5.2	Prise en compte des effets thermiques et d'autres effets parasites .....	64
5.2.1	Correction liées à la variation de température .....	64
5.2.2	Correction liées au flux résiduel du système .....	65
<b>6</b>	<b>Conclusions.....</b>	<b>65</b>

<b>Chapitre 3</b>	<b>Caractérisation par la mesure de la perméabilité au gaz des éprouvettes d'argilites du champ proche d'un puits .....</b>	<b>67</b>
	<b>Introduction.....</b>	<b>67</b>
<b>1</b>	<b>La problématique de l'EDZ .....</b>	<b>68</b>
<b>2</b>	<b>Caractérisation in situ de l'EDZ autour du puits du LSMHM - Expérimentation REP.....</b>	<b>69</b>
2.1	Introduction de l'expérimentation REP .....	69
2.2	Comportement mécanique .....	71
2.3	Mesure de vitesse de propagation des ondes .....	73
2.4	Mesures de la pression interstitielle et de perméabilité .....	74
2.5	Synthèses des résultats in situ .....	76
<b>3</b>	<b>Caractérisation de l'endommagement sur éprouvettes.....</b>	<b>77</b>
3.1	Préparation des éprouvettes .....	78
3.2	Procédure d'essais.....	80
3.3	Résultats expérimentaux .....	82
3.3.1	Endommagement caractérisé par la perméabilité au gaz.....	82
3.3.1.1	Éprouvette EST20567-1, la plus éloignée de la paroi (12,45 m).....	83
3.3.1.2	Éprouvette EST20567-2, la plus éloignée de la paroi (12,51 m).....	87
3.3.1.3	Éprouvette EST20512-1, la plus proche de la paroi (0,45 m).....	89
3.3.1.4	Éprouvette EST20512-2, la plus proche de la paroi (0,52 m).....	91
3.3.1.5	Éprouvette EST20512-3, la plus proche de la paroi (0,59 m).....	93
3.3.1.6	Éprouvette EST20514-1, proximité immédiate de la paroi (0,10 m).....	94
3.3.1.7	Synthèse .....	95
3.3.2	Caractérisation d'endommagement mécanique par la déformabilité.....	97
3.3.2.1	Éprouvette EST20567-1, la plus éloignée de la paroi (12,45 m).....	98
3.3.2.2	Éprouvette EST20567-2, la plus éloignée de la paroi (12,51 m).....	100
3.3.2.3	Éprouvette EST20512-1, la plus proche de la paroi (0,45 m).....	101
3.3.2.4	Éprouvette EST20512-2, la plus proche de la paroi (0,52 m).....	102
3.3.2.5	Éprouvette EST20512-3, la plus proche de la paroi (0,59 m).....	103
3.3.2.6	Éprouvette EST20514-1, proximité immédiate de la paroi (0,10 m).....	104
3.3.2.7	Synthèse .....	105
3.3.3	La vitesse des ondes ultrasonores .....	106
3.3.4	Microstructure des argilites.....	107
3.4	Discussions .....	110
3.4.1	Pression d'entrée du gaz .....	110

3.4.2	Rupture des éprouvettes .....	112
3.4.3	Evaluation de l'eau déplacée pendant l'essai .....	113
3.4.4	Evaluation de la contribution d'une diffusion du gaz dans l'eau .....	115
3.4.4.1	L'équation diffusion de gaz et les conditions.....	115
3.4.4.2	Simulation numérique .....	116
<b>4</b>	<b>Caractérisation de la perméabilité sur une éprouvette fracturée (EST12491-2) ...</b>	<b>118</b>
4.1	Mesure de la perméabilité.....	119
4.2	Etude de la déformation.....	121
<b>5</b>	<b>Conclusions .....</b>	<b>123</b>

## **Chapitre 4 Caractérisation de la perméabilité au gaz des argilites en fonction du degré de saturation..... 125**

<b>1</b>	<b>Procédure expérimentale .....</b>	<b>126</b>
1.1	La préparation et la caractérisation préalable des éprouvettes .....	127
1.2	Le conditionnement hydrique .....	129
1.3	Mesure de la perméabilité.....	131
<b>2</b>	<b>Résultats des mesures des éprouvettes pendant le conditionnement hydrique .....</b>	<b>132</b>
2.1	Courbe de sorption- désorption et de rétention .....	132
2.2	Le coefficient de diffusivité hydrique .....	135
2.3	Retrait et fissuration .....	137
<b>3</b>	<b>Résultats des mesures de perméabilité au gaz en fonction du degré de saturation sous contraintes isotropes .....</b>	<b>139</b>
3.1	Eprouvette à l'état naturel (N°5) .....	139
3.2	Eprouvettes ayant subi une désaturation (éprouvettes N°2f, 4 et 2).....	139
3.3	Eprouvettes ayant subi une résaturation (éprouvettes N°1, 2, 3 et 6).....	139
3.4	Synthèse.....	142
3.5	Discussions .....	145
3.5.1	Variations de masse des éprouvettes d'argilites pendant les mesures de la perméabilité au gaz.....	145
3.5.2	Influence de la contrainte appliquée sur le degré de saturation.....	145
3.5.3	Vérification de la porosité estimée expérimentale .....	147
<b>4</b>	<b>Mesures de la perméabilité au gaz en fonction du déviateur de contraintes et pour différents degrés de saturation .....</b>	<b>148</b>
4.1	La perméabilité au gaz en fonction de la contrainte déviatorique.....	148
4.1.1	Mesures pour un degré de saturation de 91 % (éprouvette N°1).....	148
4.1.2	Mesures pour un degré de saturation de 81 % (éprouvette N°5).....	149
4.1.3	Mesures pour un degré de saturation de 79 % (éprouvette N°2f) .....	150
4.1.4	Mesures pour un degré de saturation de 60 % (éprouvette N°3).....	153
4.1.5	Mesures pour un degré de saturation de 51 % (éprouvette N°2).....	154
4.1.6	Mesures pour un degré de saturation de 43 % (éprouvette N°4).....	155
4.1.7	Mesures pour un degré de saturation de 23 % (éprouvette N°3).....	156
4.1.8	Synthèse.....	158
4.2	Analyse de la déformabilité en fonction de la contrainte déviatorique .....	164
4.2.1	Mesures pour un degré de saturation de 91 % (éprouvette N°1).....	166
4.2.2	Mesures pour un degré de saturation de 81 % (éprouvette N°5).....	167
4.2.3	Mesures pour un degré de saturation de 79 % (éprouvette N°2f) .....	168
4.2.4	Mesures pour un degré de saturation de 60 % (éprouvette N°3).....	169
4.2.5	Mesures pour un degré de saturation de 51 % (éprouvette N°2).....	170
4.2.6	Mesures pour un degré de saturation de 43 % (éprouvette N°4).....	170
4.2.7	Mesures pour un degré de saturation de 23 % (éprouvette N°3).....	171

4.2.8	Synthèse .....	172
4.3	Vitesse des ondes ultrasonores.....	173
4.4	Etude texturale des éprouvettes après essai .....	174
<b>5</b>	<b>Conclusions.....</b>	<b>178</b>
<b>Chapitre 5 Conclusions générales et perspectives.....</b>		<b>181</b>
<b>Bibliographie .....</b>		<b>187</b>
<b>Annexe A</b>	<b>Identification du flux parasite.....</b>	<b>197</b>
<b>Annexe B</b>	<b>Quantification du coefficient de diffusivité hydrique .....</b>	<b>201</b>
<b>Annexe C</b>	<b>Variations expérimentales et numériques de la masse des éprouvettes lors du conditionnement hydrique .....</b>	<b>203</b>
<b>Annexe D</b>	<b>Minéralogie des argilites.....</b>	<b>207</b>

## LISTE DES FIGURES

Figure 1-1 : Schéma de la hauteur d'ascension capillaire définie par la loi de Jurin .....	8
Figure 1- 2 : Courbe théorique de la limite de stabilité d'état de l'eau liquide et valeur expérimentale extrême de la pression négative d'eau liquide (Lionel, 2001) .....	10
Figure 1- 3 : Schéma de l'expérience de Darcy réalisée en 1856 (in Jacob Bear, 2006) .....	13
Figure 1-4 : Solubilité des gaz dans l'eau en fonction de la température (Wilhelm, 1977, in V. Rebour 1995) .....	15
Figure 1-5 : Disposition générale des formations géologiques au droit du site Meuse/Haute-Marne (ANDRA Dossier 2005 Tome 1) .....	16
Figure 1-6 : Coupe géologique au niveau du site de Meuse/Haute-Marne et définition des unités géomécaniques des argilites du Callovo-Oxfordien (ANDRA Dossier 2005 Tome 1) .....	16
Figure 1-7 : Feuillet tétraédrique (T) .....	18
Figure 1-8 : Feuillet octaédrique (O) .....	18
Figure 1-9 : Représentation schématique de quelques groupes de minéraux argileux (Grim, 1968 in Gaombalet, 2004) .....	18
Figure 1-10 : Différents états de l'eau dans l'espace poral de l'argilite du Callovo-Oxfordien (ANDRA Dossier 2005) .....	19
Figure 1-11 : Modèle conceptuel de distribution des tailles de pores dans les argilites de l'unité C2b (in ANDRA Dossier 2005 TOME 1, Chapitre 12) .....	22
Figure 1-12 : Courbes de distribution des tailles d'accès de pores déterminées par porosimétrie au mercure (in ANDRA Dossier 2005 TOME 1, Chapitre 12) .....	22
Figure 1-13 : Fissuration en front de taille de la galerie Tournemire (Ramambasoa, 2001 in Pham, 2006) .....	25
Figure 1-14 : Rupture de la couche de béton projeté (Derek Martin et al. 2003 in Pham, 2006) .....	25
Figure 1-15 : Résultats des essais de compression uniaxiale pour les argilites du Callovo-oxfordien .....	27
Figure 1-16 : Variation de la diffusivité en fonction de l'humidité en phase de désaturation (Pham, 2006) .....	30
Figure 1-17 : Perméabilité relative au gaz en fonction de la teneur en eau (Zhang et al. 2002) .....	31
Figure 1-18 : Variation de la diffusivité d'un tube mince d'argilites du site MHM lors d'une phase de désaturation et resaturation (Pham, 2006) .....	32
Figure 1-19 : Courbes de variation de volume (indice d'eau – indice des vides) et de rétention (indice d'eau – pression de succion) pour 2 échantillons d'argilites du site MHM (in M. Gasc-Barbier, 2004) Pae : point d'entrée d'air .....	32
Figure 1-20 : Représentation schématique des différents mécanismes de migration des gaz dans les argilites du Callovo-Oxfordien (in ANDRA Dossier 2005 TOME 2 Chap. 34) .....	38
Figure 1-21 : Relation entre la pression d'entrée d'air et la perméabilité intrinsèque pour des matériaux de faibles perméabilités (Euratom, 1999 in ANDRA Dossier 2005 Tome 2 Chap. 34) .....	39
Figure 2-1 : Intervalle de variation de la perméabilité en laboratoire mesurée sur différents échantillons intacts à température ambiante et sous pression de confinement de 10 MPa (d'après Brace.1980 in Read et al. 1989, Cécile coll, 2005) .....	44
Figure 2-2 : Evolution de la perméabilité relative à l'eau des argilites du site MHM en fonction de l'humidité relative d'air (Hoxha, 2004) .....	49



Figure 2-3 : Principe du dispositif expérimental pour la mesure de la perméabilité suivant la méthode du Pulse test.....	50
Figure 2-4 : Evolution de la pression dans les réservoirs amont (Pam) et aval (Pav) pendant la mesure .....	50
Figure 2-5 : Comparaison de l'évolution de la différence de pressions des réservoirs prédite par la solution simplifiée de Brace et celle obtenue par la méthode numérique pour différentes porosité ( $k = 10^{-21} \text{ m}^2$ ).....	55
Figure 2-6 : Schéma du banc de mesure des très faibles perméabilités du centre des Géosciences.....	58
Figure 2-7 : Vue du banc de mesure des très faibles perméabilités du centre des Géosciences .....	58
Figure 2-8 : Exemple d'abaque utilisable pour la détermination de la perméabilité .....	59
Figure 2-9 : Courbes expérimentales et modélisées des pressions du gaz pour un palier de contraintes isotropes de 5 MPa ( $P_0 = 2,307 \text{ MPa}$ $\Delta P_0 = 0,108 \text{ MPa}$ porosité accessible au gaz = 12,5 % perméabilité = $1,35 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2$ 1bar = 0,1 MPa .....	60
Figure 2-10 : Variations des pressions amont, aval et différentielle et de la température dans le dispositif de mesure isolé ( $P_0 = 5,9 \text{ MPa}$ , $DP_0 = 3,28 \text{ bar}$ , $T = 31^\circ\text{C}$ ) 1bar = 0,1 MPa.....	62
Figure 2-11 : Variations des pressions amont, aval et différentielle et de la température pour un échantillon métallique sous un confinement isotrope de 11,6 MPa ( $P_0 = 6,8 \text{ MPa}$ , $\Delta P_0 = 1,92 \text{ bar}$ , $T = 31,4^\circ\text{C}$ ) - 1bar = 0,1 MPa.....	63
Figure 2-12 : Pressions amont, aval et différentielle expérimentales et théoriques calculées suivant la formule de Brace ( $k = 5 \cdot 10^{-22} \text{ m}^2$ ).....	63
Figure 2-13 : Courbes des pressions amont et aval brutes et corrigées des variations de température ( $P_0 = 5,994 \text{ MPa}$ $\Delta P_0 = 4,418 \text{ bar}$ et $T = 31,8^\circ\text{C}$ confinement isotrope de 13 MPa) 1bar = 0,1 MPa.....	64
Figure 3-1 : Schéma conceptuel de l'EDZ.....	68
Figure 3-2 : Vue du concept expérimental de l'expérimentation REP et des Sections de Mesures Géomécaniques Renforcées (SMGR).....	70
Figure 3-3 : Coupe du puits d'accès entre les cotes -460 m et 475 m .....	71
Figure 3-4 : Evolution des mesures in situ (REP2202) et comparaison avec les résultats d'un modèle élastique orthotrope (Rapport ANDRA 2005 <sup>[8]</sup> ) .....	72
Figure 3-5 : Evolution de la convergence du puits en fonction de la distance au front (Rapport ANDRA 2005 <sup>[8]</sup> ).....	72
Figure 3-6 : Variation de la vitesse des ondes P en fonction de la distance au parement (en violet zone où la variation de vitesse est inférieure à 1 %).....	73
Figure 3-7 : Evolution de la pression interstitielle dans le forage REP2103 .....	75
Figure 3-8 : Comparaison du calcul analytique (pour deux perméabilités) et des données in situ situ à $t = 30 \text{ j}$ : (a)- Puits excavé de 3,3 m de rayon, (b) en considérant la condition aux limites hydraulique $p = 0$ à $r = 4,8 \text{ m}$ (excavation d'un puits de 4,8 m) (Armand et Su, 2005).....	75
Figure 3-9 : Intervalles de variation de la perméabilité avant et après le creusement en fonction de la distance au puits .....	76
Figure 3-10 : Vue des carottes après démontage de leur cellule de confinement.....	79
Figure 3-11 : Vue d'une éprouvette (EST20512-2) après sa préparation.....	79
Figure 3-12 : Historique du chargement de l'éprouvette EST20567-1 ( $P_{\text{am}}$ : pression de gaz à l'amont ; $P_{\text{av}}$ : pression de gaz à l'aval ; $P_{\text{axi}}$ : contrainte totale axiale ; $P_{\text{lat}}$ : contrainte totale latérale).....	83

Figure 3-13 : Variations de la pression de gaz en fonction du temps après l'incrément de pression pour le palier de contrainte isotrope de 9 MPa ( $P_{am} = 6,313$ MPa, $P_{av} = 6,002$ MPa, $T = 32,65^{\circ}C$ ) et la correction et la simulation des courbes - 1bar = 0,1 MPa.....	84
Figure 3-14 : Valeurs de la perméabilité au gaz mesurée en fonction du déviateur des contraintes avec une contrainte latérale de 11 MPa de EST20567-1 .....	85
Figure 3-15 : Variations de la pression de gaz pendant des phases d'homogénéisation avant l'application des incréments de pression.....	86
Figure 3-16 : Exemple d'évolution de la pression du gaz pendant la phase d'uniformisation, après sa mise sous pression de gaz initiale (une tentative d'incrément de pression est comprise dans cette phase) .....	87
Figure 3-17 : Historique du chargement de l'éprouvette EST20567-2 .....	88
Figure 3-18 : Courbes numériques et expérimentales des pressions de gaz ( $P_{amont} = 6,488$ MPa, $P_{aval} = 6,099$ MPa, $DP_0 = 3,89$ bar et $P_{isotrope} = 11$ MPa, $k = 3.10^{-21}$ m <sup>2</sup> ).....	88
Figure 3-19 : Evolution des pressions amont et aval lors d'une mise en pression de gaz progressive à l'amont, le réservoir aval étant isolé. ....	90
Figure 3-20 : Evolution des pressions de gaz après l'incrément de pression pour le palier de contraintes isotropes ( $P_{amont} = 6,293$ MPa, $P_{aval} = 6,042$ MPa) - 1bar = 0,1 MPa.....	91
Figure 3-21 : Historique du chargement de l'éprouvette EST20512-2 .....	92
Figure 3-22 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée en fonction du déviateur de contraintes imposé ( $P_{confinement} = 11$ MPa).....	92
Figure 3-23 : Historique du chargement de l'éprouvette EST20512-3 .....	93
Figure 3-24 : Evolution analytique de la pression de gaz aval, $DP_{aval}$ , pour différentes valeurs du flux parasite et de la perméabilité ( $P_{amont} = 6,48$ MPa, $P_{aval} = 6,05$ MPa).....	94
Figure 3-2 : Historique de chargement de l'éprouvette EST20514-1 .....	95
Figure 3-26 : Courbe de la déformation axiale vs la contrainte axiale de EST20567-1.....	99
Figure 3-27 : Déformation axiale et contrainte axiale en fonction du temps de EST20567-1 .	99
Figure 3-28 : Courbe de la déformation axiale vs la contrainte axiale de EST20567-2.....	100
Figure 3-29 : Courbes de la déformation et de la contrainte axiale en fonction du temps ....	101
Figure 3-30 : Courbe de la déformation axiale vs contrainte de confinement .....	101
Figure 3-31 : Courbe de la déformation axiale vs la contrainte axiale de EST20512-2.....	102
Figure 3-32 : Courbes de la déformation et de la contrainte axiale en fonction du temps de EST20567-2.....	102
Figure 3-33 : Courbe de la déformation axiale vs la contrainte axiale de EST20512-3.....	103
Figure 3-34 : Courbes de la déformation et de la contrainte axiale en fonction du temps de EST20512-3.....	103
Figure 3-35 : Courbe de la déformation axiale vs la contrainte axiale de EST20514-1.....	104
Figure 3-36 : Courbes de la déformation et de la contrainte axiale en fonction du temps de EST20514-1 .....	105
Figure 3-37 : Courbes de porosimétrie au mercure d'une éprouvette de EST20567 séchée par trois méthode : étuve à 105°C, à l'air et par lyophilisation .....	108
Figure 3-38 : Distributions de la taille d'accès des pores des différentes carottes à l'état intact .....	109
Figure 3-39 : Comparaison des courbes des porosimétrie au mercure d'une éprouvette intacte et d'une éprouvette cassée lors de la mesure de la perméabilité de la carotte EST20567 .....	110
Figure 3-40 : Evolution des pressions amont et aval pour les trois paliers de l'essai de percée du gaz.....	111
Figure 3-41 : Vue de l'éprouvette EST20512-1 après essai.....	112
Figure 3-42 : Vue de l'éprouvette EST20567-2 après essai.....	112

Figure 3-43 : Différences de tonalité des faces d'éprouvettes après essai liées à leur humidité.	113
Figure 3-44 : Evolution des pressions amont (gauche) et aval (droite) lors de la simulation d'un essai de perméabilité par la méthode du pulse-test.	118
Figure 3-45 : Profil de la concentration en gaz dans l'éprouvette à la fin de pulse test.	118
Figure 3-46 : Vue de la carotte EST12491 après démontage de la cellule de confinement.	119
Figure 3-47 : Histoire du chargement et des pressions de gaz de l'éprouvette EST12491-2.	120
Figure 3-48 : Courbes modélisées et expérimentales des pressions de gaz ( $P_0 = 6,039$ MPa, $DP_0 = 4,04$ bar $P_{\text{isotrope}} = 12$ MPa, $k_{\text{gaz}} = 3 \cdot 10^{-21}$ m <sup>2</sup> ) 1bar = 0,1 MPa.	120
Figure 3-49 : Evolution de la perméabilité en fonction de la contrainte (déviateur ou contrainte moyenne).	121
Figure 3-50 : Courbe de la déformation axiale vs la contrainte axiale.	122
Figure 3-51 : Déformation axiale et contrainte axiale en fonction du temps.	122
Figure 4-1 : Vue de la carotte EST20548 après ouverture de la cellule de confinement.	127
Figure 4-2 : Vue du bain pour le conditionnement hydrique.	129
Figure 4-3 : Courbe de rétention construite à partir des différentes éprouvettes suite à leur conditionnement hydrique (désaturation en rouge, resaturation en bleu).	131
Figure 4-4 : Courbe de sorption-désorption.	134
Figure 4- : Courbe de rétention pression capillaire équivalente (succion) – degré de saturation.	135
Figure 4-6 : Evolution du coefficient de diffusivité hydrique en fonction de l'humidité relative (désaturation –resaturation, et $E_{\text{ini}}$ : état naturel).	136
Figure 4-7 : Courbes expérimentale et modélisée de l'évolution de la masse de l'éprouvette N°2 lors du séchage dans l'étuve (coefficient de diffusion hydrique égal à $4 \cdot 10^{-10}$ m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup> ).	136
Figure 4-8 : Evolution de la hauteur et du diamètre d'éprouvette N°2 pour le palier de séchage sous humidité relative à 25 %	137
Figure 4-9 : Vue de l'éprouvette N°6 après 56 jours de conditionnement hydrique.	138
Figure 4-10 : Vue de trois morceaux de l'éprouvette N°6.	138
Figure 4-11 : Vue du morceau intermédiaire de l'éprouvette N°6 après séchage.	138
Figure 4-12 : Variation relative de la vitesse des ondes ultrasonores suivant le chemin hydrique (désaturation en rouge, resaturation en bleu).	142
Figure 4-13 : Perméabilité au gaz mesurée en fonction du degré de saturation.	144
Figure 4-14 : Perméabilité au gaz mesurée en fonction de la pression capillaire équivalente.	144
Figure 4-15 : Perméabilité au gaz mesurée en fonction de la teneur en eau des éprouvettes.	145
Figure 4-16 : Relation entre les valeurs de porosité effective déterminées par modélisation et celles issues des mesures expérimentales.	147
Figure 4- 17 : Historique des contraintes et des pressions de gaz pour l'éprouvette N°1.	148
Figure 4-18 : Historique des contraintes et des pressions de gaz pour l'éprouvette N°5.	150
Figure 4-19 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée pendant le cycle de chargement-déchargement axial pour l'éprouvette N°5.	150
Figure 4-20 : Historique des contraintes et des pressions de gaz de l'éprouvette 2f.	151
Figure 4-21 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée pendant le cycle de chargement-déchargement pour l'éprouvette N°2f.	152
Figure 4-22 : Vue de l'éprouvette n° 2f après essai.	152
Figure 4-23 : Historique des contraintes et des pressions de gaz pour l'éprouvette N°3.	153
Figure 4-24 : Historique des contraintes et des pressions de gaz pour l'éprouvette N°2.	154

Figure 4-25 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée pendant le cycle de chargement-déchargement pour l'éprouvette N°2.....	155
Figure 4-26 : Historique des contraintes et des pressions de gaz pour l'éprouvette N°4.....	155
Figure 4-27 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée pendant le cycle de chargement-déchargement pour l'éprouvette N°4.....	156
Figure 4-28 : Historique des contraintes et des pressions de gaz pour l'éprouvette N°3.....	157
Figure 4-29 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée pendant les cycles de chargement-déchargement pour l'éprouvette N°3.....	158
Figure 4-30 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée en fonction du déviateur de contraintes.....	158
Figure 4-31 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée en fonction de la contrainte moyenne. ....	159
Figure 4-32 : Evolution de la perméabilité au gaz en fonction du déviateur pour des chargements jusqu'à la rupture (Zhang & Rothfuchs, 2007). ....	160
Figure 4-33 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée en fonction de la pression capillaire équivalente. ....	161
Figure 4-34 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée en fonction du degré de saturation. ....	162
Figure 4-35 : Evolution du logarithme de la perméabilité au gaz mesurée en fonction du logarithme du degré de saturation. ....	163
Figure 4-36 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée en fonction de la teneur en l'eau. ....	164
Figure 4-37 : Critères de rupture, percolation et fissuration des argilites du site Meuse-Haute-Marne (Zhang, Rothfuchs, 2007) .....	165
Figure 4-38 : Courbe contrainte - déformation axiale et courbes de la déformation et de la contrainte axiale en fonction du temps pour l'éprouvette N°1 avant rupture. ....	166
Figure 4-39 : Vues l'éprouvette N°1 après rupture.....	167
Figure 4-40 : Courbe contrainte-déformation axiales et courbes de la déformation et de la pression axiale en fonction du temps pour l'éprouvette N°5 .....	168
Figure 4-41 : Courbe contrainte - déformation axiales et courbes de la déformation et de la contrainte axiale en fonction du temps pour l'éprouvette N°2f.....	168
Figure 4-42 : Courbe pression - déformation axiales et courbes de la déformation et de la pression axiale en fonction du temps pour l'éprouvette N°3 .....	169
Figure 4-43 : Courbe contrainte - déformation axiales et courbes de la déformation et de la contrainte axiale en fonction du temps pour l'éprouvette N°2. ....	170
Figure 4-44 : Courbe pression - déformation axiales et courbes de la déformation et de la pression axiale en fonction du temps pour l'éprouvette N°4 .....	171
Figure 4-45 : Courbe pression - déformation axiales et courbes de la déformation et de la pression axiale en fonction du temps pour l'éprouvette N°3 .....	172
Figure 4-46 : Evolution du module de Young en fonction de la contrainte lors du chargement. ....	173
Figure 4-47 : Vitesse des ondes ultrasonores avant et après essai sous déviateur pour les différentes éprouvettes.....	174
Figure 4-48 : Courbes de porosimétrie au mercure de l'éprouvette N°2 lyophilisé avec un degré de saturation initial de 51%. ....	175
Figure 4-49 : Distributions de la taille des accès de pores des éprouvettes de la carotte EST2054. ....	177
Figure 4-50 : Distributions de la taille des pores d'accès des références associées aux éprouvettes de la carotte EST20548. ....	178



## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1-1 : Caractéristiques physiques et mécaniques courantes des argilites de l'unité géomécanique C située au milieu de la couche d'argilites du Callovo-Oxfordien (Su 2005).....	17
Tableau 1-2 : Limite de résolution des différentes méthodes de déterminer la taille des pores .....	21
Tableau 2-1 : Durée de mesure en fonction du fluide de mesure .....	45
Tableau 2-2 : Valeurs de perméabilité à l'eau mesurées sur des échantillons d'argilites du site MHM .....	47
Tableau 3-1 : Valeurs de la perméabilité mesurée dans le forage F4.....	76
Tableau 3-2 : Synthèse des données sur l'extension de la zone endommagée autour du puits dans la zone REP .....	77
Tableau 3-3 : Liste des carottes mise à disposition par l'ANDRA .....	78
Tableau 3-4 : Caractéristiques physiques des éprouvettes. ....	79
Tableau 3-5 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée en fonction des contraintes appliquées .....	86
Tableau 3-6 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée en fonction des contraintes appliquées .....	89
Tableau 3-7 : Valeurs de la perméabilité au gaz corrigée en fonction du déviateur. ....	92
Tableau 3-8 : Valeurs de la perméabilité au gaz mesurée pour des éprouvettes sous contraintes isotropes.....	96
Tableau 3-9 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité au gaz mesurée pour les différents paliers de contraintes .....	99
Tableau 3-10 : Valeurs du module de déformation, E, et de la perméabilité au gaz mesurée, k, pour les différents incréments de pression imposés à l'éprouvette EST20567-2.....	100
Tableau 3-11 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité pour les différents incréments de pression imposés .....	102
Tableau 3-12 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité pour les différents incréments de pression imposés .....	103
Tableau 3-13 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité pour les différents incréments de pression imposés .....	104
Tableau 3-14 : Valeurs du module de déformation des différentes éprouvettes lors du premier chargement avec déviateur .....	105
Tableau 3-15 : Vitesse de la déformation différée sous un déviateur de 17 MPa et déformation maximale à la fin du chargement.....	106
Tableau 3-16 : Vitesses des ondes ultrasonores mesurées sur les éprouvettes.....	106
Tableau 3-17 : Pourcentages de porosité totale et injectée et tailles d'accès de pores des éprouvettes.....	108
Tableau 3-18 : Valeurs de la perméabilité déterminées avec de forts incréments de pression .....	111
Tableau 3-19 : Valeurs des paramètres pour la simulation numérique de la diffusion du gaz dissous dans le fluide interstitiel.....	116
Tableau 3-20 : Caractéristiques géométriques des éprouvettes réalisées à partir de la carotte EST 12941 .....	119
Tableau 3-21 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée en fonction du déviateur.....	121

Tableau 3-22 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité au gaz mesurée pour les différents paliers de contraintes imposés.....	122
Tableau 4-1 : Masses et caractéristiques géométriques des éprouvettes .....	128
Tableau 4-2 : Porosité et saturation initiales des éprouvettes .....	129
Tableau 4-3 : Correspondance entre pression capillaire et humidité relative sous différentes températures des solutions salines utilisées (Delage et al. 1998). .....	130
Tableau 4-4 : Conditionnement hydrique des différentes éprouvettes. ....	131
Tableau 4-5 : Caractéristiques des éprouvettes pendant les paliers hydriques .....	133
Tableau 4-6 : Vitesse des ondes ultrasonores, $V_p$ , et sa variation avant et après la mesure de la perméabilité.....	142
Tableau 4-7 : Valeurs de la perméabilité au gaz mesurée pour l'éprouvette N°1 en fonction des contraintes appliquées.....	149
Tableau 4-8 : Valeurs de la perméabilité au gaz mesurée pour l'éprouvette N°5 en fonction des contraintes appliquées.....	149
Tableau 4-9 : Valeurs de la perméabilité au gaz mesurée de l'éprouvette N°2f en fonction des contraintes appliquées. ....	151
Tableau 4-10 : Valeurs de la perméabilité au gaz mesurée de l'éprouvette N°3 en fonction des contraintes appliquées.....	153
Tableau 4-11 : Valeurs de la perméabilité au gaz mesurée de l'éprouvette N°2 en fonction des contraintes appliquées.....	154
Tableau 4-12 : Valeurs de la perméabilité au gaz mesurée de l'éprouvette N°4 en fonction des contraintes appliquées.....	156
Tableau 4-13 : Valeurs de la perméabilité au gaz mesurée de l'éprouvette N°3 en fonction des contraintes appliquées.....	157
Tableau 4-14 : Valeurs de la contrainte axiale en fonction des paramètres des critères de rupture pour les argilites du site Meuse-Haute-Marne pour les contraintes de confinement utilisées.....	165
Tableau 4-15 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité au gaz mesurée pour les différents paliers de contraintes.....	167
Tableau 4-16 : Valeurs du module de déformation axiale et de la perméabilité au gaz mesurée pour les différents paliers de contraintes.....	167
Tableau 4-17 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité au gaz mesurée pour les différents paliers de contraintes.....	169
Tableau 4-18 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité au gaz mesurée pour les différents paliers de contraintes. ....	169
Tableau 4-19 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité au gaz mesurée pour les différents paliers de contraintes.....	170
Tableau 4-20 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité au gaz mesurée pour les différents paliers de contraintes.....	171
Tableau 4-21 : Evolution du module de déformation axiale et de la perméabilité au gaz mesurée pendant les cycles de chargement et déchargement.....	171
Tableau 4-22 : Porosité au mercure et pourcentages du volume injecté des éprouvettes de la carotte EST20548 après essai. ....	175
Tableau 4-23 : Porosité au mercure et pourcentages de volume cumulé des éprouvettes de la carotte EST20548.....	176

## LISTE DES SYMBOLES

### Notions grecques

$\beta$	Coefficient de compressibilité isotherme du gaz de mesure [Pa <sup>-1</sup> ];	$\sigma_1$	Contraintes principales majeure [Pa];
$\gamma$	Tension superficielle [N.m <sup>-1</sup> ];	$\sigma_3$	Contrainte principales mineure [Pa];
$\gamma_{gw}$	Tension interfaciale gaz-liquide [N.m <sup>-1</sup> ];	$\Pi$	Pression osmotique [Pa];
$\theta$	Angle de contact;	$\Pi_d$	Pression disjonction [Pa];
$\theta$	Teneur en eau volumique;	$\psi^m$	Potentiel matriciel <i>stricto-sensu</i> [J];
$\rho$	Masse volumique du liquide [kg.m <sup>-3</sup> ];	$\psi_o$	Potentiel osmotique [J];
$\rho_s$	Densité des grains [kg.m <sup>-3</sup> ];	$v$	Vitesse filtration [m.s <sup>-1</sup> ];
$\rho_e$	Densité du fluide interstitiel [kg.m <sup>-3</sup> ];	$\mu$	Viscosité dynamique du fluide [Pa.s];
$\rho^l$	Densité molaire du liquide saturé [mol.m <sup>-3</sup> ];	$\eta_l$	Viscosité cinématique de la phase liquide [kg.m <sup>-1</sup> .s <sup>-1</sup> ];
$\varepsilon$	déformation;	$w$	Teneur en eau massique;
		$\tau$	Temps caractéristique [s];

### Notions latines

$A$	section de l'éprouvette [m <sup>2</sup> ];	$K_e$	Perméabilité effective [m <sup>2</sup> ];
$A_H$	Constante caractéristique, dite constante d'Hamaker;	$k_{gaz}$	Perméabilité effective au gaz [m <sup>2</sup> ];
$B$	Coefficient de Klinkenberg caractéristique du milieu poreux considéré;	$K_h$	Coefficient hydraulique [m.s <sup>-1</sup> ];
$C$	Concentration de particules en milieu considéré;	$k_r^i$	Perméabilité relative par rapport au fluide i;
$D_e$	Coefficient de diffusion effectif [m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup> ];	$K_{Hi}$	Coefficient de Henry du gaz i [Pa];
$e$	Indice des vides;	$m_l$	Masse d'eau par unité de volume de milieu poreux [kg.m <sup>-3</sup> ];
$E$	Module de Young [MPa];	$M_m$	Masse molaire du gaz [kg.mol <sup>-1</sup> ];
$g$	Accélération de la pesanteur [9,81 m.s <sup>-2</sup> ];	$M_v$	Masse molaire de la vapeur [kg.mol <sup>-1</sup> ];
$HR$	Humidité relative [%];	$M_w$	Masse molaire de l'eau [kg.mol <sup>-1</sup> ];
$i$	Gradient de charge	$n$	Porosité;
$\bar{J}$	Flux de particules en milieu considéré;	$N_c$	Nombre capillaire;
$K$	Module d'incompressibilité du matériau [MPa];	$P_{am}$	Pression de gaz en amont [Pa];
$K_s$	Module d'incompressibilité de la phase solide [MPa];	$P_{av}$	Pression de gaz en aval [Pa];
$K_0$	Perméabilité du fluide considéré au cas saturé [m.s <sup>-1</sup> ];	$P_{axi}$	Contrainte totale axiale [Pa];
$k$	Perméabilité intrinsèque [m <sup>2</sup> ];	$P_{lat}$	Contrainte totale latérale [Pa];
		$P_m$	Pression moyenne dans l'échantillon [Pa];
		$P_v$	Pression partielle de la vapeur [Pa];
		$P_{v_{atm}}$	Pression partielle H <sub>2</sub> O dans l'atmosphère [Pa];



$P_{v\_sat}$	Pression de vapeur saturante de H <sub>2</sub> O [Pa] ;
$P_{we}$	Pression hydraulique du fluide interstitiel [Pa]
$P_c$	Pression capillaire ;
$Q$	Débit traversant l'éprouvette, [ m <sup>3</sup> .s <sup>-1</sup> ] ;
$r$	Rayon caractéristique des pores ;
$R$	Constante des gaz [8,314 J.K <sup>-1</sup> .mol <sup>-1</sup> ] ;
$S_r^i$	Degré de saturation en fluide i ;
$S_r$	Degré de saturation en eau ;
$S_s$	Coefficient d'emmagasinement spécifique de la roche [m <sup>-1</sup> ]
$T$	Température [K] ;
$V_p$	Volume des pores [m <sup>3</sup> ] ;
$V_{am}$	Volume du réservoir amont [m <sup>3</sup> ] ;
$V_{av}$	Volume du réservoir aval [m <sup>3</sup> ] ;
$V_w$	Volume spécifique partiel [m <sup>3</sup> kg <sup>-1</sup> ] ;
$V_s$	Volume du solide [m <sup>3</sup> ] ;
$V_v$	Volume des pores [m <sup>3</sup> ] ;
$V_t$	Volume total [m <sup>3</sup> ] ;
$V_p$	Vitesse des ondes [m.s <sup>-1</sup> ] ;
$W$	Travail pour augmenter l'épaisseur du film, $h$ , de $h$ à $h+dh$ . [J] ;
$X_i$	Fraction molaire du gaz i

## Introduction générale

### Contexte

En France, près de 80 % de l'électricité est produite par des centrales nucléaires qui ont généré, fin 2004, 1 033 306 m<sup>3</sup> des déchets dont 1 851 m<sup>3</sup> de déchets de haute activité et à vie longue. Une des solutions de traitement de ces déchets nucléaires est le stockage en formations géologiques profondes qui permet d'isoler les déchets de la biosphère. L'ANDRA (Agence Nationale pour la gestion des Déchets Radioactifs), à qui a été confié la mission d'évaluer la faisabilité d'un stockage de déchets de haute activité et à vie longue (HAVL) en formations géologiques profondes par la loi du 30 décembre 1991 (Loi n° 91-1381), a choisi une couche d'argilites très peu perméables du Callovo-Oxfordien (150 millions d'années) dans le Bassin de Paris comme formation hôte potentielle afin de stocker ces déchets nucléaires. En 2005, un laboratoire souterrain a été réalisé sur la commune de Bure (Meuse/Haute-Marne) entre les profondeurs -420 et -550 m pour étudier le comportement géomécanique *in situ* de cette formation.

### Les problématiques géomécaniques à la réalisation d'un stockage souterrain de déchets nucléaires

Chronologiquement, la réalisation d'un stockage souterrain de déchets nucléaires est constituée d'une phase d'excavation, d'une phase de soutènement, puis de celle de la mise en place des colis des déchets et enfin d'une phase de fermeture. D'un point de vue géomécanique, une des problématiques est la création d'une EDZ<sup>1</sup> autour des ouvrages et en particulier son intensité et son extension. Ses caractéristiques influencent directement celles du transfert de l'hydrogène produit par la corrosion des composants métalliques après la phase de fermeture.

- La problématique de l'EDZ autour d'un ouvrage est la suivante :

La création et l'exploitation du stockage va perturber l'équilibre hydromécanique initial de la formation hôte et engendrer une augmentation du déviateur des contraintes et une diminution de la pression de pore autour l'ouvrage. Cette perturbation hydromécanique peut créer une zone endommagée, qui s'appelle aussi l'EDZ, et dans laquelle se distinguent généralement deux zones : une zone fracturée à proximité immédiate de la paroi et une zone micro-fissurée derrière la zone fracturée. Au niveau de la paroi d'un ouvrage, le contact, direct ou indirect, du massif avec l'atmosphère va engendrer un transfert de masse d'eau, dit hydrique, à cause de la différence d'humidité relative qui est contrôlée par la température et les conditions de ventilation de l'ouvrage. Globalement, ce processus induit une désaturation de la roche autour d'ouvrage pendant la phase d'excavation et une resaturation après la phase fermeture. Pendant la phase d'exploitation, la ventilation induira des cycles désaturation-resaturation suite aux variations saisonnières de la température et de l'hygrométrie de l'air injecté. Cette désaturation et cette resaturation sont associées, respectivement, à un phénomène de retrait et de gonflement du matériau en raison de la sensibilité à l'eau des minéraux argileux. Ce retrait et ce gonflement peuvent engendrer des fissurations, voire une fracturation et augmenter

---

<sup>1</sup> EDZ : Excavation Damaged Zone

l'extension d'EDZ. La géométrie, l'amplitude et l'évolution de l'EDZ sont donc d'importants paramètres pour l'évaluation de la stabilité des ouvrages et du transfert des radionucléides.

- La problématique du transfert de gaz à la phase clôture est la suivante

Une production importante de gaz, principalement de l'hydrogène, suite à la corrosion des composants métalliques et à la radiolyse dans les alvéoles de stockage des colis de déchets, induira, du fait de son accumulation dans un espace limité, une augmentation de la pression de gaz dans les vides du stockage isolé. Entre 2000 et 3000 ans après la fermeture du stockage, la pression maximale de gaz devrait atteindre 6 à 7 MPa dans les zones de stockage de déchets de type C et atteindre 9 MPa pour les zones des combustibles usés en raison d'une production plus importante liée à une plus grande quantité de fer dans ces alvéoles (ANDRA Dossier 2005). Cette valeur de pression est du même ordre que la pression d'entrée de gaz des argilites (7 à 9 MPa). Ceci pose donc un problème vis-à-vis du transfert de gaz et du couplage avec le comportement mécanique des argilites du Callovo-Oxfordien. Le mécanisme du transfert de gaz dans les argilites saturées et non saturées doit être étudié de manière approfondie afin d'évaluer la sûreté à long terme du stockage souterrain du fait qu'un dégazage brusque de l'hydrogène suite à une rupture du massif serait fort dommageable pour la biosphère car il s'accompagnerait d'une fuite des déchets.

### **La relation entre la perméabilité au gaz et l'endommagement mécanique et hydrique**

La perméabilité est une propriété d'un milieu poreux solide de présenter une capacité d'écoulement d'un fluide sous un certain gradient de potentiel. La perméabilité intrinsèque ne dépend que des caractéristiques géométriques et topologiques des pores. La mesure de la perméabilité effective au gaz permet à la fois d'étudier le transfert du gaz dans un matériau, et d'évaluer la microstructure de celui-ci.

L'endommagement mécanique peut influencer la perméabilité d'un matériau suite à un changement des caractéristiques de sa porosité, soit par une modification de la taille des pores ou leur connectivité sans changement de la valeur globale de la porosité, soit par un accroissement du volume poreux, essentiellement sous forme de fissures ou de fractures. Les études antérieures montrent que dans l'EDZ, la perméabilité à l'eau de la roche saturée peut être augmentée de plusieurs ordres de grandeur, ce qui peut créer un chemin préférentiel pour les radionucléides vers la biosphère et ainsi compromettre la sûreté du stockage. La zone microfissurée est associée à une augmentation limitée de la perméabilité des argilites tandis que la zone fracturée conduit à une augmentation sensible de la perméabilité au voisinage de la paroi. La perméabilité effective au gaz dans l'EDZ résultera donc d'une évolution de la perméabilité et de celle du degré de saturation.

A partir de l'évolution de la perméabilité relative au gaz en fonction du degré de saturation, il est possible d'en déduire que la perméabilité au gaz devrait être en fonction du degré de saturation en eau du massif au niveau de la paroi des ouvrages et que celui-ci baissera lors de l'excavation et de l'exploitation du stockage et augmentera après la fermeture des alvéoles du stockage.

Donc l'étude de la perméabilité effective au gaz sous différents niveaux de contrainte et différents degrés de saturation permet une caractérisation de l'endommagement hydrique-

mécanique des argilites pendant ces différentes phases du stockage et les résultats d'une telle étude pourront être utilisés pour l'évaluation de la sûreté du stockage, surtout vis-à-vis de la problématique du transfert de gaz après la phase de la fermeture.

## **Objet de l'étude et moyens adoptés**

Vis-à-vis des problématiques présentées ci-dessus, nous nous sommes efforcés d'évaluer l'endommagement mécanique et hydrique autour d'ouvrage par la mesure de la perméabilité au gaz. Globalement, ce mémoire se compose de 5 chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique sur le transfert du gaz dans les argilite : nous y présenterons en détail les composants des argilites, la microstructure des matériaux argileuses et les types de l'eau saturant leur porosité ; puis le processus de désaturation et de resaturation et les phénomènes de retrait et gonflement associés ainsi que leur caractérisation hydrique, en particulier le coefficient de diffusivité hydrique et la courbe de rétention d'eau ; et enfin le mécanisme de transfert du gaz sous pression dans ces argilites à l'état saturé et à l'état non saturé. Avant de procéder à l'exposé de ces sujets, les notions fondamentales : pression capillaire, succion et potentiel de l'eau en milieu poreux ainsi que les lois phénoménologiques du transfert de fluide, seront tout d'abord présentées.

Le deuxième chapitre présente la méthode de mesure de la perméabilité au gaz, dite du '*pulse test*' qui a été mis en oeuvre au centre de Géosciences. Nous comparerons d'abord les différentes méthodes de la mesure de perméabilité avec leurs avantages et leurs défauts et les résultats concernant les argilites du site MHM<sup>2</sup> utilisant ces méthodes ; puis nous présenterons le principe de la méthode de '*pulse test*' et le choix des paramètres conditionnant cette méthode en fonction du gaz de mesure. Ensuite nous présenterons l'équipement de mesure développé au centre de Géosciences et une validation de ses performances et de sa sensibilité, de même que les méthodes d'interprétation et les moyens pour réduire les difficultés expérimentales et les incertitudes de mesure.

Le troisième chapitre est consacré aux résultats obtenus sur des éprouvettes prélevées à différentes distances de la paroi du puits d'accès du laboratoire souterrain de Meuse/Haute Marne. Nous présenterons tout d'abord le problème d'EDZ pendant les différentes phases du stockage, puis les expérimentations *in situ* afin de caractériser l'EDZ. Le corps de ce chapitre est constitué par les résultats obtenus pendant la mesure de la perméabilité au gaz sous une contrainte isotrope équivalente aux contraintes initiales avant l'excavation et pendant un cycle chargement - déchargement, c'est-à-dire : la valeur de la perméabilité au gaz mesurée, la déformabilité des éprouvettes, la vitesse des ondes. A la fin de ce chapitre nous étudierons la microstructure des argilites par porosimétrie au mercure et nous discuterons des différents processus physiques liés au transfert de fluide pendant la mesure : transfert du gaz en solution, déplacement du fluide interstitiel par le gaz, de la relation entre l'endommagement et la perméabilité et de la pression d'entrée du gaz.

Le quatrième chapitre sera consacré à l'étude de l'endommagement hydrique des argilites par la mesure de la perméabilité au gaz en fonction du degré de saturation et sous différentes conditions de contraintes. Nous exposerons d'abord la procédure expérimentale utilisée pour imposer un degré de saturation et les conditions de mesure de la perméabilité au gaz, puis

---

<sup>2</sup> MHM : Meuse/Haute Marne

nous présenterons les résultats du conditionnement hydrique, en particulier, la courbe de sorption et désorption, la détermination du coefficient de diffusivité hydrique et l'observation du retrait lors de la désaturation et de fissures lors de la resaturation. Ensuite nous présenterons les résultats des mesures de la perméabilité au gaz en fonction de l'état de saturation d'éprouvettes d'argilites jumelles sous conditions de contraintes isotropes, et suivant un cycle de chargement et déchargement. La microstructure des argilites intactes et endommagées sera exposée à la fin du chapitre.

Le cinquième et dernier chapitre exposera les conclusions générales et les perspectives de ce travail de thèse.

# **Chapitre 1 Etude bibliographique du transfert de gaz dans les roches argileuses en relation avec les phases d'excavation et de clôture d'un stockage souterrain**

## **Introduction**

L'étude bibliographique réalisée concerne deux problématiques associées à la réalisation et l'exploitation d'un stockage souterrain de déchets nucléaires : la problématique d'endommagement mécanique et celle du transfert de gaz. Nous présentons principalement cette dernière. Ce chapitre s'organise globalement en quatre parties :

- la présentation de notions fondamentales : la pression capillaire, le potentiel de l'eau dans un milieu poreux et la succion, la loi de Darcy, la loi de Fick et la loi de Henry ;
- la caractérisation physique des argilites du Callovo-Oxfordien du site de Meuse/Haute Marne : leur composition minéralogique, leur microstructure et les types d'eau dans ces matériaux argileux ;
- les transferts hydriques qui se développeront principalement pendant la création de stockage ;
- le transfert du gaz sous pression qui est un facteur de plus en plus important pour évaluer la sûreté d'un stockage souterrain après sa fermeture.

## **1 Les problématiques liées à la réalisation du stockage**

La conception, la réalisation et l'exploitation d'un stockage souterrain de déchets nucléaires est un processus multiphénomènes et qui nécessite une approche multidisciplinaire : mécanique, hydraulique, chimique, thermique, etc. Nous nous intéressons ici plus particulièrement à une partie du problème mécanique et au transfert de gaz.

### **1.1 La problématique d'endommagement mécanique**

Les différentes phases constituant la réalisation et l'exploitation d'un stockage souterrain de déchets nucléaires, tels que le creusement, le maintien de l'ouverture des ouvrages pour l'exploitation, la mise en place des colis de déchets et la fermeture du stockage correspondent respectivement à des sollicitations mécaniques différentes auxquelles sont associées des réponses du massif qui peuvent modifier ses caractéristiques. Le déconfinement des argilites suite à l'excavation constitue la principale sollicitation mécanique.

Le déconfinement instantané correspond à la réponse immédiate des argilites suite à l'excavation de l'alvéole. Il est lié à une augmentation du déviateur de contraintes dans le champ proche de l'ouvrage qui provoque :

- une diminution de la pression de pore dans les zones où il y a des déformations irréversibles ;
- une fissuration des argilites en paroi des ouvrages et éventuellement une fracturation (création d'une zone mécaniquement endommagée par rapport à la roche initiale, appelée «EDZ» ; qui sera discutée dans le chapitre 3).

Après l'excavation, le massif au voisinage des ouvrages continue à se déformer (déformations différées) dont l'amplitude sera maximale en cas d'absence de soutènement. Ces déformations différées peuvent induire un développement supplémentaire de la fracturation et de la fissuration initiée lors du creusement.

La stabilité d'ouvrage est étroitement liée à la géométrie, à l'extension et à l'intensité de l'EDZ, qui dépendent du comportement mécanique de la roche, de l'état de contraintes initial, et également de nombreux paramètres liés à l'ouvrage. La conception de l'ouvrage et du soutènement doit conduire à des conditions de stabilité permettant l'exploitation du stockage.

Le développement de l'EDZ constitue une zone particulière car ses propriétés ne sont pas mesurables a priori et parce que dans le concept multi-barrières du stockage, l'EDZ se situe à proximité des déchets.

### **1.2 La problématique du transfert de gaz dans le stockage**

La création d'un stockage, son fonctionnement et son évolution après fermeture vont induire la présence d'une phase gazeuse au contact de la formation hôte, suivant diverses conditions. Pendant la création et le fonctionnement du stockage, les principales sources et natures de gaz sont :

- l'atmosphère des galeries, libre ou confinée suivant que celles-ci sont ventilées ou isolées. Dans ce dernier cas la phase gazeuse est liée à un vide entre la galerie et son contenu ou à celle occupant la porosité d'un produit de scellement non saturé;
- des sous-produits gazeux liés à une activité microbienne ou bactérienne introduite depuis la surface ;
- des produits gazeux de réactions d'oxydation de certains minéraux (pyrite..).

Après fermeture du stockage, les sources de gaz possibles sont :

- la corrosion des emballages ferreux des colis qui génère principalement de l'hydrogène ;
- l'activité bactérienne ou microbienne sous réserve que des nutriments soient disponibles en quantités suffisantes ;
- le dégazage de la formation argileuse, essentiellement liée à la libération de gaz dissous dans le fluide interstitiel suite aux variations de température et de pression. Le flux exothermique lié à l'activité des colis devrait surtout induire une libération du CO<sub>2</sub> dissous, d'autres gaz (CH<sub>4</sub>) liés à l'évolution de la matière organique ou à des réactions chimiques de certains minéraux (pyrite).

Parmi l'ensemble des ces sources, les deux principales qui sont considérées pour analyser la problématique d'une phase gazeuse dans un stockage sont :

- l'atmosphère des galeries pendant la phase de fonctionnement ;
- la corrosion des emballages ferreux après la fermeture du stockage.

Pendant la phase de fonctionnement, les variations des conditions thermodynamiques de l'eau présente dans l'atmosphère des galeries induisent des échanges eau liquide et eau vapeur entre la formation et l'atmosphère de l'ouvrage. Ces échanges s'accompagnent d'un phénomène de retrait du matériau de la formation pour une phase de désaturation et d'un gonflement pour une phase de resaturation. C'est un problème couplant les comportements hydrique et mécanique du matériau de la formation hôte.

Du fait de sa très faible cinétique, la corrosion des emballages ferreux va s'effectuer sur une longue période (supérieure à 100 000 ans) et induire une production continue d'hydrogène. Par rapport une quantité limitée dissoute dans le fluide interstitiel, cette production continue d'hydrogène va s'accumuler dans les vides ou la porosité des produits de comblement où la pression de l'hydrogène va augmenter progressivement et induire un déplacement du fluide interstitiel saturant le proche environnement des colis puis celui de la formation hôte. La production de gaz étant lié à l'hydrolyse des éléments métalliques, la valeur de la pression de gaz peut être très élevée et conduire à une fracturation de la formation si aucun processus ne permet d'assurer une évacuation du gaz hors du stockage (diffusion, migration suivant les fissures de l'EDZ...). En raison de sa nature chimique (H<sub>2</sub>), un dégazage brusque serait dommageable pour la biosphère et il s'accompagnerait d'une fuite des déchets. Il est donc impératif d'éviter ces conséquences nocives.



## 2 Notions fondamentales

Dans les paragraphes suivantes, nous présentons une étude bibliographique sur le transfert de gaz, et nous présentons tout d'abord des notions fondamentales liées au transfert des fluides en milieux poreux afin d'expliquer les phénomènes du transfert de gaz.

### 2.1 Notions liées aux écoulements multiphasiques non miscibles

#### La tension superficielle

La tension superficielle est l'énergie qui existe à la surface de séparation de deux fluides non miscibles. Elle résulte de la non-identité des interactions moléculaires de part et d'autre de la surface de séparation. Elle s'exprime en  $\text{N.m}^{-1}$  et elle peut être calculée par la formule de Jurin, qui exprime la hauteur du liquide mouillant dans un tube capillaire :

$$h = \frac{2\gamma \cos \theta}{\rho g r} \quad 1.1$$

$\gamma$  tension superficielle [ $\text{N.m}^{-1}$ ] ;

$\theta$  angle de contact ;

$\rho$  masse volumique du liquide [ $\text{kg.m}^{-3}$ ] ;

$g$  accélération de la pesanteur [ $9,81 \text{ m.s}^{-2}$ ] ;

$r$  rayon du tube [m].

Différentes techniques existent pour quantifier ce paramètre comme les tensiomètres à lames ou à anneaux, les tensiomètres à pression de bulle maximale, les méthodes de goutte pendante etc. La tension interfaciale de l'eau pure est de  $72,8 \cdot 10^{-3} \text{ N.m}^{-1}$  à  $20^\circ\text{C}$ .

Ce paramètre dépend de la nature du fluide et des différents cations en solution. Ainsi pour les argilites où le fluide interstitiel présente une certaine concentration en cations K, Na, Cl etc..., la valeur de la tension interfaciale sera plus petite.

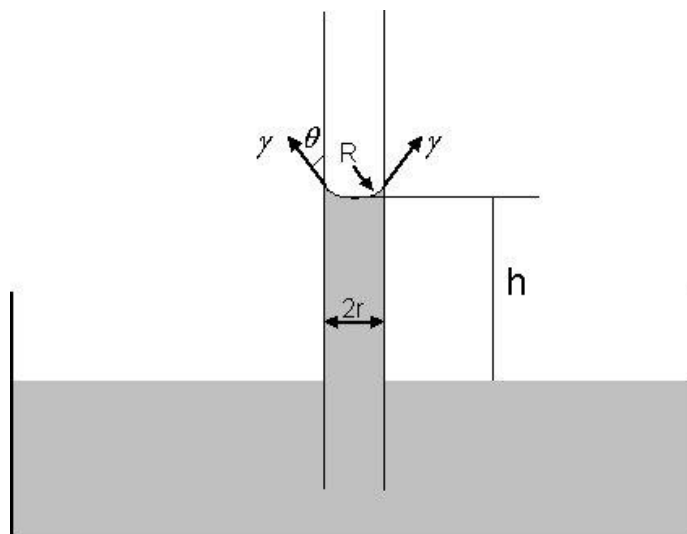


Figure 1-1 : Schéma de la hauteur d'ascension capillaire définie par la loi de Jurin

## Pression de disjonction

Lorsque l'épaisseur d'un film de liquide séparant deux milieux diminue et devient inférieure à la distance pour laquelle l'attraction moléculaire est significative, la tension interfaciale tendrait à diminuer en raison de la diminution du nombre de molécules interagissant. Dans ce cas, l'énergie résultant de l'interaction entre les molécules des milieux séparés s'appelle la pression de disjonction. Elle est définie à partir du travail nécessaire pour modifier l'épaisseur du film fluide. Son expression est :

$$\Pi_d(h) = -\frac{dW}{dh} \quad 1.2$$

où  $W$  est le travail pour augmenter l'épaisseur du film,  $h$ , de  $h$  à  $h+dh$ .

Une expression analytique générale est :

$$\Pi_d(h) = \frac{A_H}{h^m} \quad 1.3$$

avec  $m$  exposant fonction de la nature des forces d'attraction dominante :  $m = 3$  dans le cas de forces de van der Waals ;  $m = 2$  dans le cas de forces électrostatiques ;

$A_H$  constante caractéristique, dite constante d'Hamaker.

Des montages expérimentaux ont été mis au point par des scientifiques russes (Derjaguin, Churaev, 1978) et bulgares (Platikanov et al, 1987) dans les années 60-80 pour mesurer cette pression par des moyens 'mécaniques'.

## Pression capillaire

Lorsque deux fluides ou plus coexistent dans un système de capillaires, la combinaison de leur tension interfaciale et de la courbure causée par ces dernières imposent des pressions différentes pour chacune des phases fluides. On appelle pression capillaire la différence entre les pressions deux phases fluides non miscibles. Elle peut être évaluée avec la loi de Laplace :

$$P_c = \gamma \left( \frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) \quad 1.4$$

avec  $P_c$  : la pression capillaire ;  $\gamma$  : la tension superficielle ;  $r_1, r_2$  : les rayons de courbures principaux de l'interface.

Cette définition peut apporter des difficultés pour expliquer physiquement l'état du liquide, parce que le liquide (eau par exemple) ne peut subir de fortes pressions négatives (-1000 MPa) en raison du phénomène de la cavitation intervenant sous de faibles pressions négatives. De nombreuses études (L. Mercury et Y. Tardy, 2001, 2004 ; N. R. Tas et al, 2003 ; D. Quéré, 1997 ; Q. Zheng et al, 1991 ; etc.) ont été réalisées sur les pressions négatives de l'eau.

Niels R. Tas a expliqué la possible existence d'une importante pression négative sans cavitation dans des nano tubes et il a défini une notion de rayon critique. Zheng et al a confirmé en laboratoire que l'eau peut supporter une pression inférieure à -140 MPa à 42°C ; la limite théorique de la tension de l'eau serait comprise entre 50 et 300 MPa.

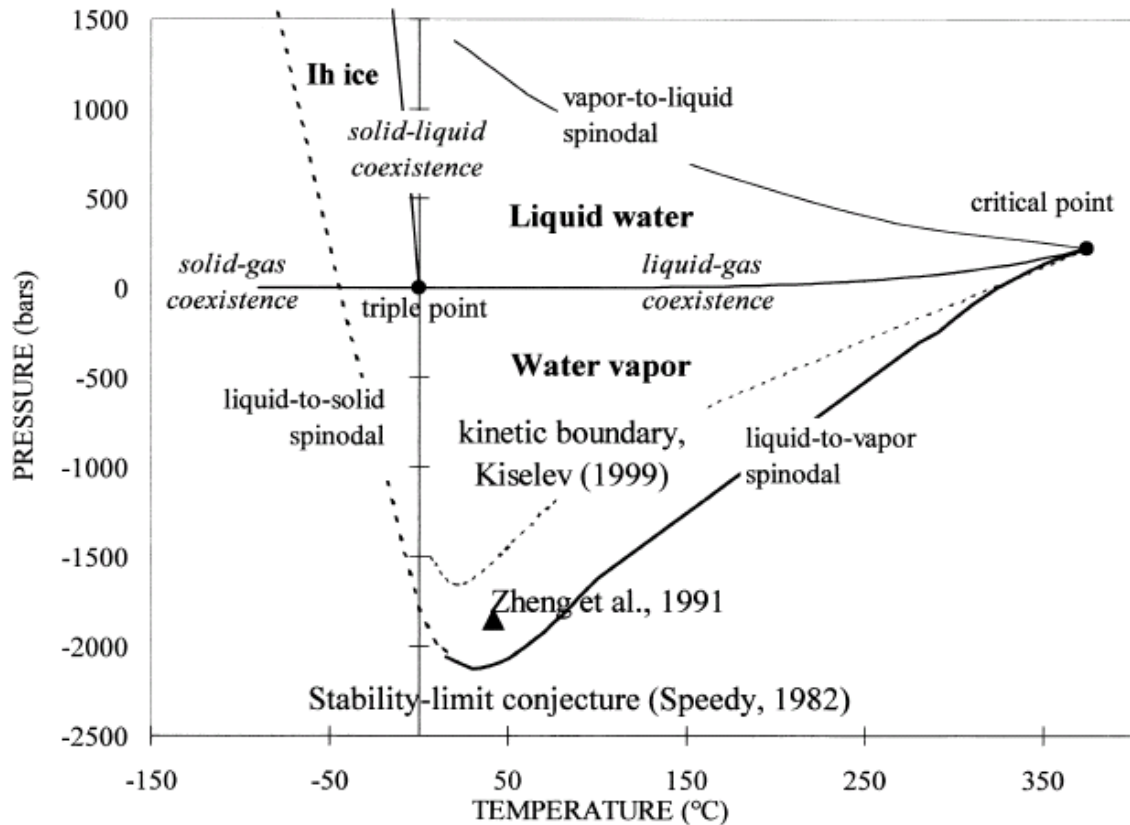


Figure 1- 2 : Courbe théorique de la limite de stabilité d'état de l'eau liquide et valeur expérimentale extrême de la pression négative d'eau liquide (Lionel, 2001)

## 2.2 Le potentiel de l'eau en milieu poreux et la succion

Les molécules d'eau du fluide interstitiel d'un milieu poreux (Buckingham, 1907 ; Bolt et Miller, 1958 et Hillel, 1998) possèdent un potentiel dont la valeur peut se calculer sous la forme d'une somme de potentiels :

- potentiel gravitaire et de pression (équivalent à la notion de charge hydraulique) ;
- potentiel pneumatique (lié à la pression totale de l'atmosphère en contact avec le matériau) ;
- potentiel capillaire (liée à la différence de pression de part de d'autre d'un ménisque séparant la vapeur d'eau d'une eau pure saturant la porosité) ;
- potentiel osmotique (lié à la composition chimique du fluide interstitiel) ;
- potentiel d'absorption (lié aux interactions entre les composants du fluide interstitiel et les surfaces des minéraux).

La charge hydraulique, le potentiel pneumatique et le potentiel capillaire sont explicitables et donc calculables. Par contre les potentiels d'absorption et osmotique ne sont pas calculables. Pour les argilites, le potentiel du fluide interstitiel est la somme des potentiels matriciel *stricto-sensu*, osmotique et d'absorption.

Le potentiel matriciel *stricto-sensu*  $\psi_p^m$  est lié la pression capillaire, qui est définie par la loi de Young-Laplace.

$$\psi_p^m = V_w P = V_w (P_a - P_c) = -V_w \gamma \left( \frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) \quad 1.5$$

$P_a$  est la pression atmosphérique, dans l'état standard et qui est prise comme origine des pressions et égale à 0,  $P_c$  est la pression capillaire,  $P$  est la pression de l'eau dans le pore et l'exposant  $m$  signifie la matrice des pores,  $V_w$  le volume spécifique partiel [ $\text{m}^3 \text{kg}^{-1}$ ].

Le potentiel osmotique est donné par la relation suivante

$$\psi_0 = -V_w \Pi \quad 1.6$$

$\Pi$  pression osmotique, qui se définit comme la pression minimale qu'il faut exercer pour empêcher le passage d'un solvant d'une solution moins concentrée vers une solution plus concentrée au travers d'une membrane semi-perméable.

En négligeant le potentiel d'absorption, le potentiel total est égal à :

$$\psi = \psi_0 + \psi_p^m = -V_w (P_c + \Pi) \quad 1.7$$

Par rapport à un système en équilibre (eau-vapeur d'eau) de référence, le potentiel d'énergie des molécules d'eau dans l'atmosphère peut être aussi défini par :

$$\psi = \frac{RT}{M_w} \ln \left( \frac{P_{v\_atm}}{P_{v\_sat}} \right) = \frac{RT}{M_w} \ln \left( \frac{HR}{100} \right) \quad 1.8$$

avec :

- $R$  constante des gaz [ $8,314 \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$ ] ;
- $T$  température [K] ;
- $M_w$  masse molaire de l'eau [ $\text{kg}\cdot\text{mol}^{-1}$ ] ;
- $P_{v\_atm}$  pression partielle  $\text{H}_2\text{O}$  dans l'atmosphère [Pa] ;
- $P_{v\_sat}$  pression de vapeur saturante de  $\text{H}_2\text{O}$  [Pa] ;
- $HR$  humidité relative [%].

Il faut noter que l'humidité relative est le rapport entre la pression partielle de la vapeur d'eau rapporté à la pression de la vapeur d'eau saturante à la température considérée. Elle s'exprime en pour-cent (%).

$$HR = \frac{P_{v\_atm}}{P_{v\_sat}} * 100 \quad 1.9$$

Elle ne dépend que la température.

## Succion

En comparant les relations (1.7) et (1.8), on peut en déduire la notion de succion, qui a été définie en science du sol en 1965, à partir d'une approche thermodynamique, comme une énergie potentielle comparable à la charge hydraulique dans les sols saturés.

$$S_t = P_c + \Pi = -\frac{RT}{V_w M_w} \ln \left( \frac{P_{v\_atm}}{P_{v\_sat}} \right) \quad 1.10$$

Au contraire de la notion de la pression négative, qui est difficile à comprendre pour un état liquide de l'eau, la succion est quantifiée par une valeur positive. On parle également parfois de pression capillaire, terme propre aux actions capillaires, mais qui n'est pas adapté pour les sols fins.

En fait, la succion est une notion qui simplifie la complexité des phénomènes physiques. Elle n'est pas une quantité réellement mesurable, mais elle ne correspond qu'à une certaine énergie.

## 2.3 Les lois phénoménologiques de transfert en milieu poreux

### 2.3.1 Loi de Darcy pour un écoulement en milieu poreux saturé

Cette relation a été établie par Henri Darcy en 1856. En étudiant le débit de fluide recueilli après percolation d'eau à travers une colonne de sable (*Figure 1- 3*), Darcy déduisit cette loi phénoménologique :

$$Q = -K \cdot A \frac{\Delta h}{L} \quad 1. 11$$

$Q$  débit volumique du fluide, [ $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ ] ;

$\Delta h$  différence de charge de l'eau entre le sommet et la base du massif sableux, [m] ;

$A$  et  $L$  section et épaisseur du massif sableux, [m] ;

$K$  coefficient de perméabilité, [ $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ ], appelé aussi conductivité hydraulique par les hydrogéologues.

Si l'on note  $v = \frac{Q}{A}$  la vitesse filtration et  $i = \frac{\Delta h}{L}$  la perte de charge par unité de longueur du milieu poreux traversé, encore dénommé gradient hydraulique, on obtient une expression plus simple :

$$v = -K \cdot i \quad 1. 12$$

qui peut être étendue sous forme vectorielle :

$$\vec{v} = -\vec{K} \cdot \vec{\text{grad}} h \quad 1. 13$$

Cette loi se base sur les hypothèses suivantes :

- les forces d'écoulement dues à la viscosité prédominent sur les forces d'inertie ;
- l'écoulement du fluide est supposé laminaire ;
- le fluide d'infiltration est inerte vis-à-vis du milieu poreux, c'est-à-dire qu'il n'y a aucune interaction chimique ou physique entre le fluide et le matériau.

Le coefficient de perméabilité  $K$  dépend des propriétés du milieu poreux et de celles du fluide. On utilise la notion de perméabilité intrinsèque,  $k$ , indépendante des caractéristiques des fluides. La relation entre le coefficient de perméabilité  $K$  et la perméabilité intrinsèque,  $k$  est :

$$k = K \cdot \frac{\mu}{\rho g} \quad 1. 14$$

avec  $\mu$  la viscosité dynamique du fluide [ $\text{Pa} \cdot \text{s}$ ] et  $\rho$  la masse volumique du fluide [ $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ ].

Dans le système SI, l'unité de la perméabilité intrinsèque est le  $\text{m}^2$ . Dans le domaine pétrolier elle est exprimée en Darcy ( $1 \text{ Darcy} = 10^{-12} \text{ m}^2$ ).

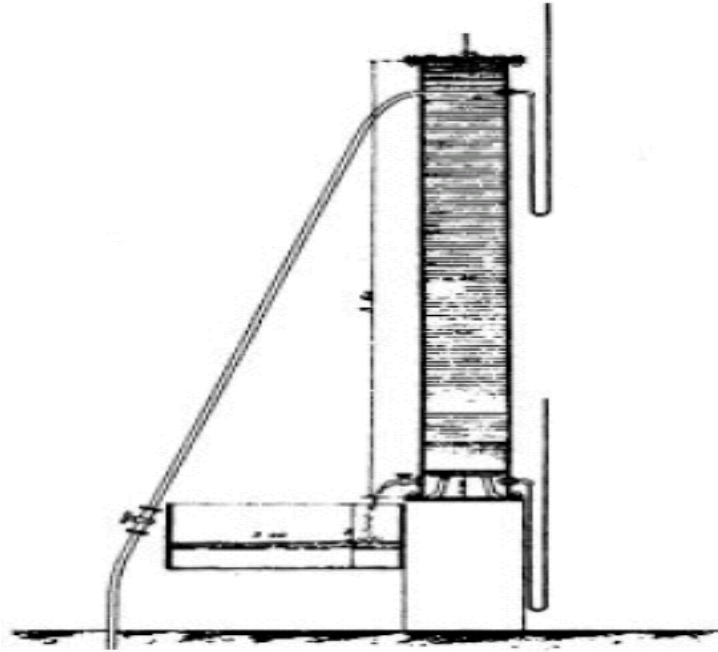


Figure 1- 3 : Schéma de l'expérience de Darcy réalisée en 1856 (in Jacob Bear, 2006)

### **Perméabilité relative en milieu poreux non saturé**

Lorsque deux fluides ou plus s'écoulent simultanément dans un milieu poreux, l'écoulement est encore décrit par la loi de Darcy en considérant l'écoulement de chaque fluide comme un écoulement homogène. On appelle alors perméabilité effective  $K_e$ , la capacité du milieu poreux à transmettre un fluide en présence d'un autre fluide. La perméabilité relative  $k_r$  par rapport à un fluide est la perméabilité effective  $K_e$  divisée par la perméabilité du milieu poreux saturé par ce seul fluide  $K_0$ .

$$k_r = K_e / K_0 \quad 1. 15$$

La perméabilité relative est un facteur correctif, fonction du degré de saturation du fluide considéré, qui permet de relier le flux effectif à celui qui se serait établi pour la même dissipation d'énergie si le milieu était totalement saturé par le fluide considéré :

$$v_i = k_r^i(S_r^i) K_0 \text{ grad } h_i \quad 1. 16$$

avec  $k_r^i$  perméabilité relative par rapport au fluide  $i$  (sans unité) ;  
 $S_r^i$  degré de saturation en fluide  $i$  (sans unité) ;  
 $K_0$  perméabilité au fluide considéré dans le cas saturé.

En pratique, il est délicat de réaliser un écoulement simultané de deux ou plusieurs fluides avec un contrôle du gradient de charge pour chaque fluide. La pression capillaire liée à la différence de pression entre les fluides n'est pas prise en compte explicitement dans la notion de la perméabilité relative. La pression capillaire influence la distribution des fluides et elle peut même conduire à un passage de l'état continu à l'état non continu du fluide considéré. Quand une phase n'est pas continue, la perméabilité effective n'a plus de sens. Donc les notions de perméabilité et de perméabilité relative ne reflètent pas les phénomènes physiques au niveau microscopique. Ce sont des notions macroscopiques.

### 2.3.2 Loi de Fick

La loi de Fick permet de quantifier un autre mécanisme de transport de masse dans un milieu poreux qui correspond à un transfert de particules depuis les zones à concentration élevée vers les zones à faible concentration. Ce phénomène s'appelle aussi la diffusion. Cette loi peut être écrite sous la forme :

$$\vec{J} = -D_e \cdot \vec{\nabla} C \quad 1. 17$$

$D_e$  est le coefficient de diffusion effectif,  $\vec{J}$  est le flux de particules dans le milieu considéré et  $C$  est la concentration de particules dans le milieu considéré.

Dans le cas d'un gaz, le gradient de concentration,  $\vec{\nabla} C$ , peut aussi être le gradient de pression de l'espèce  $C$ ,  $\vec{\nabla} P$ .

En considérant un bilan local de masse, le transfert par diffusion de particules peut s'écrire :

$$\frac{\partial C}{\partial t} + \vec{\nabla} \vec{J} = 0 \quad 1. 18$$

En incorporant la loi première dans la formule au-dessus (1.18), nous obtenons la forme de la seconde loi de Fick

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D_e \nabla^2 C \quad 1. 19$$

### 2.3.3 Loi de Henry

Cette relation établie par William Henry en 1803 établit que la concentration maximale d'un gaz en solution est proportionnelle à la pression partielle de ce gaz dans la phase gazeuse en contact avec la solution. Elle s'écrit :

$$X_i = \frac{P_i}{K_{Hi}} \quad 1. 20$$

$X_i$  fraction molaire du gaz  $i$ , c'est le rapport de nombre de moles du gaz  $i$  au nombre total de moles de la solution ;

$P_i$  pression partielle du gaz  $i$  dans la phase gazeuse égale au produit de la pression totale de la phase gazeuse par la fraction représentative de la composition volumique (ou molaire) ;

$K_{Hi}$  constante de Henry du gaz  $i$  (Pa). Ce coefficient est fonction de la température (Wilhelm, 1977 ; Barenko, 1989 ; Alvarez et al, 1988 , voir *Figure 1-4*).

Les données expérimentales montrent que l'hydrogène, l'hélium, et l'azote ont une faible solubilité dans l'eau (*Figure 1-4*). Ainsi à une pression de 5 MPa et une température de 30°C, la solubilité de l'hydrogène par exemple est de l'ordre de 37 mol.m<sup>-3</sup> d'eau.

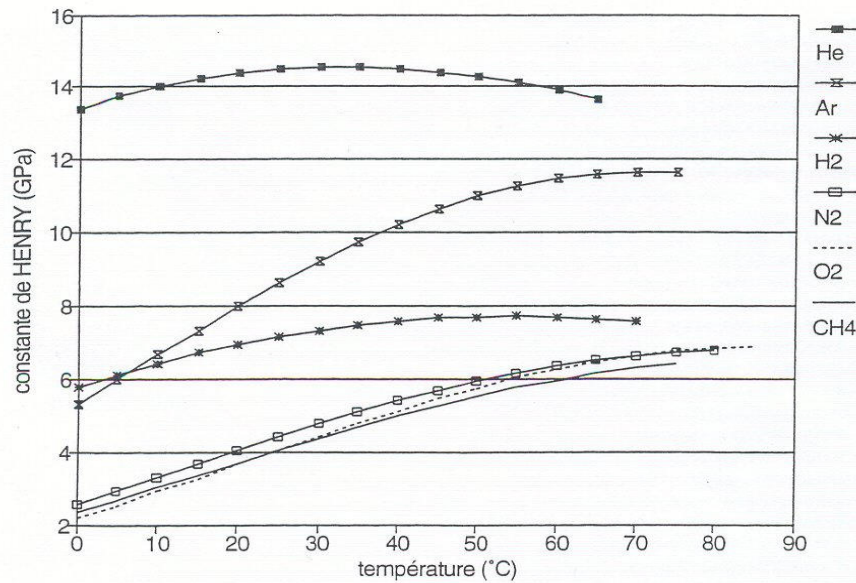


Figure 1-4 : Solubilité des gaz dans l'eau en fonction de la température (Wilhelm,1977, in V. Rebour 1995)

La diffusion des gaz dissous dans le fluide interstitiel des argilites saturés peut donc être décrite par deux paramètres : le coefficient de diffusion et le coefficient de solution ; ce processus sera étudié et simulé dans le chapitre 3.

### 3 Caractérisation physique des argilites du Callovo-oxfordien

Le Callovo-Oxfordien est représenté par une couche argileuse âgée de 150 millions d'années dans le Bassin de Paris. Au niveau de la commune de Bure (Meuse/Haute-Marne), elle se situe entre 420 et 550 mètres de profondeur, suivant le contexte géologique présenté sur la Figure 1-5.

Les argilites du Callovo-Oxfordien contiennent en moyenne 40 à 45 % de minéraux argileux, dont cinq types sont représentés : illites, interstratifiés réguliers R1 illite-smectite, interstratifiés irréguliers R0 illite-smectite, chlorite et kaolinite. Les carbonates et le quartz sont présents dans une proportion de 40 à 55 %, les minéraux accessoires constituant moins de 5 % du total. (ANDRA 2005 TOME 1).

Selon les études géomécanique réalisées par l'ANDRA, la couche d'argilite peut être découpée en 5 unités géomécaniques homogènes (notées de A à E) (Figure 1-6). Parmi ces unités, l'unité médiane, unité C, dans laquelle seront implantés les ouvrages d'un laboratoire souterrain, se caractérise par une argilosité maximale, ce qui se traduit par une plus grande déformabilité et une plus grande homogénéité des propriétés mécaniques, qui sont présentées dans le Tableau 1-1.



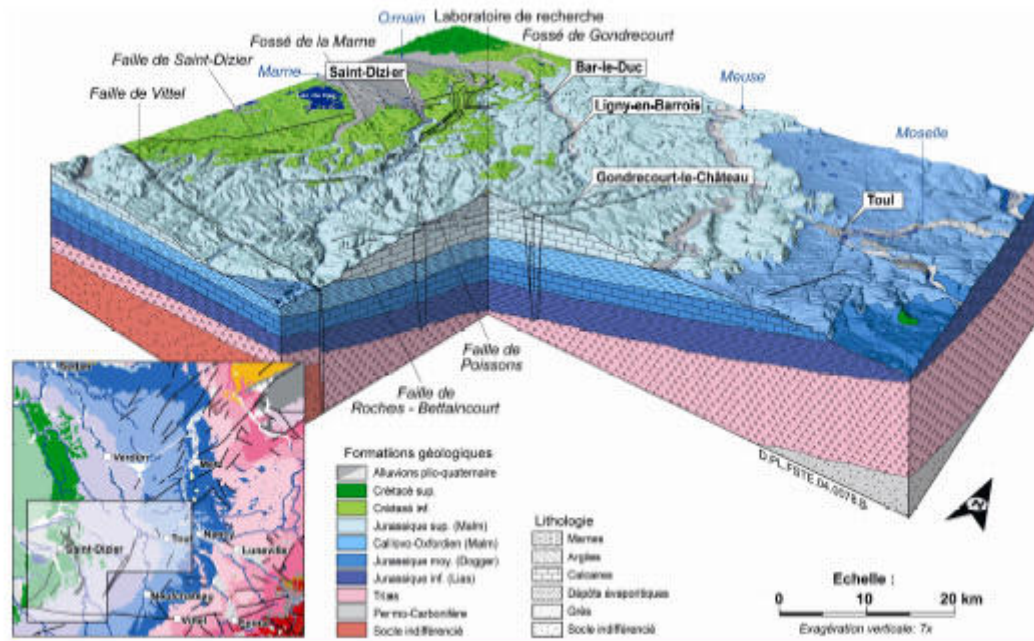


Figure 1-5 : Disposition générale des formations géologiques au droit du site Meuse/Haute-Marne (ANDRA Dossier 2005 Tome 1)

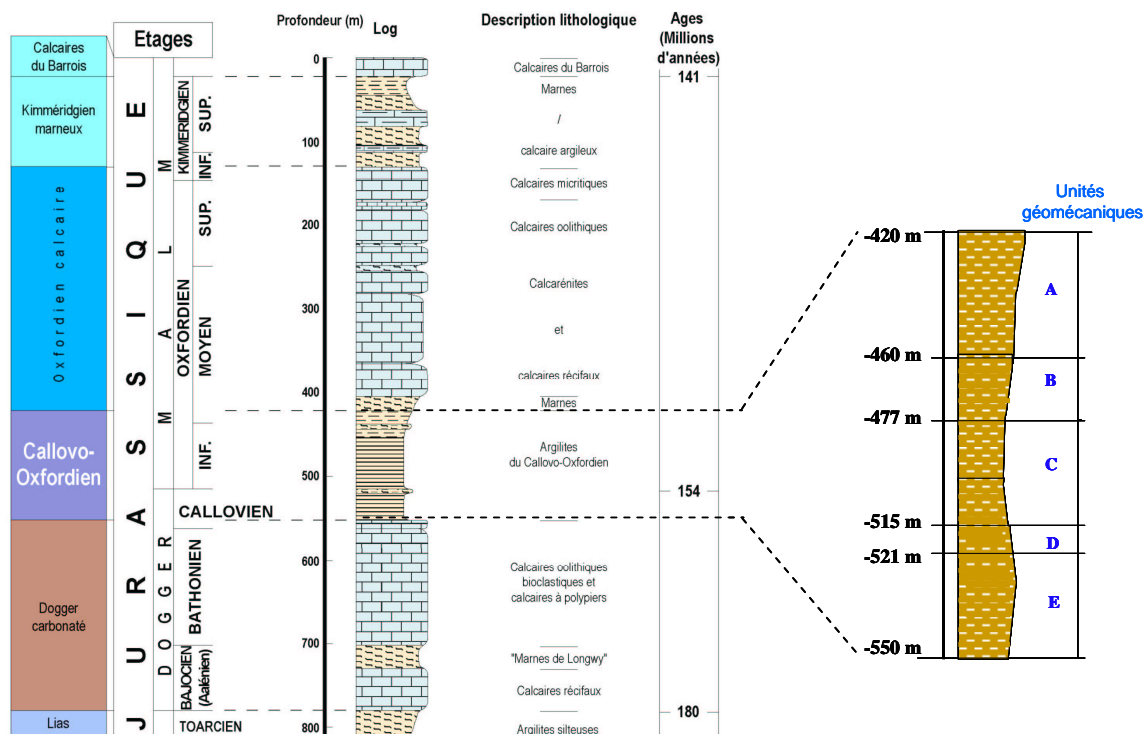


Figure 1-6 : Coupe géologique au niveau du site de Meuse/Haute-Marne et définition des unités géomécaniques des argilites du Callovo-Oxfordien (ANDRA Dossier 2005 Tome 1)

Tableau 1-1 : Caractéristiques physiques et mécaniques courantes des argilites de l'unité géomécanique C située au milieu de la couche d'argilites du Callovo-Oxfordien (Su 2005)

Paramètres	Unité	Moyenne
Poids volumique apparent	kN m <sup>-3</sup>	2400
Porosité totale	%	18
Résistance en compression uniaxiale	MPa	21
Module d'Young	MPa	4500
Conductivité thermique	W m <sup>-1</sup> °C <sup>-1</sup>	1,3 (⊥ à la stratification) 1,9 (// à la stratification)
Chaleur spécifique	J °C <sup>-1</sup> Kg <sup>-1</sup>	1100
Conductivité hydraulique	m s <sup>-1</sup>	5.10 <sup>-13</sup> à 5.10 <sup>-14</sup>

### 3.1 Microstructure des argiles

La microstructure du matériau et l'état de l'eau influence directement le comportement mécanique. Donc dans cette partie, nous présenterons la microstructure des argiles et l'état de l'eau dans les roches argileuses.

Les minéraux argileux sont des silicates hydratés appartenant au groupe des phyllosilicates, c'est-à-dire qu'ils sont constitués par un empilement de feuillets. Ces feuillets sont formés par un arrangement de deux unités structurales de base : unité structurale siliceuse ou tétraédrique (T) et unité alumineuse ou octaédrique (O).

L'unité tétraédrique est formée d'un atome de silice (Si<sup>4+</sup>) entouré par quatre atomes d'oxygène (O<sup>2-</sup>). L'épaisseur de cette unité est de 4,6 Å (Figure 1-7). L'unité octaédrique est composée d'un atome d'aluminium (Al<sup>3+</sup>) ou parfois de magnésium (Mg<sup>2+</sup>) entouré par 6 groupes hydroxydes (OH<sup>-</sup>). Son épaisseur est de 5,05 Å (Figure 1-8).

Formés par la combinaison de ces deux unités structurales, les minéraux argileux sont classés en deux types : le type 1:1 ou TO composé d'une couche tétraédrique T liée à une couche octaédrique O, ces argiles, dont l'unité structurale de base est dissymétrique, sont représentés par le groupe des kaolinites et des serpentines, leur épaisseur moyenne est de 0,7 nm ; le type 2 :1 ou TOT, ces argiles, dont l'unité structurale de base est symétrique, comportent de nombreux groupes (illite, smectites, interstratifiés, chlorites et montmorillonite), l'épaisseur moyenne est de 1 nm. Ces arrangements, TO et TOT, constituent des feuillets élémentaires.

Les principales familles des minéraux argileux dans l'argilite du Callovo-Oxfordien sont les kaolinites, les illites, les smectites, les chlorites et les interstratifiés. Une représentation schématique des différentes familles est présentée sur la Figure 1-9. Il faut noter que les smectites sont très sensibles à l'eau et qu'elles sont à l'origine des propriétés de gonflement de ce matériau.

Dans les smectites, les atomes Si de la couche tétraédrique sont remplacés par des Fe, Cr et Zn dont la valence est plus faible. De plus les cations compensateurs sont très mobiles et donc facilement échangeables. Les feuillets sont faiblement liés si bien que leur empilement au sein d'une particule argileuse est relativement désordonné et que des couches d'eau peuvent s'insérer entre les feuillets élémentaires.

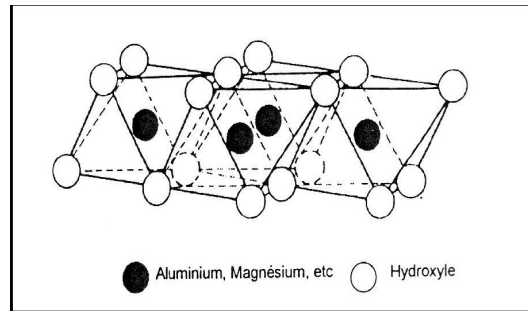
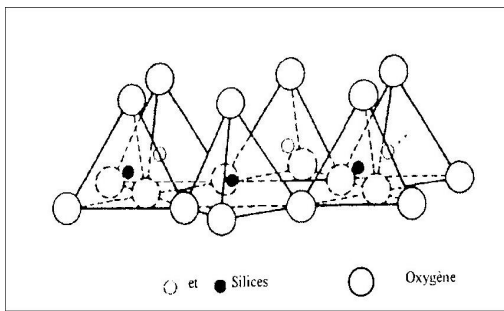


Figure 1-7 : Feuille tétraédrique (T)      Figure 1-8 : Feuille octaédrique (O)

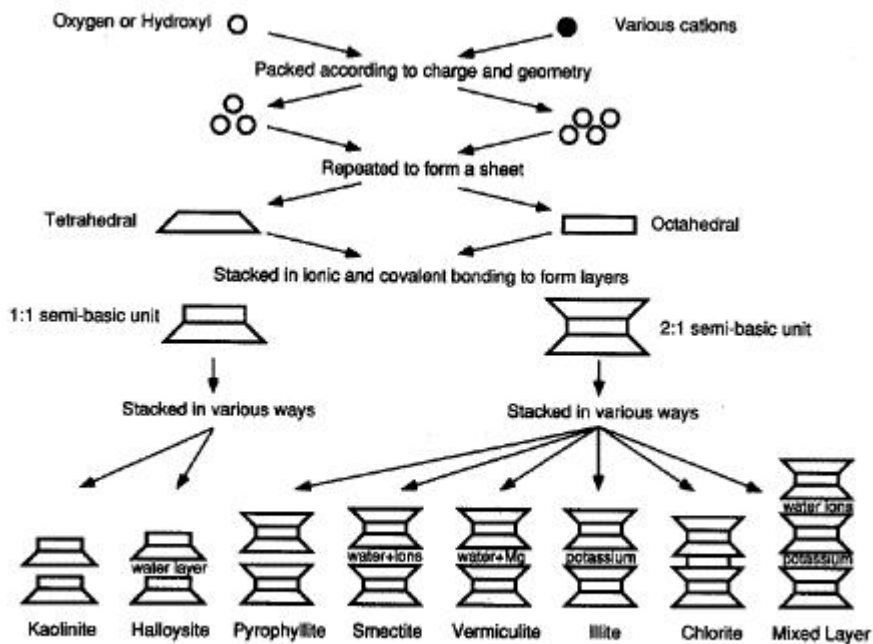


Figure 1-9 : Représentation schématique de quelques groupes de minéraux argileux (Grim, 1968 in Gaombalet, 2004)

### 3.2 Type de l'eau dans les matériaux argileux

L'eau influence considérablement le comportement des roches argileuses du fait des interactions spécifiques entre les molécules d'eau et les minéraux argileux. En fonction de leur degré de liaison aux particules solides et de leur mobilité, on peut distinguer dans un milieu poreux saturé en eau les différents types d'eau suivants :

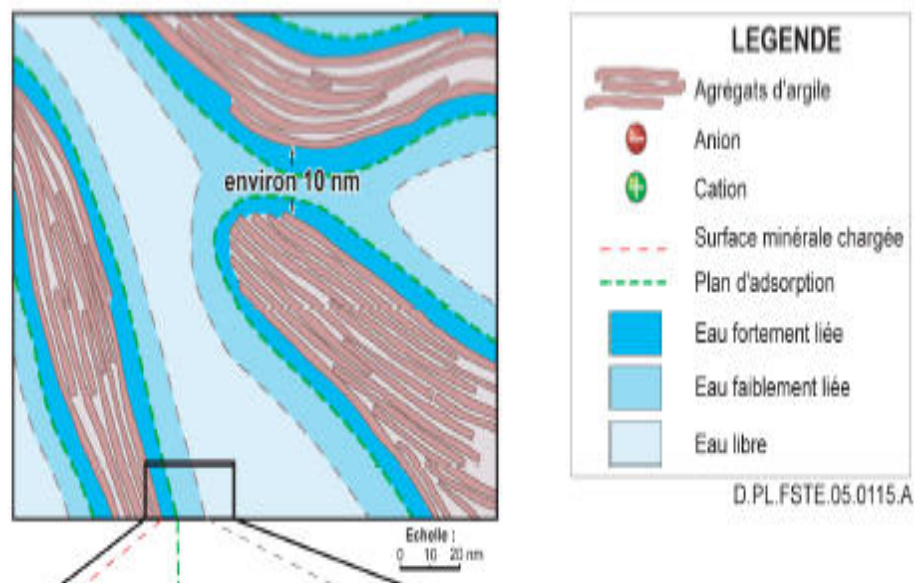
- L'eau libre, dont les propriétés sont indépendantes du solide. Elle est présente essentiellement dans les macro-pores et elle est en mouvement sous l'effet des seules forces gravitaire et de pression.
- L'eau capillaire, qui se trouve principalement dans les espaces interagrégats et éventuellement dans l'espace interparticulaire de matériaux argileux non saturés. Il est à noter l'existence d'un phénomène de condensation capillaire dans les matériaux argileux du fait que la coexistence d'eau sous deux formes : la vapeur d'eau dans la phase gazeuse et la phase liquide de fluide interstitiel. Quand la pression de vapeur

est supérieure à la pression saturante à une température constante, la vapeur d'eau peut se condenser.

- L'eau adsorbée : les molécules d'eau peuvent être adsorbées à la surface de grains, de particules argileuses ou de paquets de feuillets par des liaisons hydrogènes, par adsorption polaire ou par des forces de Van der Waals. L'eau adsorbée dépend fortement du champ de surface du solide, de la distribution des charges superficielles des anions et des cations du fluide interstitiel.
- L'eau interfoliaire, qui se trouve dans l'espace interfoliaire, est associée aux minéraux argileux gonflants (smectites). Sa quantité dépend de l'humidité relative du milieu, de l'activité de l'eau, de la nature des minéraux argileux, de la densité de charge et de la nature des cations interfoliaires. La théorie de la double couche diffuse permet d'expliquer sa répartition.
- L'eau structurale qui comprend les hydroxyles structuraux fixes et dont la quantité est indépendante de l'état d'hydratation (eau de constitution).

La distinction entre ces différents types d'eau est parfois purement fictive et elle n'est pas stricte.

L'état de l'eau dans les argilites peut être représenté schématiquement comme sur la *Figure 1-10*. Sur cette figure, l'eau faiblement liée représente l'eau capillaire, qui se trouve principalement dans les pores de 20 à 30 nm et qui ne peut être extraite du milieu qu'en le désaturant ; l'eau fortement liée présente l'eau absorbée, qui est liée les pores avec les tailles en l'ordre de quelques nanomètres et qui peut être mobilisé sous les succions d'au moins quelques dizaines de MPa.



*Figure 1-10 : Différents états de l'eau dans l'espace poral de l'argilite du Callovo-Oxfordien (ANDRA Dossier 2005)*

### 3.3 Caractéristiques de l'espace poreux des argilites du Callovo-Oxfordien

Une caractéristique importante des argilites du Callovo-Oxfordien vis-à-vis des problématiques étudiées est la porosité, dont la définition et la quantification diffèrent suivant les principes de mesure mis en œuvre (porosité au mercure, porosité au pycnomètre hélium, porosité mesurée par séchage, porosité pétrole, etc...), ou suivant les phénomènes étudiés (porosité ouverte, porosité cinématique associée à l'écoulement d'un fluide, porosité utilisée dans le couplage hydromécanique). La porosité totale, généralement utilisée, représente le rapport entre le volume des pores  $V_v$  et le volume total  $V_t$ . Le volume total est par ailleurs composé du volume de la phase solide  $V_s$  et du volume des pores  $V_v$ .

$$n = \frac{V_v}{V_t} = \frac{V_v}{V_s + V_v} \quad 1.21$$

La porosité totale (connectée et occluse) englobe la porosité primaire acquise lors de la formation de la roche et la porosité secondaire liée à des processus de dissolution recristallisation de fissuration ou de fracturation.

Pour un milieu dont le volume des pores est fonction de la nature et de la quantité des fluides les saturant, tels que des sols ou des roches présentant des propriétés de retrait et de gonflement, l'indice des vides  $e$ , qui est le rapport du volume des vides sur le volume de la phase solide, est une caractéristique plus intrinsèque que la porosité, car le volume total est variable pendant la désaturation et resaturation.

La relation liant la porosité  $n$  et l'indice des vides  $e$  est donnée par la formule suivante :

$$n = \frac{e}{1 + e} \quad 1.22$$

Différentes méthodes peuvent être utilisées pour déterminer la taille des pores et leur volume. Elles se différencient par leur limite de résolution (*Tableau 1-2*). Les pores de taille inférieure à la limite de chaque méthode ne sont pas alors comptabilisés dans le volume des pores.

Pour quantifier la porosité il est donc nécessaire de mesurer deux des trois volumes suivants : volume des pores  $V_v$ , volume total  $V_t$  et volume de la phase solide  $V_s$  sur un échantillon dont la porosité sera saturée par un seul fluide, liquide ou gaz suivant la mesure. La succession des mesures nécessite d'éliminer le fluide interstitiel par évaporation. Ceci est réalisé par un séchage dans une étuve à 105°C qui permet, pour des matériaux argileux, de ne pas modifier la phase solide car pour cette température l'eau de constitution des minéraux argileux est préservée. Par contre l'arrangement des particules et donc la taille des pores seront perturbés du fait de l'élimination de l'eau d'absorption et des variations de la concentration du fluide interstitiel pendant le séchage. Pour éviter ces artefacts, on peut utiliser d'autres méthodes et en particulier la lyophilisation qui consiste en une congélation ultra-rapide du liquide interstitiel à très basse température pour obtenir une solidification sans expansion puis une sublimation de cette glace sous vide sans déplacement relatif des particules du fait de l'absence d'interfaces gaz-liquide donc de forces capillaires ou de gradients de concentration.

Cette dernière méthode est à préférer car elle permet une conservation de la texture du matériau. En cas de séchage, un séchage graduel et lent ou à température inférieure à 105°C est conseillé, mais de l'eau, principalement d'absorption, subsiste. Si nécessaire cette dernière peut être éliminée sous vide secondaire.

Tableau 1-2: Limite de résolution des différentes méthodes de déterminer la taille des pores

Méthode	microscopie optique	M.E.B - M.E.T	Porosimétrie au mercure
Limite de résolution	2-3 $\mu\text{m}$	10nm – 1nm	3-4 nm

La porosimétrie au mercure permet une quantification indirecte de la distribution des pores. Le mercure pénètre depuis la surface externe d'un échantillon dont la porosité est vide de tout fluide sous l'effet d'une augmentation continue de sa pression. Ceci permet de relier la pression d'injection et à une taille des accès aux pores d'après la théorie capillaire appliquée au couple de fluides mercure-vide. Pour chaque palier de pression, le volume de mercure injecté quantifie le volume de pores associés au rayon d'accès correspondant à la pression capillaire courante. Le volume total injecté est une estimation, par défaut, du volume des vides du matériau car les pores inférieurs à la limite de résolution ne sont pas pris en compte.

D'autres problèmes d'interprétation et de quantification se posent aussi : le mercure ne peut être injecté dans la porosité non connectée, la taille des accès aux pores est déterminée par un modèle de ceux-ci sous forme de cylindres, le volume associé à une taille d'accès de pores négligent les conditions d'accessibilité par des pores de tailles inférieures ; les très fortes valeurs de pression d'injection, jusqu'à 400 MPa, modifient le volume de la phase solide dont on peut s'affranchir par des corrections liées à la compressibilité des minéraux, mais génèrent aussi de très importants gradients de contraintes entre parties injectées et parties non injectées qui peuvent modifier la texture, voire créer une nouvelle porosité suite à un écrasement ou une fissuration locale du matériau. De nombreux chercheurs ont étudié la validité de cette méthode dans le cas de matériaux très poreux ou finement divisés, comme c'est le cas pour les argilites et ils ont estimé que l'erreur due à de tels phénomènes serait inférieure de 5 % (Hildenbrand 2003 et ANDRA Dossier 2005).

La compilation de l'ensemble des mesures sur des échantillons d'argilites et en forage avec différentes méthodes montre que la porosité totale des argilites du Callovo-Oxfordien au niveau du site du laboratoire de Bure varie entre 14 % pour les niveaux plus carbonatés et 19,5 % pour les niveaux les plus argileux.

La synthèse des différentes méthodes de mesure de la porosité a permis d'établir un modèle conceptuel de distribution de la porosité qui est représenté sur la *Figure 1-11*. La porosité totale moyenne est de 18 % et elle se répartit en 10 % de macropores (> 50 nm), 86 % de mésopores (2 à 50 nm) et 4 % de micropores (< 2 nm). (ANDRA 2005 TOME 1).

La *Figure 1-12* présente des courbes de distribution pométrique des argilites MHM obtenue par injection de mercure. Il apparaît deux familles principales d'accès de pores (50-20 nm) et 8 nm correspondant, respectivement, à des pressions capillaires de 8,2 MPa et 36 MPa pour le couple de fluides eau-air. Pour des pressions capillaires inférieures à ces valeurs, mais supérieures à la pression d'entrée d'air, estimée à 2,5 MPa, d'après ces courbes, une très faible partie de la porosité se désature. L'interprétation des courbes d'extrusion a conclu à la présence de pores de grande taille (2  $\mu\text{m}$ ) au niveau des contacts grains-matrice mais ceux-ci ne se désaturent pas lors d'un drainage car ils sont isolés par des pores de plus petites tailles dans la matrice.

La porosité du matériau et la taille de pores influence directement la capacité de transfert de masse de fluides. A une très petite taille des pores du matériau sera liée une très faible perméabilité et une pression d'entrée d'air élevée, mais aucune relation explicite ne peut être



établie entre ces éléments. Sous l'effet de sollicitations telles qu'un fort déviateur de la contrainte effective ou que celles générées par la corrosion chimique ou par le retrait et la dilation thermiques, l'endommagement induit par ces sollicitations modifiera la porosité du matériau par la création de micro-fissures ou fractures dont la taille sera très grande par rapport à la taille des pores de l'argilite. L'influence de cette porosité d'endommagement sur les caractéristiques de transport de masse du matériau sera donc importante, voire prépondérante en cas de continuité entre les éléments de cette nouvelle porosité et conduira à une augmentation des vitesses de transferts dans la zone endommagée pouvant annuler son rôle de barrière et invalider, dans certains scénarios, l'analyse de sûreté d'un stockage fondé sur un concept de fonctionnement multi-barrières.

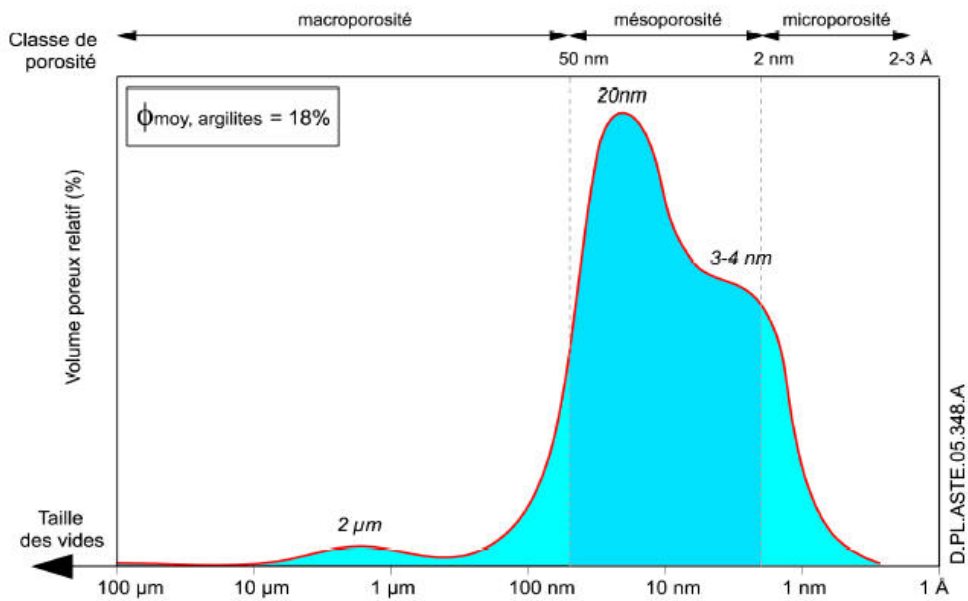


Figure 1-11 : Modèle conceptuel de distribution des tailles de pores dans les argilites de l'unité C2b (in ANDRA Dossier 2005 Tome 1, Chapitre 12)

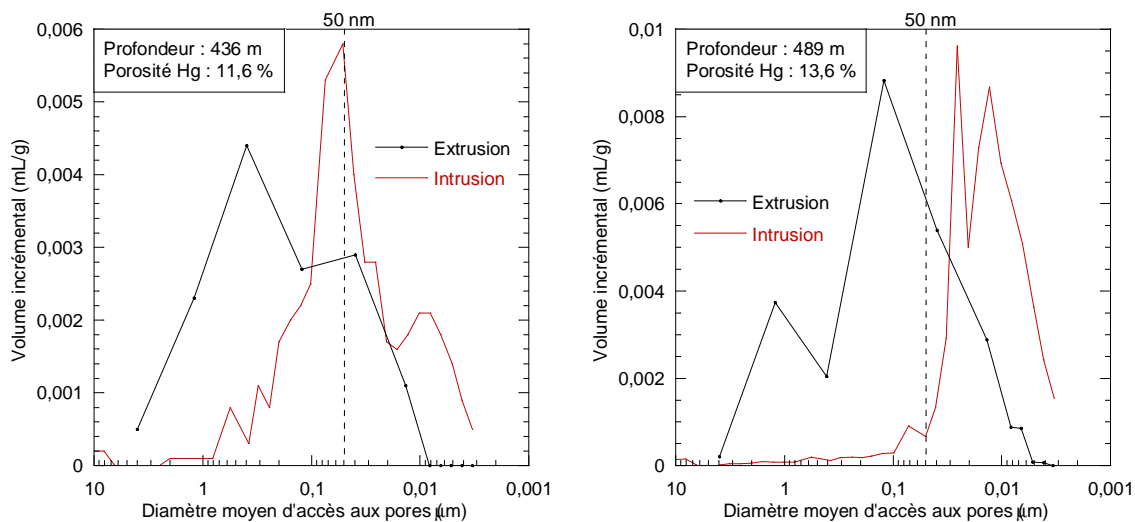


Figure 1-12 : Courbes de distribution des tailles d'accès de pores déterminées par porosimétrie au mercure (in ANDRA Dossier 2005 Tome 1, Chapitre 12)

Deux grandeurs peuvent être utilisées pour caractériser la proportion de liquide présent dans la roche : la teneur en eau volumique et la teneur en eau massique.

La teneur en eau volumique est définie par le rapport du volume d'eau sur le volume total du matériau. Elle est donc équivalente à la porosité pour un milieu poreux saturé.

$$\theta = \frac{V_w}{V_t} \quad 1.23$$

Suite à une variation de la quantité d'eau, la teneur en eau volumique varie entre une valeur minimale, la teneur en eau résiduelle, et une valeur maximale, la teneur en eau à saturation.

La teneur en eau massique est définie par le rapport de la masse d'eau sur la masse du solide

$$w = \frac{M_w}{M_s} \quad 1.24$$

Ces deux teneurs en eau s'expriment en pour-cent (%). La teneur en eau volumique devrait être préférée pour des matériaux présentant des propriétés de retrait et gonflement.

La teneur en eau massique des argilites du Callovo-Oxfordien est de 5 à 8 % (ANDRA, 2001).

Le degré de saturation en eau est défini par le rapport du volume de l'eau présente dans les pores sur le volume total des pores :

$$S_r = \frac{V_e}{V_v} \cdot 100 \quad 1.25$$

Le degré de saturation s'exprime en pour-cent (%) et il est défini pour chacun des fluides présents dans la porosité. La somme des degrés de saturation est égale à 100 %. Donc dans le cas de deux fluides, air-eau, la connaissance de l'un entraîne celle de l'autre. En règle générale, le degré de saturation en eau est utilisé et par abus de langage, on utilise le terme de saturation pour désigner le degré de saturation en fluide mouillant de la porosité et non pas le fait que la porosité est saturée.

Pour un matériau gonflant, la teneur en eau peut varier alors que le degré de saturation est égal à 100 %, c'est le cas lorsque la pression capillaire est inférieure à la pression de déplacement dite aussi pression d'entrée d'air.

L'introduction de la masse volumique de la phase solide,  $\rho_s$ , et de celle du fluide interstitiel,  $\rho_e$ , permet de relier porosité, teneur en eau massique et la saturation (en eau) avec la relation :

$$n = \frac{\frac{100}{S_r}}{\frac{100}{S_r} + \frac{\rho_e}{\rho_s \cdot w}} \quad 1.26$$



## 4 Transfert hydrique dans les argilites

Pendant les phases de réalisation et d'exploitation d'un stockage souterrain, le matériau de la formation hôte (par exemple les argilites du site MHM) est en contact avec une atmosphère dont la quantité de vapeur d'eau est variable, de 0 à 4 %. La variation de l'humidité relative dépendant de la pression partielle de la vapeur d'eau peut provoquer un transfert hydrique entre la formation et l'ouvrage, c'est-à-dire un transfert de masse d'eau à la fois sous forme liquide et gazeuse dans la formation, les échanges s'effectuant au niveau des interfaces structure-massif. En conséquence, pendant les phases d'excavation et d'exploitation, la désaturation sera dominante en raison d'une part de la différence entre la pression du fluide interstitiel et la pression atmosphérique dans les ouvrages et d'autre part à cause de la ventilation des ouvrages qui peut imposer une humidité relative différente de 100 % du fait de l'introduction d'air extérieur non saturé en vapeur d'eau. Par contre après la phase de la clôture, une resaturation s'établira suite à un retour aux conditions de pression uniforme dans le massif et les ouvrages.

### 4.1 Effet mécanique des phénomènes de désaturation et de resaturation

#### 4.1.1 Observations in situ

Des effets mécaniques d'une désaturation et/ou d'une resaturation des roches argileuses ont été observés dans des ouvrages souterrains déjà réalisés. Des fissurations hydriques se sont développées suite au creusement d'une galerie dans un ancien tunnel ferroviaire à Tournemire. Ces fissures forment un réseau assez régulier d'espacement compris entre 10 et 20 cm (*Figure 1-13*). Il est à noter que l'ouverture de ces fissures hydriques présente une variation saisonnière, de l'ordre du millimètre : elles sont ouvertes en hiver (40 à 80 % d'hygrométrie) et fermées en été (90 à 100 % d'hydrométrie) (Ramambasoa, 2001).

L'augmentation de la teneur en eau d'un matériau argileux s'accompagne d'un gonflement du matériau fonction de l'état de contraintes. Après fermeture d'un stockage, cette augmentation de teneur en eau peut conduire au développement d'une pression de gonflement en raison du confinement du matériau par l'ouvrage. Cette pression peut engendrer des endommagements et désordres dans la structure, comme ceux rapportés par Dereck Martin et al (2003) qui ont trouvé un écaillage du revêtement en béton d'une galerie au Mont-Terri dans les argiles à Opalinus suite à une resaturation du massif (*Figure 1-14*).

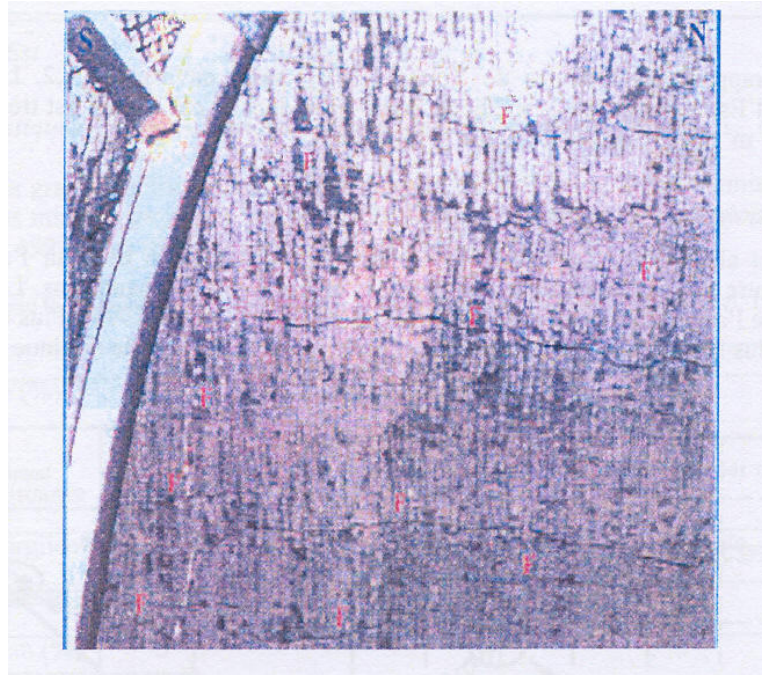


Figure 1-13 : Fissuration en front de taille de la galerie Tournemire (Ramambasoa, 2001 in Pham, 2006)

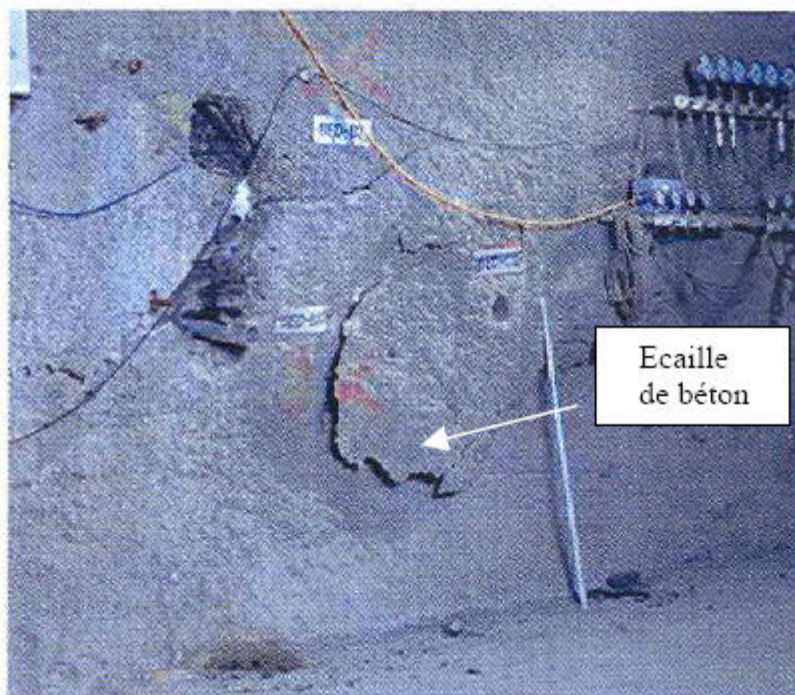


Figure 1-14 : Rupture de la couche de béton projeté (Derek Martin et al. 2003 in Pham, 2006)

#### 4.1.2 Observations sur échantillons

Une fissuration suite à des phases de désaturation et/ou de resaturation a été aussi observée expérimentalement avec des échantillons de différentes roches argileuses telles que les

argilites de Tournemire (Schmitt et al. 1994 ; Valès et al. 2004), les argiles à Opalinus au Mont-Terri (Blümling et al. 2000) et les argilites du site HMN (Zhang, 2004 et Chiarelli, 2000 ; Gasc-Barbier, 2002 ; Pham, 2006). Valès et al. (2004) ont étudié l'influence du degré de saturation des argiles du Toarcien sur les valeurs de ses paramètres mécaniques (module de Young, coefficient de Poisson et résistance à la compression). Ils ont également analysé les modes de rupture et l'angle de rupture par rapport au litage des éprouvettes avec différents teneurs en eau. Le matériau est d'autant plus fragile que sa teneur en eau est plus faible (*Figure 1-15*).

La fissuration observée pendant le processus de désaturation – resaturation sur des échantillons d'argilites peut être le résultat du fort gradient hydrique imposé sur les échantillons ; ce serait donc un effet de structure résultant d'un couplage hydrique-mécanique. En d'autres termes, si l'on fait évoluer lentement l'humidité relative, HR, cette fissuration pourrait ne pas apparaître.

En fait, la désaturation est un processus associé avec un phénomène de retrait et la resaturation est associée à un phénomène de gonflement. Le retrait et le gonflement sont d'origine physico-chimique. Les mécanismes de retrait et gonflement ont été étudiés en détail par Baroghel-Bouny, 1994, Gaombalet, 2004, etc... Pour les argilites, le retrait résulte de deux types de force : la succion capillaire et la pression de disjonction, qui correspondent respectivement à l'eau capillaire et l'eau interfoliaire. La succion capillaire augmente avec la diminution de l'humidité relative et provoque une contraction du solide qui engendre un retrait ; la pression de disjonction varie pour les très faibles humidités relatives et il en résulte une variation de distance entre les surfaces solides. La désaturation s'accompagne d'un flux chimico-osmotique qui renforce le processus de retrait. En effet, l'évaporation dans les larges pores conduit à une augmentation de la concentration des différents solutés dans le fluide interstitiel résiduel. Ceci provoque une diminution du volume de la double couche qui d'une part augmente la quantité d'eau mobilisable par l'évaporation et d'autre part réduit les distances d'interaction entre particules et donc provoque une diminution du volume du matériau.

Le gonflement est principalement connu et important pour des roches contenant des smectites pour lesquelles la faible liaison entre feuillets permet une hydratation interfeuillets variable et importante. Globalement, on peut définir deux types de forces de gonflement : l'hydratation des espaces interfoliaires et une répulsion entre les particules. L'entrée d'eau dans l'espace interfeuillelet permet de séparer des feuillets et de réorganiser la matrice solide. La pression de répulsion interparticulaire est la différence entre les pressions osmotiques internes et externes aux particules qui résulte de l'interaction des ions dans l'eau et des feuillets d'argiles chargés négativement. Tout comme pour le retrait et pour ce dernier type de force, il existe un couplage entre l'augmentation de la teneur en eau due au gonflement et la variation de concentration induite par cet apport d'eau qui va induire une augmentation de la pression de répulsion interparticulaire.

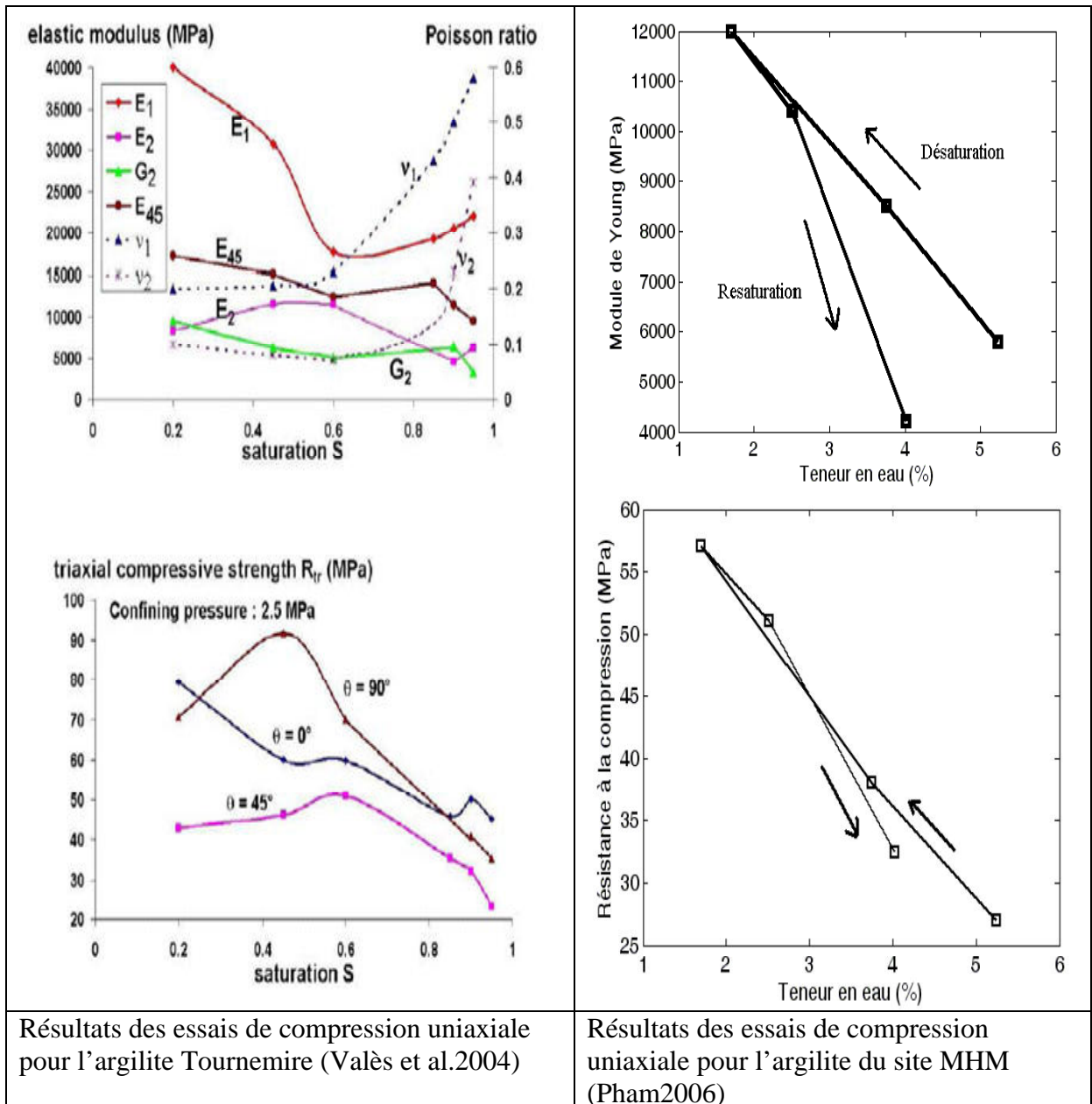


Figure 1-15 : Résultats des essais de compression uniaxiale pour les argilites du Callovo-oxfordien

## 4.2 Mécanisme de transfert hydrique

Du fait de la différence entre la valeur de l'humidité relative externe à la surface du matériau et celle de l'humidité relative équivalente à l'intérieur du matériau, dont la valeur peut être calculée avec la formule de Kelvin (1.8) à partir de la valeur du potentiel de l'eau dans le matériau, un transfert hydrique s'établit qui engendre soit un processus de désaturation si la valeur de HR externe est inférieure à celle de HR interne, soit un processus de resaturation si c'est l'inverse. En fonction de l'état de l'eau présente dans le matériau, ce transfert hydrique s'effectue avec des mécanismes fondamentaux différents : écoulement visqueux de la phase liquide selon la loi de Darcy et/ou diffusion en phase gazeuse d'après la loi de Fick et/ou migration des films d'eau adsorbée sur les surfaces solides.

Pour illustrer le processus de transfert hydrique, nous présenterons un modèle microstructurel de la désaturation à l'échelle d'un ensemble de pores initialement quasi saturés et placés dans une ambiance gazeuse avec une faible humidité relative.

- Etat quasi saturé :

Lorsque les pores sont quasi saturés, c'est-à-dire qu'ils sont remplis d'eau liquide libre, la phase liquide est continue. Dès que ces pores sont en contact avec une atmosphère à faible humidité relative, un transfert de l'eau liquide se produit de l'intérieur vers l'extérieur à cause des forces capillaires.

- Coexistence d'une phase liquide et d'eau phase gazeuse :

Avec la diminution de l'eau liquide dans les pores, les pores désaturés vont être occupés par de l'air qui contient aussi de la vapeur d'eau. Dans ce cas, l'eau va s'évaporer pour atteindre un nouvel équilibre thermodynamique et la phase liquide de l'eau devient discontinue (création d'îlots capillaires).

- Etat quasi sec :

Lorsque la quasi-totalité de l'eau liquide est passée en phase gazeuse à cause de l'évaporation, le transfert en phase gazeuse est dominant et la phase liquide n'existe que sous forme d'un film d'eau absorbée sur la surface solide.

Si l'humidité relative est très faible, le film d'eau se réduit à l'adsorption d'une couche monomoléculaire d'eau. Seule la diffusion gazeuse est possible avec des effets de Knudsen plus ou moins importants, surtout pour les pores les plus petits.

En première approximation, le processus de resaturation est l'inverse du processus de désaturation avec successivement des transferts en phase gazeuse dominants, puis en phases gazeuse et liquide simultanément et enfin en phase liquide. Les processus de désaturation et de resaturation s'accompagnent, respectivement, de la vaporisation et de la condensation, qui sont des processus thermodynamiques complexes.

Cependant les phénomènes du retrait et du gonflement décrits ci-dessus ne constituent pas un processus réversible. Une irréversibilité subsiste en raison de la complexité du milieu poreux, de sa réponse aux sollicitations et des couplages hydro-mécaniques et entre les différents types de transferts de masse.

Au niveau macroscopique, la désaturation et la resaturation sont aussi conditionnées par des facteurs externes tels que la ventilation et les variations de la température.

### 4.3 Diffusivité hydrique

Afin de prédire la cinétique des échanges hydriques, différentes approches ont été proposées par les nombreux chercheurs qui ont étudiés ces processus afin d'établir des modèles. Ceux-ci peuvent être classés en trois catégories selon Baroghel-Bouny (1994) :

- l'homogénéisation, c'est-à-dire chercher les lois macroscopiques à partir de lois microscopiques établies à l'échelle d'un pore ou ensemble de pores et intégrer celles-ci sur l'ensemble du volume de l'échantillon ;
- l'approche microscopique de type réseau faisant appel à la notion de percolation ;
- l'approche à l'échelle macroscopique on substitue au milieu réel microscopique un milieu continu dont les caractéristiques ont pour valeurs la moyenne calculée sur un Volume Élémentaire Représentatif. A l'inverse de la première approche, les lois

de comportement ou phénoménologiques ne sont pas déterminées par la structure du milieu réel.

La dernière approche est la plus couramment utilisée par les chercheurs car elle s'inscrit dans le cadre mathématique puissant des équations aux dérivées partielles qui permet aisément de modéliser et caractériser un essai expérimental pour déterminer les caractéristiques d'un matériau. (Daian ,1986 ; Moyne, 1988 ; Coussy, 1991 ; Robinet, 1992 ; Mainguy, 1999, etc. )

En considérant une diffusion unidimensionnelle de l'eau en phase vapeur et que l'humidité relative est constante aux limites d'une éprouvette et que initialement dans cette éprouvette, la variation de la quantité d'eau peut être déterminée par une expression simple à l'aide de la seconde loi de Fick :

$$\frac{\partial m_l}{\partial t} = D_e \frac{\partial^2 m_l}{\partial x^2} \quad 1. 27$$

où  $m_l$  est la masse d'eau par unité de volume de milieu poreux [ $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ ] ;

$D_e$  est le coefficient de diffusivité hydrique [ $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ] qui sera considéré constant dans ce cas simple.

Dans ce cas unidimensionnel, ce paramètre est déterminé par un temps caractéristique, qui définit le temps nécessaire pour que le transfert hydrique décroisse de 2,72 suivant une loi exponentielle négative :

$$D_e \approx \frac{L^2}{\tau} \quad 1. 28$$

avec  $L$  longueur de diffusion de l'eau,  $\tau$  temps caractéristique.

Des relations expérimentales entre le coefficient de diffusivité hydrique et la teneur en eau ou l'humidité relative ont été établies. Une telle relation issue des travaux de Valès (2004) sur les argilites du site MHN (*Figure 1-16*) est :

$$D_e = D_{nsat} \exp(c \cdot HR) \quad 1. 29$$

avec  $D_{nsat} = 3,2 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  et  $c = 1,443$

La formule (1-27) néglige les couplages hydromécaniques, c'est-à-dire ceux entre la variation de masse d'eau et le volume total ainsi que de la pression de l'eau dues aux variations de contraintes effectives. Il faut utiliser un modèle plus complexe pour prendre en compte un écoulement simultané des phases liquide et gazeuse, de la diffusion de la vapeur dans la phase gazeuse, de l'influence de la pression de la phase liquide et des interactions entre volume, contraintes, pression du liquide, conductivité hydraulique et diffusivité. Un tel modèle de diffusion hydrique non-linéaire basé sur le modèle de Bainguy a été établi par Pham (2006) avec l'expression suivante :

$$\frac{\partial m_l}{\partial t} = \text{div} [D_e(m_l) \cdot \nabla m_l] \quad 1. 30$$

$$\text{où } D_e = \frac{1}{C_{hy}} \left( \frac{k \cdot kr_l}{\eta_l} + \left( \frac{M_v}{RT\rho_l} \right)^2 D_{vo} \cdot f(n, S_l) \cdot P_v \right) \text{ et } C_{hy} = \left( n \frac{\partial S_l}{\partial P_l} + S_l \left( \frac{\partial n}{\partial P_l} + \frac{n}{K_{lq}} \right) \right)$$



avec

- $P_v$  pression partielle de la vapeur [Pa] ;
- $k$  perméabilité intrinsèque du milieu poreux ;
- $kr_l$  perméabilité relative à la phase liquide ;
- $k_{lq}$  perméabilité relative de la vapeur d'eau dans la phase gazeuse ;
- $\eta_l$  viscosité cinématique de la phase liquide [ $\text{kg}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$ ] ;
- $n$  porosité totale ;
- $D_{vo}$  diffusivité moléculaire libre de la vapeur dans l'air [ $\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ ] ;
- $S_l$  degré de saturation en liquide ;
- $M_v$  masse molaire de la vapeur [ $\text{kg}\cdot\text{mol}^{-1}$ ] ;
- $R$  constante de gaz parfait ;  $T$  Température ;  $f(n, S_l)$  une fonction spécifique.

Ce modèle s'appuie sur les hypothèses suivantes :

- le transport de l'air et l'eau liquide obéit à la loi de Darcy ;
- la vapeur d'eau est assimilable à un gaz parfait et elle obéit à la loi de Fick ;
- la pression totale du mélange gazeux est considérée constante et égale à la pression atmosphérique ;
- aucune interaction chimique ;
- la température est constante.

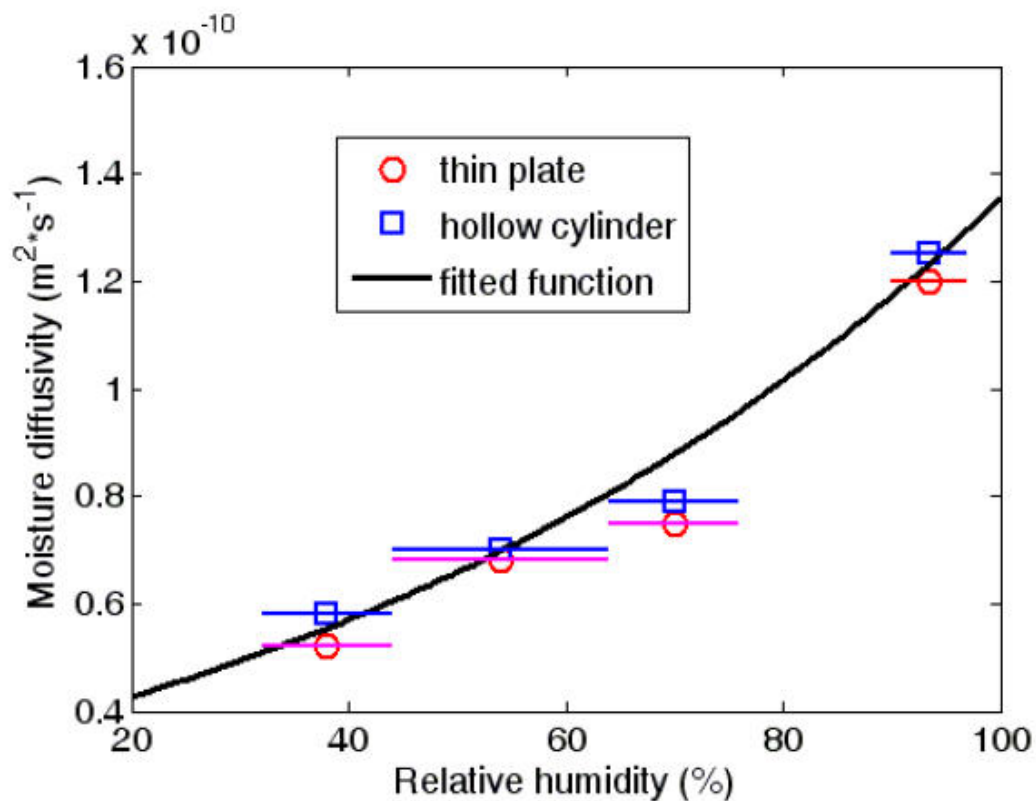


Figure 1-16 : Variation de la diffusivité en fonction de l'humidité en phase de désaturation (Pham, 2006)

Pour appliquer un tel modèle il est nécessaire d'avoir des relations qui expriment les différents couplages, certaines sont formalisées et explicitées sous une forme analytique, d'autres ne sont connues qu'en tant que relations expérimentales. Ainsi pour les argilites du site MHM :

- la variation relative du volume total est de 1 à 2 %, suivant la teneur en argiles, entre l'état naturel et l'état sec. Elle correspond à une déformation linéique de 0,5 % (Ramambasoa, 2001). Ce retrait s'accompagne d'un endommagement du matériau et d'une création de micro-fissures tout particulièrement vers les fortes succions ( $HR < 20-50 \%$ ). La valeur de ce seuil d'endommagement dépend du critère utilisé : endommagement mécanique ou analyse texturale ;
- la perméabilité à l'eau des argilites décroît approximativement d'un ordre de grandeur lorsque la roche passe d'un état naturel saturé à un état légèrement désaturé (degré de saturation égal à 90 %). On constate dans un diagramme semi-logarithmique que la relation  $K_{lq}-HR$  est presque linéaire pour un intervalle d'humidité relative compris entre 60 et 100 % (Hoxha, 2004 ; De Greef *et al.* 2004) ;
- la perméabilité à l'air augmente de 2 à 4 ordres de grandeur entre l'état naturel de l'éprouvette ( $w = 5$  à  $6 \%$ ) et l'état sec ( $w = 0 \%$ ), (Figure I-17). De surcroît, la perméabilité perpendiculaire à la stratification serait de 2 à 10 fois moindre que celle parallèle à la stratification.

L'utilisation d'un tel modèle de diffusion permet de prévoir l'évolution de la saturation en eau autour d'une galerie si l'on connaît ces paramètres physiques ou permet de résoudre le problème inverse à savoir déterminer la valeur du coefficient de diffusivité hydrique d'un échantillon placé dans une ambiance avec une humidité relative constante à partir de l'évolution de sa masse en fonction du temps.

Pour les argilites du site MHM, la diffusivité hydrique est faible, c'est-à-dire que les échanges de masse d'eau sont très lents. Par exemple, pour une galerie avec une humidité relative de 90 %, l'extension de la zone désaturée ( $S_r < 98 \%$ ) dans le massif serait de quelques centimètres au bout de 8 jours, de 1,2 m au bout d'une année et de 2,7 m après 10 années (*in* ANDRA 2001<sup>[9]</sup>)

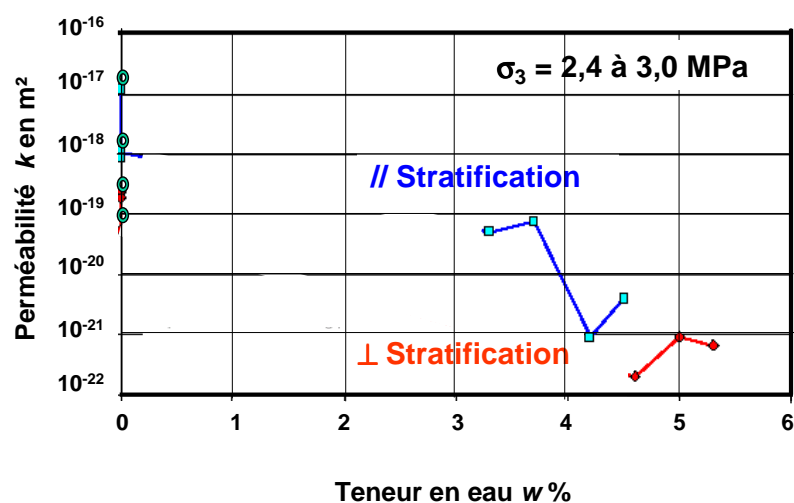


Figure I-17 : Perméabilité relative au gaz en fonction de la teneur en eau (Zhang *et al.* 2002)



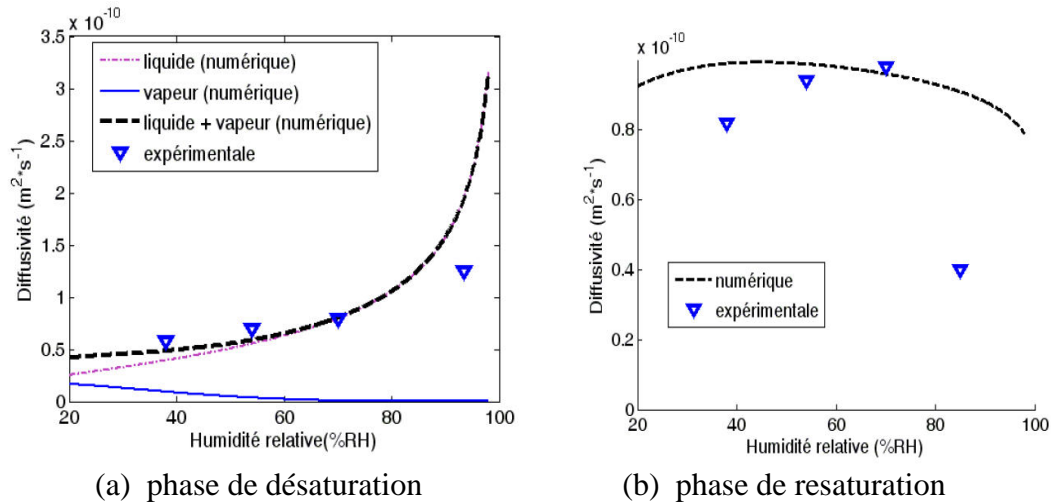


Figure 1-18 : Variation de la diffusivité d'un tube mince d'argilites du site MHM lors d'une phase de désaturation et resaturation (Pham, 2006)

#### 4.4 Courbe de rétention

La courbe de rétention caractérise la relation entre la teneur en eau et le potentiel de l'eau dans un milieu poreux (potentiel matriciel). La quantité d'eau peut être quantifiée par la teneur en eau volumique, qui dépend du volume total et du volume d'eau. La variation de volume est caractérisée par la courbe liant l'indice des vides et l'indice d'eau (rapport de volume d'eau sur volume massique). Ces deux paramètres sont égaux quand la porosité est totalement saturée et ils sont différents dès que la porosité se désature (Figure 1-19). Le point d'entrée d'air distingue ces deux états. La succion totale est souvent exprimée par la pression de succion obtenue par la loi de Kelvin. Sur la Figure 1-19, on constate que la valeur de la pression d'entrée d'air in situ est de l'ordre de 2 MPa environ. Cette valeur correspond au potentiel matriciel et elle signifie que pour une humidité relative de 98,5 %, un échantillon d'argilites du site MHM resterait saturé.

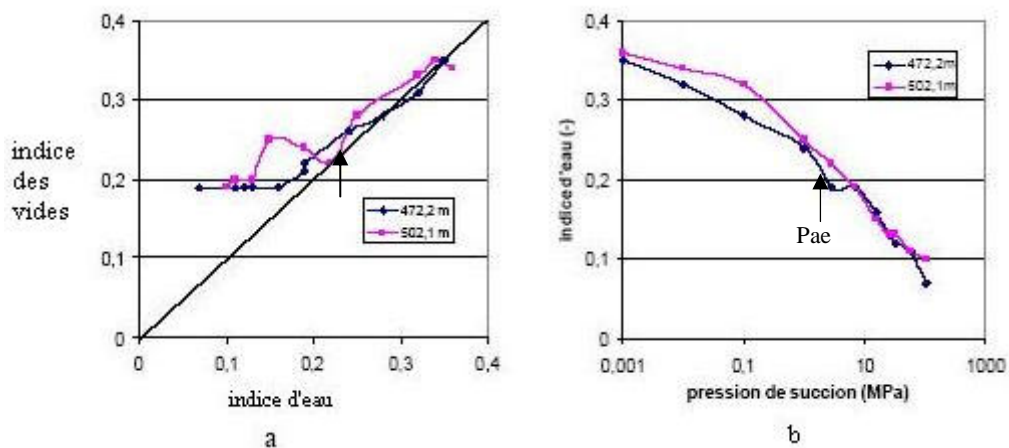


Figure 1-19 : Courbes de variation de volume (indice d'eau – indice des vides) et de rétention (indice d'eau – pression de succion) pour 2 échantillons d'argilites du site MHM (in M. Gasc-Barbier, 2004) Pae : point d'entrée d'air

Les relations entre la quantité d'eau et celle du volume total en fonction du potentiel sont parfois combinées et elles s'expriment par la relation degré de saturation – potentiel qui n'est significative qu'au-delà du point d'entrée d'air. Ces courbes qui sont obtenues de façon discrète sont ensuite formalisées avec une expression analytique dont les coefficients sont déterminés par ajustement.

Des expressions analytiques ont été proposées et appliquées aux argilites du site MHM :

$$Sr(Pc) = \frac{100a}{a + (100Pc)^b} \quad \text{Vachaud et Vauclin, 1980} \quad 1. 31$$

$$Sr(Pc) = a + b(1 - \exp(-c Pc)) \quad \text{Alonso et al, 1998} \quad 1. 32$$

$$Sr(Pc) = a + b \tanh(-c Pc) \quad \text{Gens, 1995} \quad 1. 33$$

avec  $Sr$  : degré de saturation et  $Pc$  : pression capillaire.

L'expression retenue (Rapport ANDRA 2001<sup>[9]</sup>) pour les argilites du site MHM est celle de Vachaud et Vauclin (1-31) :

$$Sr(Pc) = \frac{100a}{a + (100Pc)^b} \quad \text{avec } a = 2842 \text{ et } b = 0,906$$

Si lors d'une expérience, un échantillon d'argilites du site MHM est mis en contact avec un gaz dont l'humidité relative est connue, son état final de désaturation peut donc être évalué à partir de la courbe de rétention (degré de saturation – pression capillaire).

D'après la théorie capillaire, cette pression capillaire est associée à une taille de pores capillaires, il est donc possible d'associer la perte de masse d'eau à de l'eau qui saturait des pores supérieurs à une taille théorique définie par la pression capillaire ou l'humidité relative imposée. Inversement la connaissance de la distribution porométrique permet d'évaluer la perte de masse d'eau.

## 5 Transfert du gaz sous pression

Pendant la phase de post-fermeture, suite à la corrosion des matériaux métalliques, une production du gaz, principalement de l'hydrogène, se développera dans le champ proche pendant une très longue période, supérieure à 100 000 ans. La pression du gaz va augmenter dans l'espace confiné du stockage et elle pourrait atteindre plusieurs MPa, ce qui représente une pression critique pour les structures et le massif. Il est nécessaire d'étudier le transfert d'un gaz sous pression dans la porosité de la formation hôte et celle de la zone endommagée. Le mécanisme de transfert d'un gaz dans les argilites du site MHM sera différent suivant les conditions : texture du milieu poreux, degré de saturation et valeur de la pression du gaz à l'interface structure-massif.

### 5.1 Transfert du gaz dissous

Lorsque un gaz sous pression est mis en contact avec un milieu poreux saturé, le transfert du gaz dans le milieu poreux peut s'effectuer suivant deux modes différents ; soit en phase dissoute dans le fluide interstitiel, soit en phase gazeuse dans la porosité.

La dissolution du gaz dans le fluide interstitiel est limitée par la solubilité de gaz dans le fluide saturant la porosité du milieu. La loi de Henry présentée précédemment, permet d'évaluer la quantité maximale de gaz dissous en fonction de sa pression.

La migration des gaz dans le fluide interstitiel est en général régie par trois phénomènes :

- la convection, c'est-à-dire l'entraînement par le fluide en mouvement ;
- la dispersion due à l'hétérogénéité des vitesses microscopiques ;
- la diffusion moléculaire liée au mouvement brownien.

Le premier phénomène est aussi qualifié par le terme d'advection, tandis que les deux derniers peuvent être regroupés et qualifiés par le terme de diffusion effective.

La convection ou advection correspond au flux résultant d'un gradient de charge hydraulique. Elle est décrite par la loi de Darcy. Dans les milieux poreux très peu perméables tels que les argilites du site MHM, l'effet de l'advection est souvent négligé. Donc le gaz dissous dans le fluide interstitiel au niveau de l'interface structure-massif migre principalement par diffusion moléculaire, qui elle est quantifiée avec la loi de Fick présentée précédemment.

Le coefficient de diffusion effectif de l'hydrogène dans les argilites saturées du site MHM a été estimé en utilisant des données de la littérature (Euratom, 1995) et des mesures réalisées à l'eau tritiée. Les valeurs retenues sont de l'ordre de  $6.10^{-11} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ .

Le couplage de ces deux lois permet d'évaluer la dissipation d'un gaz produit au niveau d'un stockage par solubilisation dans le fluide interstitiel puis diffusion dans la formation.

## 5.2 Transfert biphasique homogène (sans endommagement de la roche)

Lorsque les débits évacuables dans le massif suivant la cinétique de dissolution sont bien inférieurs à la production de gaz suite à la corrosion des aciers, la pression de gaz augmente, si le volume qu'il occupe n'augmente pas de façon proportionnelle au débit généré. L'une des voies de migration possibles est l'écoulement de la phase gazeuse dans le réseau poral, en repoussant le fluide interstitiel. En fait, au niveau des interfaces gaz-eau, la différence de pression, liée à la taille de pores suivant la loi de Laplace, contrôle la stabilité des interfaces et donc l'envahissement du milieu poreux par le gaz. Si la différence de pression entre le gaz et le fluide interstitiel atteint la pression capillaire, le gaz va déplacer l'eau interstitielle dans une partie de la porosité. Du fait de la plus grande pression capillaire liée aux petits pores, le gaz s'écoulera préférentiellement dans les plus gros pores. Ceci correspond à des conditions d'écoulement biphasique. En considérant une répartition homogène du gaz à l'échelle du VER (Volume Elementaire Représentatif), à partir du principe de la conservation de la masse et de la loi de Darcy, le mécanisme d'écoulement biphasique peut être décrit par les formules suivantes :

$$\frac{\partial}{\partial t} (n S^k C_i^k) + \nabla \cdot (C_i^k V^k + J_i^k) + Q_i^{g/l} + Q_i^k = 0 \quad k = l, g \quad 1.34$$

$$V^k = \frac{k k_r^k (S^k)}{\mu^k} (\nabla P^k + \rho^k g) \quad 1.35$$

avec  $S^k$  la saturation en gaz ou en eau dans le milieu poreux ;  
 $n$  la porosité du milieu ;  
 $Q_i^{g/l}$  le terme d'échange pour le composant  $i$  entre la phase liquide et la phase gaz ;  
 $Q_i^k$  un terme source ou puit pour le composant  $i$  dans la phase  $k$  ;  
 $J_i^k$  le flux de diffusion/dispersion ;  
 $k_r^k$  la perméabilité relative au gaz ou à l'eau.

La mobilité des fluides dans un milieu poreux dépend donc de la perméabilité intrinsèque du milieu, des perméabilités relatives fonction de la saturation, elle-même liée à la pression capillaire. Des modèles définissant ces relations sont présentés dans le *Tableau 1-3*.

Il est possible d'analyser la stabilité de l'écoulement en procédant à une comparaison des forces présentes. Ceci peut être fait en calculant la valeur du nombre capillaire  $Nc$  (*in* Billiotte, 1999), qui représente le rapport entre les forces visqueuses et les forces capillaires :

$$Nc = \frac{\eta V}{\gamma \cos \theta} \quad 1. 36$$

avec  $\eta$  viscosité dynamique [Pa.s] ;  
 $V$  vitesse de déplacement du fluide [m.s<sup>-1</sup>] ;  
 $\gamma$  tension interfaciale [N.m<sup>-1</sup>] ;  
 $\theta$  angle de contact.

Suivant sa valeur, c'est-à-dire le type de la force dominante, la répartition du gaz peut être très hétérogène et associée à un degré de saturation en gaz global très faible. En particulier pour de faibles vitesses d'écoulement, et du fait que la viscosité du gaz est faible vis-à-vis de celle du fluide interstitiel, des instabilités locales liées à la dissipation d'énergie nécessaire pour surmonter la force capillaire afin d'envahir les pores peuvent se développer et le gaz progresser de façon préférentielle dans les plus gros pores. Sa répartition s'apparentera alors au résultat d'un processus de percolation pour lequel il n'y a pas de longueur de référence donc l'impossibilité de définir un VER pour établir des équations de bilans.

Au cas où la vitesse de propagation serait importante, l'écoulement présenterait aussi une instabilité qui peut être quantifiée à partir de rapport des mobilités qui est représenté par le nombre adimensionnel  $M$  :

$$M = \frac{\mu_2 k_{r1}}{\mu_1 k_{r2}} \quad 1. 37$$

avec  $\mu_i$  viscosité du fluide  $i$ , 1 = déplaçant (gaz), 2 = déplacé (eau) ;  
 $k_{ri}$  perméabilité relative du fluide  $i$ , 1 = déplaçant (gaz), 2 = déplacé(eau).

Du fait du fort contraste de viscosité entre le gaz qui est le fluide déplaçant et le liquide interstitiel qui est le fluide déplacé, toute perturbation au niveau du front de déplacement sera avantaagé et conduira au développement d'une digitation. Ce type d'instabilité est qualifié d'instabilité d'origine visqueuse.

Tableau 1-3 : Modèles de relation liant le degré de saturation à la pression capillaire et les perméabilités relatives au degré de saturation (J.Chen et al. 1999)

	Degré de saturation en fonction de la pression capillaire	Perméabilités relatives en fonction du degré de saturation
VGM & VGB (van Genuchten-Mualem/Burdine)	$S_{we} = \frac{1}{\left[1 + (\alpha_{gv} h_c)^n\right]^m}$	(1) VG :(m = 1-1/n) $k_r^w = S_{we}^\eta \left[1 - \left(1 - S_{we}^{\frac{1}{m}}\right)^m\right]^2$ $k_r^g = (1 - S_{we})^\eta \left[1 - S_{we}^{\frac{1}{m}}\right]^{2m}$ (2) VG :(m = 1-2/n) $k_r^w = S_{we}^2 \left[1 - \left(1 - S_{we}^{\frac{1}{m}}\right)^m\right]$ $k_r^g = (1 - S_{we})^2 \left[1 - S_{we}^{\frac{1}{m}}\right]^m$
BCM & BCB (Brook et Corey-Mualem/Burdine)	$S_{we} = \left(\frac{h_e}{h_c}\right)^\lambda$  $h_e$ est égale à la pression d'entrée de gaz	(3) BCM $k_r^w = S_{we}^{\eta+2+2/\lambda}$ $k_r^g = (1 - S_{we})^\eta \left[1 - S_{we}^{1+1/\lambda}\right]^2$ (4) BCB $k_r^w = S_{we}^{3+2/\lambda}$ $k_r^g = (1 - S_{we})^2 \left[1 - S_{we}^{1+2/\lambda}\right]$
BRB (Brustsaert-Burdine)	$S_{we} = \frac{\beta}{\beta + h_c^\gamma}$	$k_r^w = S_{we}^2 \left[1 - (1 - S_{we})^{1-2/\gamma}\right]$ $k_r^g = (1 - S_{we})^{3-2/\gamma}$
GDM (Gardner-Mualem)	$S_{we} = \left(1 + \frac{1}{2} \alpha_g h_c\right) e^{-\frac{1}{2} \alpha_g h_c}$	$k_r^w = e^{-\alpha_g h_c}$ $k_r^g = \left(1 - e^{-\frac{1}{2} \alpha_g h_c}\right)^2$

$S_{we}$  est le degré effectif de saturation de l'eau ;  $h_c$  est la hauteur équivalente à la pression capillaire et égale à  $\frac{P_c}{\rho_w \cdot g}$ .

### 5.3 Transfert de gaz par microfissuration

Une autre voie possible de migration du gaz est liée à sa pénétration dans la texture et la structure des phases minérales. Ce transfert dépend des forces de contact entre les phases minérales, et plus particulièrement pour les minéraux argileux, l'eau absorbée et l'eau interfoliaire. La pression de gaz augmente jusqu'à vaincre localement les forces de contact, elle dilate la porosité et le gaz peut alors progresser dans une porosité locale ainsi créée dans des pores qui ont alors une taille plus importante donc une pression de déplacement moindre. A l'échelle microscopique, cette dilatation de la porosité correspond à la formation de microfissures localisées. Du fait de la faible viscosité des gaz et de la faible affinité des

solides pour les gaz, ce mécanisme de transfert par microfissuration permet le transfert de quantités importantes de gaz.

Si la pression de gaz diminue, la microporosité initialement créée se contracte mécaniquement et l'eau peut venir réoccuper in fine toute la porosité. Associée au gonflement des minéraux argileux au niveau des microfissures, une autocicatrisation du matériau argileux est possible. Vis-à-vis de l'écoulement de l'eau, le matériau argileux étant redevenu totalement saturé, celui-ci retrouverait une perméabilité à l'eau proche de sa perméabilité initiale.

Ce scénario est équivalent à celui de la propagation à longue distance d'une bulle de gaz dans le milieu sans perturbation de celui-ci. L'analyse de sûreté repose alors sur la composition du gaz, la distance de parcours de la bulle, de sa taille caractéristique ainsi que de la fréquence d'occurrence. Il permet de concevoir une situation où la pression du gaz au sein du stockage est limitée.

Dans une argile gonflante (smectite), le mécanisme de microfissuration peut être initié dès lors que la pression de gaz dépasse la pression de gonflement. La pression de gonflement des argilites qui contiennent des minéraux gonflants sous les conditions mécaniques d'un stockage est de l'ordre de 7 MPa.

Les résultats obtenus sur les argilites du site MHM montrent que la pression effective de gaz conduisant à une microfissuration serait d'environ 9 MPa (ANDRA Dossier 2005 Tome 2).

#### **5.4 Transfert par fracturation**

Si la pression de gaz continue d'augmenter, il est possible d'atteindre le seuil de rupture du matériau et du fait du champ de contraintes, il va se créer une fracture qui s'orientera perpendiculairement à la direction de la contrainte mineure. Pour les argilites du site MHM, ce seuil de rupture est d'au moins de 12 MPa (ANDRA Dossier 2005 Tome 2).

Comme pour une microfissuration, 1) l'extension et l'ouverture d'une fracture sont fonction de la pression de gaz et du flux de gaz associé, 2) il n'y a pas de déplacement d'eau significatif ; celle-ci ne se déplace que localement et au moment de l'ouverture de la fracture, seul le gaz peut s'y écouler sans entraîner d'écoulement d'eau, 3) il y a autocicatrisation de la du matériau en ce sens qu'il revient à l'état saturé. La recouvrance de sa perméabilité initiale n'est pas formellement établie, néanmoins des résultats expérimentaux (ANDRA Dossier 2005 Tome 2) établiraient un recouvrement de la perméabilité à l'eau après retour à l'état totalement saturé en raison de la présence de minéraux argileux gonflants.

Lors du transfert du gaz suivant ce mécanisme d'origine purement mécanique et contrairement au cas d'un transfert biphasique, l'eau n'est pas déplacée à l'avant du front de pénétration du gaz. Il n'est pas possible d'appliquer le concept d'un écoulement darcéen et les équations qui y sont rattachées.

Un modèle conceptuel de transfert du gaz a été développé pour ANDRA et il prend en compte les différents mécanismes présentés ci-dessus (*Figure 1-20*):

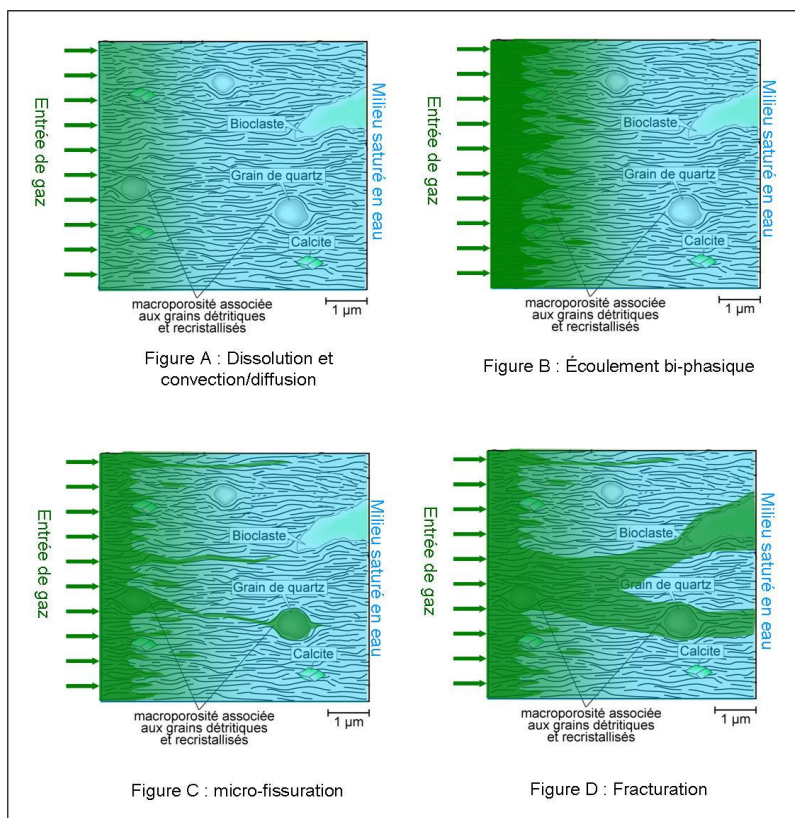


Figure 1-20 : Représentation schématique des différents mécanismes de migration des gaz dans les argilites du Callovo-Oxfordien (in ANDRA Dossier 2005 Tome 2 Chap. 34)

## 5.5 La pression d'entrée de gaz

La pression d'entrée de gaz correspond à un seuil de percolation lors de l'invasion d'un milieu poreux saturé par un gaz. Elle est équivalente à la notion de pression d'entrée d'air définie pour des équilibres capillaires. Il est à noter qu'il s'agit d'une pression relative par rapport à celle du fluide saturant le milieu poreux. On peut donc caractériser cette grandeur à partir de la courbe de rétention ou à partir des caractéristiques géométriques des plus gros pores. L'analogie physique (écoulement de deux fluides non miscibles) entre l'invasion par un gaz et l'intrusion du mercure pendant un essai de porosimétrie est parfois utilisée pour définir sa valeur, sous réserve d'effectuer une correction adéquate du rapport surface/volume des échantillons (Urai, 2001). En fait, la mesure expérimentale d'un tel seuil est extrêmement compliquée sur des roches à la fois peu perméable et sensible aux variations de teneur en eau. Plusieurs définitions et protocoles expérimentaux existent (Hildenbrand, 2003). La pression d'entrée est fonction de la taille des pores et leur connectivité, du potentiel de l'eau, y compris les composantes capillaire, osmotique et d'absorption, et du gradient de la montée en pression du gaz imposée expérimentalement. Un fort gradient peut favoriser la création des microfissures voire une fracturation qui changera le seuil de pression par rapport à un chargement lent. De même en laboratoire, la vitesse de changement en pression ne peut pas être inférieure à une certaine valeur, sinon la durée des essais serait non acceptable.

Par exemple, pour une roche argileuse, en raison des propriétés de surface des minéraux argileux, de l'influence de forces agissant sur les molécules d'eau et sur les ions du fluide

interstitiel, il n'est pas possible d'établir une relation simple entre la pression du gaz, la pression du fluide interstitiel et la pression capillaire. Ceci est lié aux termes additionnels du potentiel matriciel (composantes osmotique et d'absorption). La pression d'entrée du gaz est donc plus représentative que la pression capillaire dans ce cas. Horseman (1994) l'a définie par l'expression suivante :

$$P_g \geq \left[ \frac{2\gamma_{gw}}{r} + \Pi_D + P_{we} - \Pi_e \right] \quad 1.38$$

où  $\Pi_D$  est la pression de disjonction ;  $P_{we}$  la pression hydraulique du fluide interstitiel et  $\Pi_e$  la pression osmotique,  $\gamma_{gw}$  est la tension interfaciale gaz-liquide et  $r$  est un rayon caractéristique des pores.

La perméabilité est une caractéristique physique, dont la valeur est étroitement liée à la connectivité et la taille de pores. C'est ce raisonnement qui est à la base de nombreuses relations, expérimentales ou théoriques, liant pression d'entrée d'air et perméabilité par des relations empiriques comme celle proposée par Davies (1991) :

$$P_{ae} = a k^{-b} \quad 1.39$$

avec  $a$  et  $b$  deux coefficients ( $5,6 \cdot 10^{-7} \text{ MPa}\cdot\text{m}^{-2}$ ,  $0,346$ ).

A partir de la relation de Cozeny-Karman, qui sera introduite dans le chapitre 2, et d'un modèle de milieu poreux sous forme de capillaires cylindriques, on peut déterminer une valeur de  $1/3$  pour le coefficient  $b$ . Cette relation bien qu'issue d'un modèle simple du milieu poreux semble globalement vérifiée de façon expérimentale (Figure 1-21).

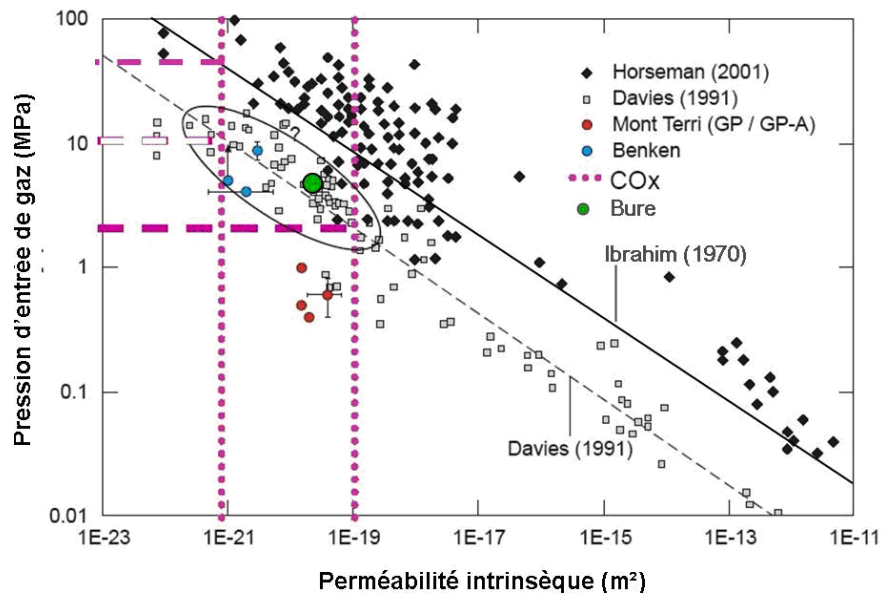


Figure 1-21 : Relation entre la pression d'entrée d'air et la perméabilité intrinsèque pour des matériaux de faibles perméabilités (Euratom, 1999 in ANDRA Dossier 2005 Tome 2 Chap. 34)



## 5.6 Synthèse

Un gaz sous pression peut se dissoudre dans le fluide interstitiel d'un matériau poreux argileux saturé, mais cette quantité sera limitée ainsi que l'exprime la loi de Henry. Parmi les mécanismes possibles de transfert du gaz dissous dans l'eau, la diffusion moléculaire est dominante et ce mécanisme peut s'exprimer par la loi de Fick. Le couplage de la loi de Henry et la loi de Fick permet d'évaluer la dissipation d'un gaz produit au niveau du stockage par solubilisation dans le fluide interstitiel puis diffusion dans la formation.

Quand la pression de gaz atteint un seuil, correspondant à la pression nécessaire pour vaincre la résistance capillaire, le gaz peut pénétrer dans le milieu poreux en déplaçant l'eau interstitielle. L'écoulement est alors convectif et il peut être décrit à partir de la généralisation de la loi de Darcy et du concept des perméabilités relatives (Bear, 1972 et Marle, 1972). Mais si l'on considère des conditions d'application rigoureuses, cette approche n'est pas directement applicable du fait d'un phénomène de percolation qui interdit de définir un Volume Représentatif Élémentaire.

Il est possible de coupler la migration de gaz avec le comportement mécanique du matériau argileux. Le transfert du gaz sera alors dépendant des forces de contact entre les particules et des feuillettes des minéraux argileux. La pression de gaz augmentera jusqu'à vaincre localement les forces de contact (cohésion), le gaz pénètre alors dans l'espace poreux du squelette solide et dilate localement la porosité. Il peut alors progresser dans la nouvelle porosité ainsi créée qui présente une taille plus importante. A l'échelle microscopique, cette dilatation de la porosité correspond à la formation de microfissures localisées. Compte tenu de la faible viscosité des gaz et de la faible affinité des gaz avec les solides, ce mécanisme de transfert par microfissuration permet le transfert de quantités importantes de gaz, bien qu'il s'agisse de microfissures localisées.

Si le flux de gaz est trop important pour être évacué par les mécanismes précédents, la pression de gaz continue à augmenter jusqu'à atteindre le seuil de rupture du matériau. Il va alors se créer une fracture. Celle-ci s'oriente perpendiculairement à la direction de la contrainte mineure. D'après les caractéristiques mécaniques moyennes des argilites, il faudrait des pressions effectives de gaz supérieures à 12 MPa pour que ce mécanisme s'initie. Bien que supérieure à la pression due au gaz généré, ce mode de propagation doit être pris en compte dans une analyse de sûreté.

## 6 Conclusions

L'argilite du Callovo-Oxfordien est composée d'environ 50 % de minéraux argileux, d'où une texture caractéristique qui définit des propriétés macroscopiques propices pour un stockage souterrain de déchets radioactifs suivant un concept multibarrières. L'espace poral est saturé par un fluide interstitiel. Du fait de la très petite taille des pores définis par ces minéraux argileux, l'eau se présente sous plusieurs types d'état dans la porosité de ces argilites : de l'eau fortement liée et de l'eau faiblement liée qui se situent dans les pores d'une taille de quelques nanomètres à 20 nm. La succion pour désaturer de tels pores est de plusieurs dizaines de MPa. Pour les mêmes raisons, la perméabilité de ces argilites est aussi très faible.

Entre les phases d'excavation et d'exploitation et la phase de post fermeture, les conditions hydriques vont évoluer et elles provoqueront une désaturation et une resaturation auxquelles sont associés respectivement des phénomènes de retrait et de gonflement. Le déconfinement des argilites consécutif à la réalisation des ouvrages modifie l'équilibre initial hydro-mécanique de la formation et entraîne le développement d'une zone d'endommagement (EDZ) à l'interface structure-massif, où les caractéristiques hydromécaniques ( $E$ ,  $V_s$ , etc) décroissent tandis que les caractéristiques de transfert de masse ( $k$ ) peuvent très fortement augmenter.

Du fait de la corrosion des aciers présents dans la structure et les emballages de déchets, la production de gaz sera très importante et active pendant une très longue période. Hormis la petite part du gaz qui se dissoudra dans le fluide interstitiel d'après la loi de Henry et qui diffusera dans le massif suivant la loi de Fick, le gaz produit s'accumulera dans l'espace résiduel du stockage, ce qui engendra une augmentation continue de sa pression. Quand la pression de gaz atteindra le seuil pour vaincre la résistance capillaire, le gaz pénétrera alors dans le milieu poreux en déplaçant l'eau interstitielle. La migration de gaz est aussi possible grâce à un couplage avec le comportement mécanique des argilites au travers des forces de contact entre les solides du squelette argileux. A partir d'un certain seuil, l'énergie du gaz est suffisante pour vaincre ces forces et engendrer une microfissuration. Le gaz peut alors progresser dans une porosité de taille d'accès plus importante ainsi créée. A l'échelle microscopique, cette dilatation de la porosité correspond à la formation de microfissures localisées. Compte tenu de la faible viscosité des gaz et de la faible affinité des gaz avec les solides, ce mécanisme de transfert par microfissuration permet un transfert de quantités importantes de gaz, bien qu'il s'agisse de microfissures localisées. Si le flux de gaz est trop important pour pouvoir être évacué par les mécanismes précédents, la pression de gaz continuera à augmenter jusqu'à atteindre le seuil de rupture de l'argile. Il va alors se créer une fracture. Celle-ci sera orientée perpendiculairement à la direction de la contrainte mineure. Pour les argilites du site MHM, il faudrait des pressions effectives de gaz supérieures à 12 MPa pour que ce mécanisme s'initie.

La perméabilité est un important paramètre pour décrire la capacité de transfert de masse d'un fluide dans la porosité d'un matériau. Dans les chapitres suivants, nous présenterons les résultats d'études expérimentales de la perméabilité au gaz d'échantillons d'argilites prélevés à différentes positions par rapport au puits d'accès du site MHM afin de caractériser leur endommagement mécanique et hydrique et ainsi que l'influence de l'EDZ sur la perméabilité.



## Chapitre 2 Mesures de la perméabilité au gaz

### Introduction

La perméabilité est une propriété caractéristique d'un milieu poreux à se laisser traverser par un fluide saturant son espace poral sous l'effet d'un gradient de potentiel. C'est un paramètre important pour quantifier la capacité de transfert de masse des matériaux poreux. De nombreux travaux ont été effectués pour chercher à relier l'endommagement à la perméabilité afin de développer des modèles numériques pour prédire le comportement hydromécanique des ouvrages tout au long des différentes phases de vie d'un stockage souterrain de déchets nucléaires. Ce chapitre sera consacré à la mesure de la perméabilité au gaz.

Tout d'abord, les différentes méthodes de la mesure de la perméabilité seront présentées avec leurs avantages et leurs inconvénients et leur champ d'application respectif sera précisé. Des résultats obtenus en relation avec le site de MHM seront aussi présentés.

Puis, nous nous concentrerons sur la mesure de la perméabilité au gaz par la méthode transitoire dite du 'pulse test', en exposant le principe de cet essai, les équations le décrivant, les solutions de ces équations en fonction des conditions d'essai et enfin nous présenterons une optimisation des conditions expérimentales afin d'obtenir une sensibilité maximale.

Enfin, nous présenterons le dispositif expérimental du centre de Géosciences qui a été utilisé pour ce travail, et en particulier la validation de ce banc de mesure de très faibles perméabilités et les méthodes d'interprétation qui ont été développées dans le cadre de cette étude.

## 1 Les différentes méthodes de mesure de la perméabilité

Il existe différentes méthodes de mesure de la perméabilité. Globalement, elles peuvent se classer en deux catégories : les méthodes en régime permanent et celles en régime transitoire. Le choix d'une méthode dépend de la valeur de la perméabilité du matériau étudié. La Figure 2-1 illustre la gamme de variation de perméabilité de roches et le type de méthode de mesure de perméabilité utilisable.

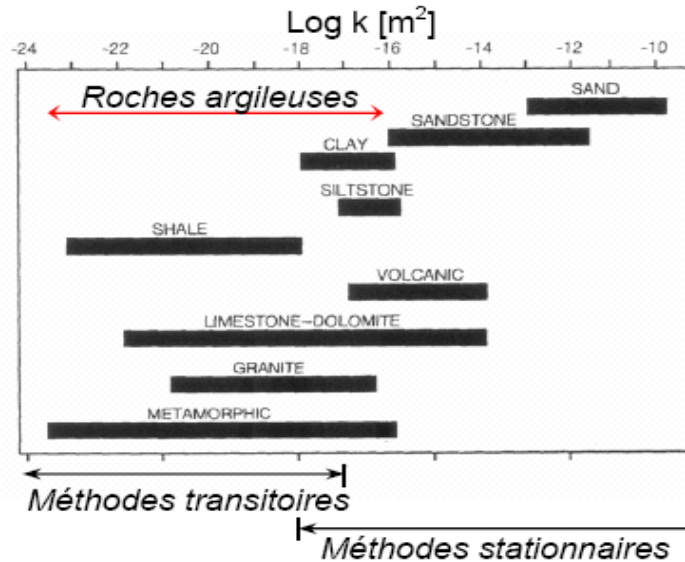


Figure 2-1 : Intervalle de variation de la perméabilité en laboratoire mesurée sur différents échantillons intacts à température ambiante et sous pression de confinement de 10 MPa (d'après Brace.1980 in Read et al. 1989, Cécile coll, 2005)

### 1.1 Méthodes en régime permanent

Le principe des méthodes en régime permanent consiste à imposer aux deux extrémités d'une éprouvette des conditions de charge hydraulique constantes et à mesurer le débit de fluide s'écoulant au travers de l'échantillon. Au-delà d'une certaine durée, la stabilisation des charges dans l'échantillon conduit à un flux massique constant. La valeur de ce flux permet de calculer la perméabilité intrinsèque à partir de la loi de Darcy, des caractéristiques de l'échantillon et de celles du fluide de mesure.

#### Pour l'eau

Lorsque, pour mesurer la perméabilité, on utilise de l'eau en tant que fluide de mesure, la compressibilité de l'eau est supposée négligeable, l'écoulement horizontal est supposé unidimensionnel, et la valeur de la perméabilité intrinsèque est calculée avec la relation suivante :

$$k = \frac{Q \cdot \mu \cdot L}{\Delta P \cdot A} \quad 2.1$$

avec Q débit traversant l'éprouvette, [ m<sup>3</sup> .s<sup>-1</sup> ] ;  
 $\mu$  viscosité dynamique de l'eau, [Pa.s] ;

$L$  longueur de l'éprouvette, [m] ;  
 $A$  section de l'éprouvette, [m<sup>2</sup>] ;  
 $\Delta P$  différence de pression entre les deux extrémités de l'éprouvette, [Pa].

Généralement, la validité de la loi de Darcy est admise, ce qui signifie que la mesure de débit n'est effectuée que pour un seul couple de valeurs des pressions imposées, alors qu'en toute rigueur, il serait nécessaire d'effectuer la mesure de débit avec différents couples de pression afin de vérifier la proportionnalité entre débit et gradient hydraulique en particulier pour des milieux très peu perméables.

De même, afin d'augmenter la sensibilité de la mesure, le gradient hydraulique imposé est souvent très important, jusqu'à plusieurs milliers, et sans commune mesure avec les gradients naturels, souvent très inférieurs à l'unité. L'identité de la valeur de la perméabilité pour ces deux conditions, même si les écoulements sont toujours laminaires, devrait être validée pour des milieux faiblement perméables.

### Pour le gaz

La viscosité dynamique d'un gaz est d'un ordre de grandeur plus faible que celle de l'eau. L'écoulement d'un gaz dans un milieu poreux nécessite beaucoup moins d'énergie que celui de l'eau. Aussi la mesure de la perméabilité d'un milieu poreux avec un gaz sera beaucoup plus sensible qu'avec un liquide.

En prenant en compte la compressibilité du gaz, et en supposant que l'équation d'état du gaz est linéaire, la perméabilité intrinsèque peut s'exprimer par (Le Guen 1991) :

$$k = \frac{2P_0 \cdot L \cdot \mu}{(P_2^2 - P_1^2) \cdot A} \cdot Q_v \quad 2.2$$

avec  $P_0$  pression atmosphérique (de référence), [Pa] ;

$P_1$  et  $P_2$  pressions absolues imposées aux extrémités de l'éprouvette, [Pa] ;

$\mu$  viscosité dynamique, [Pa.s] ;

$L$  longueur de l'éprouvette, [m] ;

$A$  section de l'éprouvette, [m<sup>2</sup>] ;

$Q_v$  flux volumique, [m<sup>3</sup>.s<sup>-1</sup>].

Si l'on considère une éprouvette cylindrique de 40 mm de longueur et de 40 mm de diamètre et avec une porosité effective égale à 10 %, les durées de mesure nécessaires pour déterminer une perméabilité donnée sont présentées dans le *Tableau 2-1* en fonction du fluide de mesure.

*Tableau 2-1 : Durée de mesure en fonction du fluide de mesure*

k (m <sup>2</sup> )	Eau		Argon	
	Temps d'équilibre	Débit	Temps d'équilibre	Débit
10 <sup>-17</sup>	1 (mois)	6,928 [cm <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> ]	0,7 (h)	7281 [cm <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> ]
10 <sup>-18</sup>	10 (mois)	0,693 [cm <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> ]	6,9 (h)	728 [cm <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> ]
10 <sup>-19</sup>	101 (mois)	0,069 [cm <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> ]	69 (h)	73 [cm <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> ]
10 <sup>-20</sup>	1008 (mois)	0,166 [cm <sup>3</sup> .j <sup>-1</sup> ]	29 (j)	7,28 [cm <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> ]
10 <sup>-21</sup>	10077 (mois)	0,017 [cm <sup>3</sup> .j <sup>-1</sup> ]	288 (j)	0,73 [cm <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> ]

Not : Les mesures sont supposées être réalisées sous la température constante de 30°C, le gradient charge est égal à 10 pour l'eau et  $P_0 = P_1 = 0,1$  MPa et  $P_2 = 0,3$  MPa pour l'argon ; critère du temps d'équilibre : écart relatif entre débits entrant et sortant inférieur à 1%.

On constate qu'en deçà de  $10^{-18}$  m<sup>2</sup>, les mesures en régime permanent sont irréalisables car le temps d'obtention du régime permanent est trop important (plusieurs mois) et que le débit est extrêmement faible. Une augmentation du gradient permet tout au plus un gain d'un ordre de grandeur vis-à-vis du débit à mesurer tout en sachant que le temps nécessaire pour obtenir le régime permanent est inchangé.

Pour des valeurs de perméabilité inférieures à cette limite, des méthodes en régime transitoire doivent être utilisées.

## 1.2 Méthode en régime transitoire

La méthode en régime transitoire dite du 'pulse test' est fondée sur le phénomène de diffusion d'une pression dans un milieu poreux. Elle a été initialement proposée par Brace en 1968 pour la mesure des très faibles perméabilités en laboratoire.

Brace propose de considérer un ensemble isolé composé d'une éprouvette cylindrique de milieu poreux dont chaque extrémité est connectée à un réservoir. Le tout est saturé par un gaz de mesure, mais cela peut aussi être un liquide, avec des conditions de pression et de température fixes.

La méthode consiste à injecter à l'instant  $t_0$ , à l'amont de l'éprouvette, une masse de fluide sous pression, via une augmentation de la pression du réservoir amont. Au fur et à mesure de la pénétration du fluide dans l'éprouvette, la pression dans le réservoir amont décroît tandis que celle dans le réservoir aval augmente en raison du transfert de masse induit par la différence de pression entre les deux extrémités de l'éprouvette. A partir des caractéristiques du fluide de mesure, du volume des réservoirs et de l'évolution de la pression dans chacun des réservoirs en fonction du temps et moyennant certaines hypothèses sur l'écoulement, Brace montre que la différence de pression entre les réservoirs présente une décroissance exponentielle et il propose une méthode pour déterminer la perméabilité de l'échantillon à partir du temps caractéristique.

Avant l'injection, la condition d'une pression uniforme dans l'échantillon nécessite une phase d'équilibre dont la durée est plus ou moins longue selon la perméabilité du matériau et qui dans certains cas, théoriquement, peut être très longue.

### Mesure avec un liquide

Il est aussi possible d'utiliser un liquide en tant que fluide de mesure. Comme dans le cas d'un gaz, les variations de pression dans les réservoirs sont liées aux échanges de masse avec l'éprouvette par l'intermédiaire de la compressibilité du liquide. Celle-ci est peu importante et du même ordre de grandeur que celles des réservoirs et de l'éprouvette. Dans l'éprouvette, l'équation décrivant l'écoulement unidimensionnel est :

$$\frac{\partial P}{\partial t} = \frac{K_h}{S_s} \frac{\partial^2 P}{\partial x^2} \quad 2.3$$

Avec  $K_h$  [m.s<sup>-1</sup>] coefficient hydraulique ;

$S_s$  [m<sup>-1</sup>] coefficient d'emmagasinement spécifique de la roche.

Hsieh et al. (1981) ont proposé une solution analytique de l'équation (2.3) décrivant l'évolution de la pression. Cette solution permet de déterminer le coefficient hydraulique et le coefficient d'emménagement spécifique de la roche en procédant à un ajustement des courbes expérimentales et théoriques de l'évolution des pressions dans les réservoirs.

De nombreuses études ont été réalisées pour mesurer la perméabilité à l'eau des argilites par la méthode du 'pulse test' (Heitz, 1998 ; Coste, 1999 ; Skoczylas, 2001 et Escoffier, 2002 etc.). Le *Tableau 2-2* présente une synthèse des valeurs mesurées pour des échantillons d'argilite du site MHM par cette méthode. On y constate que l'argilite saturée de Meuse/Haute-Marne présente une perméabilité intrinsèque mesurée à l'eau comprise entre  $10^{-20}$  et  $10^{-22}$  m<sup>2</sup>.

Parmi ces études, Escoffier (2002), en procédant à une analyse pour le dimensionnement de son banc de mesure, a montré que le rapport entre l'emménagement de l'éprouvette et l'emménagement des réservoirs influence fortement la sensibilité du dispositif de mesure. Dès lors, le volume des réservoirs devrait donc être adapté aux valeurs de la perméabilité et du coefficient d'emménagement des matériaux. Elle a déterminé un intervalle de valeurs optimal pour ce rapport (0,03 – 3). Compte tenu des caractéristiques des argilites du site MHM, le coefficient d'emménagement du réservoir supérieur doit être compris entre  $10^{-10}$  et  $10^{-12}$  m<sup>2</sup> pour des éprouvettes 38 mm de diamètre et 15 mm de hauteur.

Néanmoins la durée des essais est très longue, 4 mois pour les mesures de Escoffier qui a noté que la corrosion de l'acier inoxydable dans les réservoirs peut perturber la pression et conduire à une augmentation de pression amont alors qu'il existe un flux de masse vers l'échantillon.

*Tableau 2-2 : Valeurs de perméabilité à l'eau mesurées sur des échantillons d'argilites du site MHM*

Forage	Référence Cellule	Cote	Perméabilité [m <sup>2</sup> ]	Référence
EST104	EST02429	496,2	$10^{-20} - 10^{-21}$	Heitz (1998)
	EST02078	425,6	$10^{-20} - 10^{-21}$	Coste (1999)
	EST02243	463,2	$10^{-20} - 10^{-22}$	
	EST02288	470,9	$10^{-20} - 10^{-21}$	Escoffier (2002)
	EST02159	447,9	$10^{-20}$	
EST204	EST05067	453,7	$10^{-20}$	
EST205	EST05581	463	$10^{-20} - 10^{-21}$	Skoczylas (2001)
	EST05743	501	$10^{-20} - 10^{-21}$	
	EST05629	474	$10^{-21}$	Koriche (2004)
	EST05743	502	$10^{-21}$	

### Mesure avec un gaz

L'utilisation du gaz comme un fluide de mesure dans la méthode du 'pulse test' présente les avantages suivants :

- essai plus rapide et plus sensible en raison de la faible viscosité du gaz ;
- fluide inerte qui n'a pas d'effet chimique sur la texture des pores. Plusieurs études ont montré que l'argilite de MHM était très sensible à la composition chimique de l'eau mise en contact avec les éprouvettes. L'utilisation d'un gaz permet d'éviter ce problème d'interaction chimique fluide-matrice rocheuse.



Inversement, il est nécessaire d'éliminer le liquide interstitiel afin que le gaz puisse circuler dans la totalité de l'espace poral. Si cette élimination est complète, la mesure quantifiera la perméabilité du matériau sous réserve que la texture n'ait pas été altérée lors de l'élimination de la phase du liquide. Si du liquide interstitiel subsiste, la valeur mesurée sera celle de la perméabilité effective pour le degré de saturation en cours. A priori aucune méthode de désaturation partielle ou totale ne permet de laisser intact l'espace poral d'un matériau argileux en raison des forces capillaires qui se développent. Dans le cas des argilites du site MHM, il n'est pas possible d'évaluer formellement cette influence du fait de l'absence de mesures de perméabilité à l'eau dont la justesse est établie. Par ailleurs, la sensibilité de la texture des argilites du site MHM au chimisme d'une solution mise en contact ou à une désaturation complète introduit un biais sur une mesure de la perméabilité intrinsèque avec un liquide ou un gaz saturant totalement leur porosité. Néanmoins en utilisant un gaz en tant que fluide de mesure, on élimine les interactions de type chimique avec les argilites, De plus en raison de la très faible taille des pores, une faible variation de position relative des particules correspond à de larges variations des interactions entre particules ce qui aurait pour conséquence de limiter les déformations de texture. Aussi une désaturation par un séchage à faible température (60°C) ou très graduel limiterait les modifications de texture (Gasc-Barbier, 2004) et permettrait d'assimiler la valeur de perméabilité effective mesurée à celle de la perméabilité intrinsèque.

Les avantages étant prépondérants, c'est cette méthode de mesure de la perméabilité qui sera utilisée dans cette étude à partir d'une adaptation du dispositif expérimental mise au point au centre de Géosciences par Le Guen (1991). La procédure expérimentale et le banc de mesure seront présentés en détail dans la section suivante.

### 1.3 Autres méthodes de mesure ou d'évaluation de la perméabilité

#### Méthode de Koseny-Carman

La perméabilité d'un milieu poreux peut être calculée avec des relations analytiques empiriques ou reposant sur une analyse physique. Ces relations font intervenir différents termes censés prendre en compte la géométrie des pores et de leur connectivité.

La relation plus connue est la relation de Koseny-Carman (1937), dont l'expression est :

$$k = c_0 \cdot S^2 \cdot \frac{n^3}{(1-n)^2} \quad 2.4$$

où  $c_0$  facteur de forme des pores ;

$S$  surface spécifique (surface des pores par unité de masse du matériau). Ce paramètre représente en quelque sorte la taille moyenne des pores ;

$n$  porosité du matériau.

En 1962, Olsen a testé cette équation sur des argiles et il a montré que cette équation n'est pas adaptée pour ce type de matériaux. En effet, cette équation se base sur une hypothèse d'une distribution unimodale des pores. Ce qui n'est pas le cas pour les argilites étudiées.

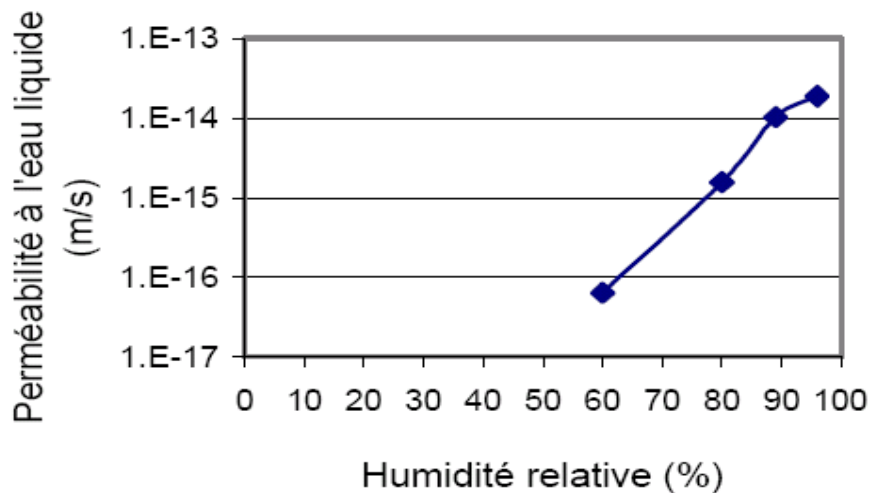
## Détermination de la perméabilité à partir d'un essai de transfert hydrique

Cette méthode s'appuie sur la théorie d'un transfert de masse en milieu poreux partiellement saturé (Coussy et al. 2001), Elle consiste à étudier la cinétique de la perte de masse d'une éprouvette présentant un degré de saturation uniforme lorsqu'elle est placée dans une ambiance à HR contrôlée. Parmi les travaux réalisés sur des échantillons d'argilites du site MHM avec cette méthode (Heitz, 1999 ; Estelle, 2002 ; Hoxha, 2004 ; Koriche, 2004 et Pham, 2006), on a retenu ceux de Hoxha qui a choisi à partir de ses mesures une équation empirique de Gardner-Mualem, pour lier la perméabilité au liquide à l'humidité relative (*Figure 2-2*) :

$$K_{lq} = K_0 \cdot e^{\alpha \cdot HR} \quad 2.5$$

Avec  $\alpha = 0,15$  et  $K_0 = 1,7 \cdot 10^{-20} \text{ m.s}^{-1}$  et  $HR$  l'humidité relative de l'air (>60 %).

Cette méthode permet donc de déterminer indirectement la perméabilité à l'eau d'argilites non saturées, voire celle du matériau saturé par extrapolation.



*Figure 2-2 : Evolution de la perméabilité relative à l'eau des argilites du site MHM en fonction de l'humidité relative d'air (Hoxha, 2004)*

## 2 Mesure de la perméabilité au gaz par la méthode 'Pulse test'

### 2.1 Le principe de 'Pulse test'

Le principe de la mesure est schématisé sur la *Figure 2-3*.

L'ensemble est pressurisé avec une pression  $P_0$  connue pendant une certaine durée. Cette phase de pressurisation a pour but d'obtenir une même pression uniforme au sein de l'échantillon et dans les réservoirs avant le déclenchement de l'incrément de la pression à l'amont (le pulse). A l'instant  $t_0$ , une surpression  $\Delta P_0$  est imposée dans le réservoir amont et donc à la face amont de l'échantillon. L'évolution au cours du temps de la pression à l'amont et à l'aval ainsi que la différence de pression  $\Delta P(t)$  entre les réservoirs est enregistrée, et ce, a priori, jusqu'à l'obtention d'un nouvel état d'équilibre de pression uniforme  $P_f$  (*Figure 2-4*).

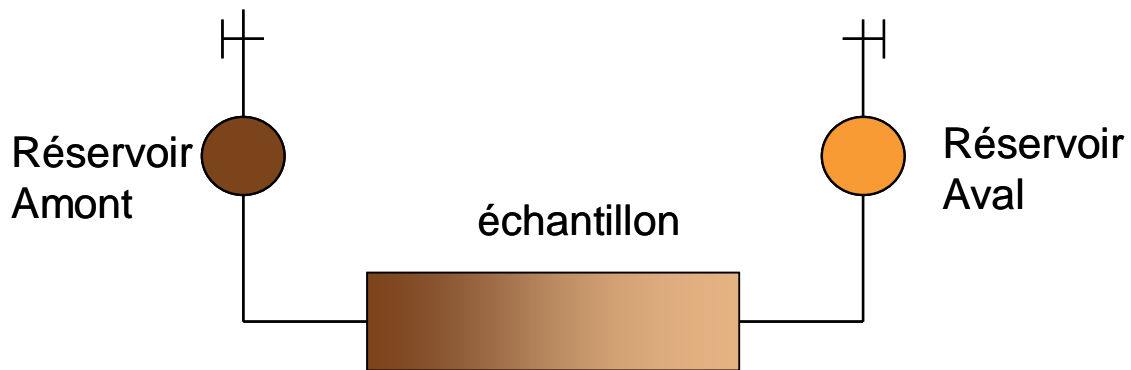


Figure 2-3 : Principe du dispositif expérimental pour la mesure de la perméabilité suivant la méthode du Pulse test

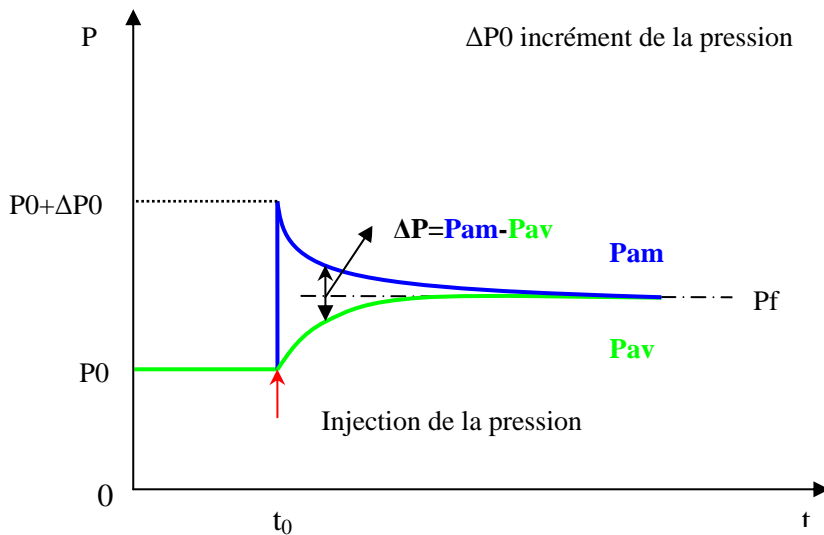


Figure 2-4 : Evolution de la pression dans les réservoirs amont ( $P_{am}$ ) et aval ( $P_{av}$ ) pendant la mesure

Les courbes d'évolution de pression dans les réservoirs permettent de calculer la valeur de la perméabilité soit en utilisant des abaques préalablement établis, soit par la méthode de Brace, soit par une méthode d'inversion, qui seront présentées dans la section suivante.

## 2.2 Equation générale de la diffusion du gaz dans l'échantillon

Dans le cas où le gaz est le seul fluide présent dans l'échantillon avec une porosité constante  $n$  et que le gaz diffuse uniformément dans l'échantillon, la conservation de la masse s'exprime par l'équation suivante :

$$n \frac{\partial(\rho)}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \bar{v}) = 0 \quad 2.6$$

avec  $\bar{v}$  est la vitesse moyenne d'écoulement du gaz.

En considérant que la loi de Darcy est valide localement, que l'équation d'état du gaz est connue, que l'écoulement est unidimensionnel et que l'effet gravitaire est négligé, cette équation devient :

$$\frac{\partial}{\partial x} \left( k \frac{\rho}{\mu} \frac{\partial P}{\partial x} \right) = \beta n \rho \frac{\partial P}{\partial t} \quad 2.7$$

avec :  $k$  perméabilité intrinsèque du milieu poreux [ $\text{m}^2$ ] ;  
 $\mu$  viscosité dynamique du gaz [ $\text{Pa}\cdot\text{s}^{-1}$ ] ;  
 $\rho$  masse volumique du gaz [ $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ ] ;  
 $\beta$  coefficient de compressibilité isotherme du gaz de mesure [ $\text{Pa}^{-1}$ ]  $d\rho/\rho = \beta \cdot dP$ .

$k$ ,  $\mu$ ,  $\rho$  dépendent peu ou prou de la pression  $P$ , donc le terme de gauche de l'équation (2.7) peut être développé :

$$\frac{k\rho}{\mu} \frac{\partial^2 P}{\partial x^2} + \left( \frac{\rho}{\mu} \frac{\partial k}{\partial P} + \frac{k}{\mu} \frac{\partial \rho}{\partial P} + k\rho \frac{\partial(1/\mu)}{\partial P} \right) \frac{\partial P}{\partial x} \frac{\partial P}{\partial x}$$

En considérant que  $\frac{\partial \rho}{\partial P}$  est égale à  $\rho\beta$ , l'équation (2.7) peut donc s'exprimer :

$$\frac{\partial^2 P}{\partial x^2} + \left( \frac{1}{k} \frac{\partial k}{\partial P} + \beta + \mu \frac{\partial(1/\mu)}{\partial P} \right) \left( \frac{\partial P}{\partial x} \right)^2 = \frac{\beta n \mu}{k} \frac{\partial P}{\partial t} \quad 2.8$$

Le fort non linéarité de l'équation (2.8) pose des difficultés pour sa résolution. En posant les hypothèses simplificatrices suivantes :

- $\beta \frac{\partial P}{\partial x}$  est négligeable vis-à-vis de  $\frac{\partial P}{\partial x}$  et/ou  $\left( \frac{n\mu\beta}{k} \frac{\partial P}{\partial t} \right)$  ;
- $\frac{\partial(1/\mu)}{\partial P}$  est négligeable.

Cette équation peut se réduire à la formule suivante :

$$\frac{\partial^2 P}{\partial x^2} + \beta_k \left( \frac{\partial P}{\partial x} \right)^2 = \frac{\beta \mu n}{k} \frac{\partial P}{\partial t} \quad 2.9$$

avec  $\beta_k = \frac{1}{k} \frac{\partial k}{\partial P}$ , un terme qui décrit la dépendance de la perméabilité vis-à-vis de la pression.

Si l'on suppose que la perméabilité,  $k$ , est constante et qu'il n'y a pas de couplage mécanique, on aboutit à l'équation différentielle suivante qui présente une forme très simple.

$$\frac{\partial^2 P}{\partial x^2} = \frac{\beta \mu n}{k} \frac{\partial P}{\partial t} \quad 2.10$$

L'introduction des conditions aux limites et initiales, permet de résoudre analytiquement cette équation.

## Conditions initiales

Dans la méthode du 'pulse test', à l'instant initial, la pression est uniforme dans le système et un incrément de la pression de gaz est imposé dans le réservoir d'amont, donc on a :

$$P(x, t=0) = P_0 ; \quad \text{pour } 0 < x \leq L \quad 2.11$$

$$P(x, t=0) = P_0 + \Delta P_0 ; \quad \text{pour } x=0 \quad 2.12$$

## Conditions aux limites

Le principe de conservation de la masse permet de formuler des relations liant les conditions aux limites au niveau des extrémités de l'échantillon avec la pression dans le réservoir correspondant.

Pour le réservoir d'amont, la diminution de la masse du fluide de mesure pendant l'intervalle  $dt$  est égale à la masse de fluide entrant dans l'échantillon par sa face amont. La masse de fluide contenue dans le réservoir amont à l'instant  $t$  est égale à :

$$\rho_{am}(t) \cdot V_{am}$$

En considérant la relation liant la masse volumique à la pression, cette variation de masse est donc égale :

$$\frac{d(\rho \cdot V_{am})}{dt} \Big|_{x=0, t>0} = V_{am} \cdot \left( \frac{\partial \rho}{\partial P} \right) \cdot \left( \frac{\partial P}{\partial t} \right) = V_{am} \cdot \beta \cdot \rho \cdot \left( \frac{\partial P}{\partial t} \right)_{x=0, t>0} \quad 2.13$$

Le flux massique pénétrant dans l'échantillon par la face amont est égal à :

$$- \frac{1}{A} \frac{d(\rho \cdot V_{am})}{dt} \quad 2.14$$

avec  $A$  section de l'échantillon.

D'après la loi de Darcy, il est aussi égal à :

$$- \rho \frac{k}{\mu} \left( \frac{\partial P}{\partial x} \right)_{x=0, t>0} \quad 2.15$$

En égalant les expressions (2.14) et (2.15), on obtient l'expression de la condition à la limite amont :

$$\frac{\partial P}{\partial x} = \frac{V_{am} \mu \beta}{k A} \left( \frac{\partial P}{\partial t} \right)_{x=0, t>0} = \frac{V_{am} \mu \beta}{k A} \frac{dP_{am}}{dt} \quad 2.16$$

De même, l'expression de la condition à la limite aval est :

$$\frac{\partial P}{\partial x} = - \frac{V_{av} \mu \beta}{k A} \left( \frac{\partial P}{\partial t} \right)_{x=L, t>0} = - \frac{V_{av} \mu \beta}{k A} \frac{dP_{av}}{dt} \quad 2.17$$

### 2.3 Solutions de l'équation

L'équation de diffusion avec les conditions initiales et limites peut être résolue par les différentes méthodes suivantes : la solution simplifiée de Brace, analytiquement ou numériquement.

#### La solution simplifiée de Brace

Cette méthode a été proposée par Brace & al (1968). Elle se base sur l'hypothèse que la masse de gaz contenue dans l'échantillon est négligeable vis-à-vis de celles contenues dans les réservoirs amont et aval, que le gradient de pression est uniforme dans l'échantillon à tout instant et que l'accumulation dans l'échantillon est négligeable, En pratique cette hypothèse est vérifiée dès lors que le volume des réservoirs est supérieur à celui de l'espace poreux de l'échantillon :

$$\frac{\partial P}{\partial x} = \frac{P_{av}(t) - P_{am}(t)}{L} = -\frac{\Delta P(t)}{L} \quad 2.18$$

Combinée avec les conditions aux limites aval et amont, et sous réserve de considérer  $\beta$  constant dans l'intervalle de pression  $\Delta P_0$ , on obtient :

$$\Delta P(t) = \Delta P_0 e^{-at} \quad 2.19$$

avec :

$$a = \frac{k}{\mu \beta} \frac{A}{L} \left( \frac{1}{V_{am}} + \frac{1}{V_{av}} \right) \quad 2.20$$

L'évolution des pressions amont et aval est décrite par les expressions :

$$\begin{aligned} P_{am}(t) - P_f &= \Delta P_0 \cdot \frac{V_{av}}{V_{am} + V_{av}} \cdot e^{-at} \\ P_f - P_{av}(t) &= \Delta P_0 \cdot \frac{V_{am}}{V_{am} + V_{av}} \cdot e^{-at} \end{aligned} \quad 2.21$$

où  $P_f$  désigne la pression finale d'équilibre dont la valeur est donnée par :

$$P_f = P_0 + \Delta P_0 \cdot \frac{V_{am}}{V_{am} + V_{av}} \quad 2.22$$

#### La solution analytique

En considérant que la perméabilité est constante, les solutions analytiques de l'équation de diffusion (2.10) avec les conditions décrites ci-dessus ont été explicitées par Carslaw & Jaeger(1959). Ces équations ont été reprises par Hsieh & al (1981), etc. et elles ont été formulées sous forme adimensionnelle pour un transfert de masse décrit par l'équation de Laplace :

$$\frac{P_{am} - P_0}{\Delta P_0} = \frac{1}{1 + \zeta + \vartheta} + 2 \sum_{m=1}^{\infty} \left[ \frac{\exp(-\alpha \phi_m^2) (\zeta + \vartheta \phi_m^2 / \zeta)}{\vartheta^2 \phi_m^4 / \zeta^2 + (\vartheta^2 \zeta + \vartheta^2 + \vartheta + \zeta) \phi_m^2 / \zeta + (\zeta^2 + \vartheta \zeta + \zeta)} \right]$$

$$\frac{P_{av} - P_0}{\Delta P_0} = \frac{1}{1 + \zeta + \vartheta} + 2 \sum_{m=1}^{\infty} \left[ \frac{\exp(-\alpha \phi_m^2) (\zeta - \vartheta \phi_m^2 / \zeta)}{\vartheta^2 \phi_m^4 / \zeta^2 + (\vartheta^2 \zeta + \vartheta^2 + \vartheta + \zeta) \phi_m^2 / \zeta + (\zeta^2 + \vartheta \zeta + \zeta) \cos \phi_m} \right] \quad 2. 23$$

avec  $\phi_m$  racines de l'équation  $\tan \phi = \frac{(1 + \vartheta)\phi}{\vartheta \phi^2 / \zeta - \zeta}$

$$\alpha = \frac{Kt}{L^2 S_s} = \frac{kt}{L^2 \mu \beta n} \quad \text{un paramètre lié aux caractéristiques physiques du fluide}$$

(compressibilité, viscosité dynamique) à la perméabilité, au temps et les caractéristiques de l'éprouvette (longueur et porosité) ;

$$\zeta = \frac{S_s AL}{S_u} = \frac{nAL}{V_{am}} \quad \text{qui quantifie le rapport entre l'emmagasinement de l'échantillon et celui du}$$

réservoir d'amont ;

$$\vartheta = \frac{S_d}{S_u} = \frac{V_{av}}{V_{am}} \quad \text{qui quantifie le rapport entre les emmagasineurs des réservoirs aval et}$$

amont.

Les termes de ces deux séries décroissent assez rapidement et il est donc aisé de calculer l'évolution des pressions dès lors que les racines  $\phi_m$  ont été calculées. L'ensemble a été mis en œuvre dans une feuille de calcul Excel associée à une macro pour la détermination des racines  $\phi_m$ .

## La méthode numérique

Avec le développement de l'informatique, des méthodes numériques sont largement utilisées pour résoudre des équations non linéaires comme l'équation de diffusion. La méthode de différences finies a été utilisée pour écrire un programme qui permet de simuler l'évolution de la pression de gaz ainsi que la distribution de gaz dans l'échantillon lors d'un essai de mesure de la perméabilité suivant la méthode du « pulse-test ».

La méthode de Brace est la plus simple et la plus pratique à utiliser. Cependant elle néglige la porosité du matériau, ce qui peut influencer significativement l'évolution des pressions dans le cas de faibles perméabilités (*Figure 2-5*). Par comparaison avec les évolutions des pressions prédites par la méthode numérique, il convient de n'utiliser la méthode de Brace que pour des matériaux dont la porosité est inférieure à 1%. Trimmer (1981) et Hsieh et al. (1981) ont conseillé que le volume de réservoir d'amont soit au moins deux fois plus grand que le volume de la porosité effective de l'échantillon pour assurer la validité de la mesure suivant cette méthode et leur interprétation.

La solution analytique suppose que les coefficients de l'équation de diffusion sont constants, ce qui est une condition restrictive, surtout dans le cas de l'utilisation d'un gaz. Pour respecter cette hypothèse, il est donc nécessaire de n'utiliser que de faibles incréments de pression.

L'utilisation de la méthode numérique permet de s'affranchir des limitations de ces deux méthodes et elle est en ce sens plus répandue. Cependant son usage nécessite la définition

d'un critère pour apprécier la qualité de l'ajustement entre les courbes expérimentales et numériques de l'évolution des pressions.

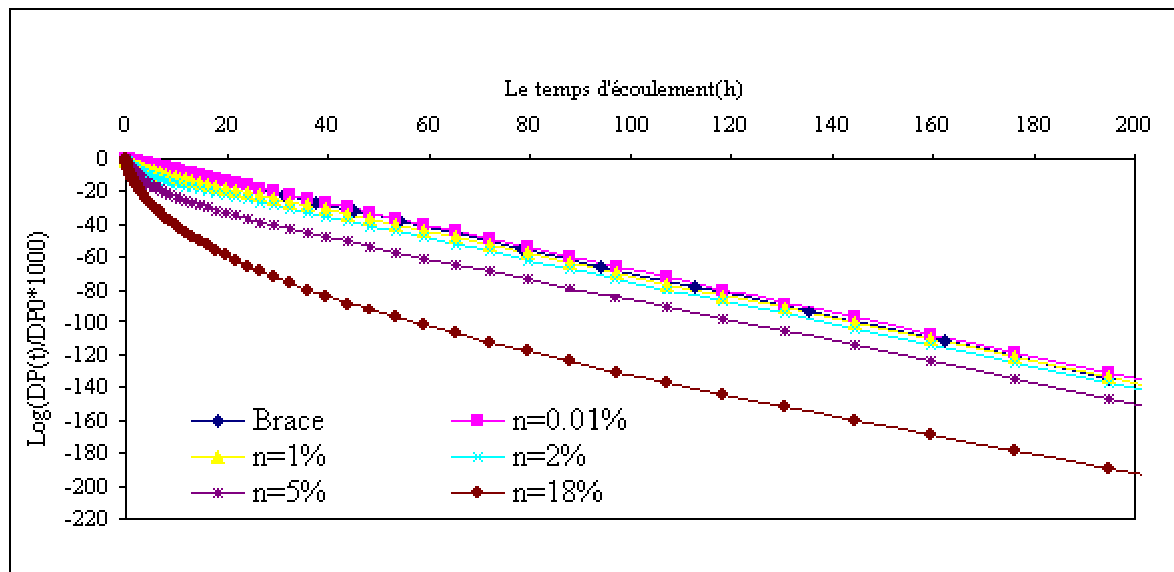


Figure 2-5 : Comparaison de l'évolution de la différence de pressions des réservoirs prédite par la solution simplifiée de Brace et celle obtenue par la méthode numérique pour différentes porosité ( $k = 10^{-21} \text{ m}^2$ )

## 2.4 Optimisation des paramètres

En réalité dans un milieu poreux, l'écoulement n'est pas purement visqueux et une partie de l'écoulement du gaz est lié à un écoulement-glisement qui est souvent appelé effet de Klinkenberg. Physiquement, l'effet de Klinkenberg est significatif lorsque le libre parcours moyen des molécules de gaz est proche de la taille des pores. Il s'en suit un plus grand nombre de collisions moléculaires avec la surface de pore par rapport aux collisions entre les molécules de gaz. Sachant que suivant la théorie statistique des gaz, ce nombre de chocs est directement lié à la pression il en découle une modification de la répartition des pressions dans l'échantillon par rapport à celle définie par une variation linéaire de la pression au travers de l'échantillon entre les pressions amont et aval. En conséquence la perméabilité calculée à partir de la formule de Darcy est reliée à la perméabilité intrinsèque du milieu poreux, mesurée avec un liquide,  $k_{\infty}$ , par la formule proposée par Klinkenberg :

$$k_g = k_{\infty} \left( 1 + \frac{b}{P_m} \right) \quad 2.24$$

avec  $P_m$  la pression moyenne dans l'échantillon et  $b$  coefficient de Klinkenberg caractéristique du milieu poreux considéré.

En considérant une pression moyenne suffisamment importante, cet effet Klinkenberg s'estompe.

Pour des milieux poreux avec des pores très petits tels que les argilites, l'effet de Klinkenberg peut être significatif et donc la perméabilité mesurée n'est qu'une perméabilité apparente qui est fonction de la pression.

Une augmentation de la pression permet de diminuer l'effet de Klinkenberg. Il est donc recommandé d'utiliser une pression de gaz relativement élevées ( $P_0 > 5 \text{ MPa}$ ) pour effectuer



une mesure de perméabilité au gaz d'après les recommandations de Peach (1984), citées par Le Guen (1991).

Si l'amplitude de l'incrément de pression,  $\Delta P_0$ , est important, la dépendance de la perméabilité vis-à-vis de la pression interne de gaz ne peut pas être négligée (terme  $\beta_k = \frac{1}{k} \frac{\partial k}{\partial P}$ ). L'équation décrivant l'essai du pulse test est alors la formule (2.9) qui ne peut être résolue que numériquement. Il est donc conseillé de n'utiliser que des incréments de pression dont l'amplitude est inférieure à 10 % de la pression initiale,  $P_0$ , afin d'éviter de devoir résoudre cette équation (Walder & Nur, 1986).

Le volume des réservoirs est un paramètre important qui joue directement sur la durée de l'essai pour mesurer une très faible perméabilité. Avec une analyse paramétrique de dimensionnement, Hsieh (1981) et Escoffier (2002) ont donné des conseils sur le choix du volume des réservoirs. D'après la solution de Brace, plus le volume des réservoirs est petit et plus les conditions de mesure d'une faible perméabilité sont favorables. Le gaz de mesure choisi a été de l'argon à 30°C et la pression initiale a été fixée à 6,5 MPa.

L'équation d'état des gaz étant fonction de la température, les pressions du gaz peuvent être perturbées par des fluctuations de température qui sont liées aux performances du dispositif de régulation de la température de l'enceinte contenant le banc expérimental. Pour minimiser cette source de perturbations, la variation de la température doit être maintenue à une valeur de consigne avec un écart de +/- 0,1°C.

Parmi les gaz de mesure potentiellement utilisables, seuls deux ont été considérés, l'hélium et l'argon. Le premier en tant que substitut à l'hydrogène permet de s'affranchir des problèmes de sécurité liés à la réaction explosive de l'hydrogène en présence d'oxygène. Le second en raison de la taille de sa molécule qui permet de minimiser les problèmes d'étanchéité du dispositif expérimental. Ces deux gaz sont des gaz dit parfaits qui assurent une absence de réactions chimiques avec les différents constituants des échantillons. D'autre part leur équation d'état est proche de celle des gaz parfaits, en particulier pour l'hélium. Néanmoins l'ensemble des termes disponibles pour exprimer les équations d'état respectives ont été pris en compte.

### **3 Dispositif expérimental de mesure de perméabilité**

Le banc de mesure des très faibles perméabilités disponible au centre des Géosciences se compose d'une cellule biaxiale et son environnement de chargement, d'un circuit gaz, et de différents capteurs. L'ensemble est placé dans une enceinte dont la température est rigoureusement contrôlée (les écarts de température sont inférieurs à +/-0,1 °C).

La cellule biaxiale se compose de deux pistons, l'un mobile et l'autre fixe, qui sont perforés axialement sur toute leur longueur afin de permettre un libre accès du gaz aux extrémités de l'échantillon. L'échantillon cylindrique avec un diamètre de 40 mm et un élanement compris entre 1 et 2 est placé entre les deux pistons.

Le circuit gaz est constitué d'éléments en inox (tubes, raccords, réservoirs et vannes commercialisés par la société SWAGELOCK®). L'étanchéité au niveau des raccords est assurée par des contacts métal-métal (système à olives SWAGELOCK® pour les raccords

fixes et à joints plats VCR pour les raccords démontables). Les vannes utilisées sont des vannes NUPRO<sup>®</sup> dont la particularité est de présenter une excellente étanchéité au niveau de l'équipage mobile vis-à-vis de l'extérieur (soufflet métallique). Inversement elles présentent un volume interne relativement important, de l'ordre de 4 cm<sup>3</sup>. Pour éviter toute perturbation de la température dans l'enceinte, ces vannes sont équipées d'un actionneur pneumatique qui permet de les manœuvrer sans ouverture des portes de l'enceinte. Une vanne principale permet de diviser ce circuit en deux parties isolées constituant alors le volume amont et le volume aval. Des vannes secondaires permettent l'introduction ou la purge du gaz, la réduction du volume du circuit ou l'isolement de parties du circuit. Bien que le diamètre interne des tubulures utilisées soit faible (2,28 mm), les volumes morts des vannes, capteurs et raccords conduisent à des valeurs de volumes amont et aval relativement importantes : 17,2 et 25,6 cm<sup>3</sup> respectivement. Un réservoir de grand volume (2200 cm<sup>3</sup>) a été ajouté dans le circuit d'amont pour certains essais afin d'imposer une pression pseudo-constante.

Un capteur de pression différentielle de haute précision (EFFA<sup>®</sup> GA 64/5000C ± 0,5 MPa linéarité 0,1 %EM, pression de ligne 20 MPa) permet une mesure de la variation de pression entre les volumes aval et amont. Deux capteurs de pression (DRUCK<sup>®</sup> PDCR 910 13,5 MPa linéarité 0,1% BSL) permettent de mesurer la pression de gaz dans chacun des volumes. Leur utilité est réelle, soit pour contrôler l'étanchéité des volumes, soit pour déterminer la pression d'entrée de gaz. La mesure de la différence de pression avec ces capteurs est moins précise que celle donnée par le capteur différentiel.

Un capteur de la température permet de suivre les variations de température de l'enceinte. Deux contrôleurs pression-volume GDS<sup>®</sup> permettent de générer les deux contraintes biaxiales (axiale et de confinement). Un capteur LVDT (+/- 12,5 mm, linéarité 0,1%) externe avec une résolution de 1µm permet de mesurer le déplacement longitudinal de l'échantillon. Ce capteur est placé à l'extérieur de la cellule.

L'ensemble des signaux délivrés par ces capteurs sont numérisés et enregistrés par l'intermédiaire d'un système d'acquisition qui permet de contrôler la fréquence d'acquisition et de visualiser l'évolution des différentes grandeurs définies ci-dessus.

Ce banc de mesure de la perméabilité est représentée par le schéma ci-dessus (*Figure 2-6*) tandis que la *Figure 2-7* en donne une vue photographique.

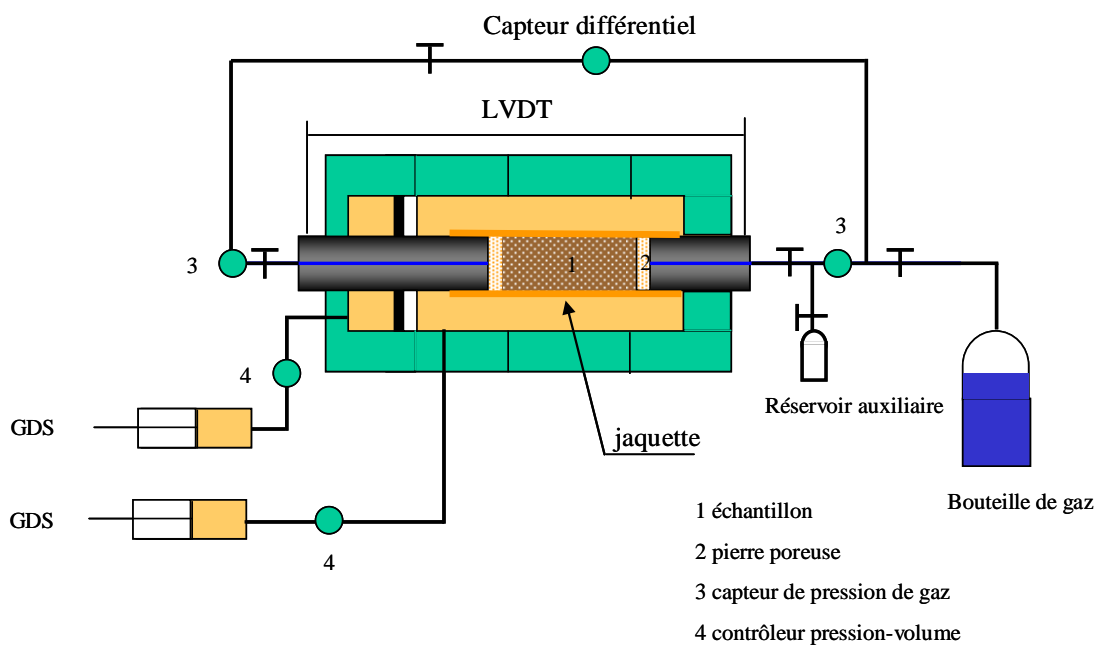


Figure 2-6 : Schéma du banc de mesure des très faibles perméabilités du centre des Géosciences

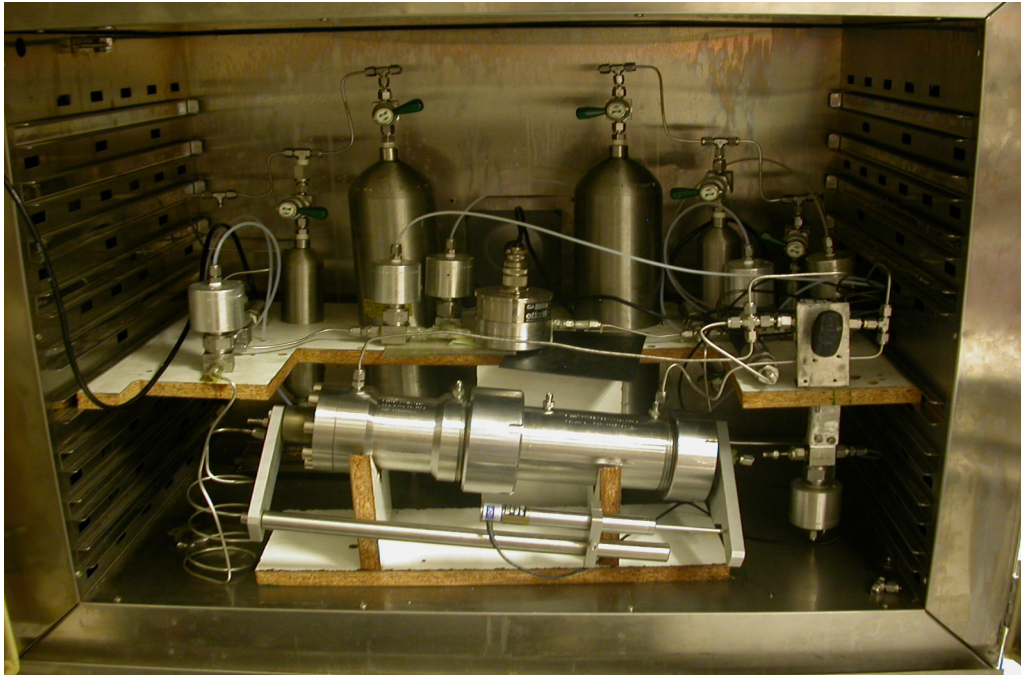


Figure 2-7 : Vue du banc de mesure des très faibles perméabilités du centre des Géosciences

## 4 Interprétation de la perméabilité

Les valeurs enregistrées, à pas de temps constant, par le système d'acquisition sont celles des grandeurs suivantes : pression de gaz dans les circuits amont et aval ainsi que leur différence, contrainte axiale et pression de confinement latéral, déplacement axial et température interne de l'enceinte. La valeur de la perméabilité peut être déterminée avec l'une des méthodes suivantes : méthode de Brace, abaques numériques ou par inversion numérique. Hormis la méthode de Brace, il est à noter que la porosité effective au gaz est une variable du problème, soit en tant que donnée de configuration, soit en tant qu'inconnue. Dans ce dernier cas, les méthodes à l'aide d'abaques ou par inversion conduisent à la détermination des valeurs du couple perméabilité-porosité.

### 4.1 Méthode de Brace

La solution analytique simplifiée de Brace permet de calculer directement la perméabilité :

$$k = - \frac{\ln(\Delta P(t) / \Delta P_0) \mu \beta L}{A \left( \frac{1}{V_{am}} + \frac{1}{V_{av}} \right) t} \quad 2.25$$

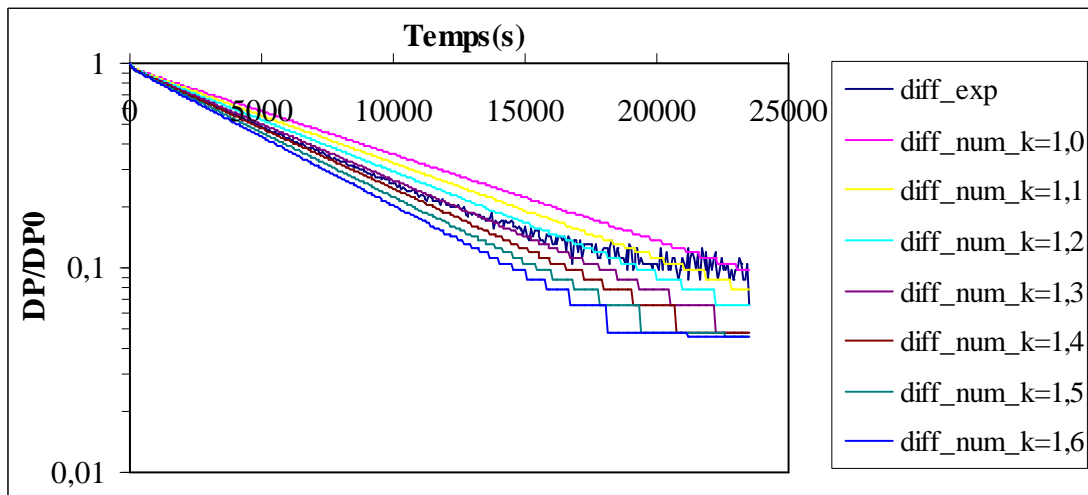
Dès lors que la variation relative de la pression différentielle en fonction du temps est connue. Elle permet d'obtenir une valeur de la perméabilité instantanée, en considérant que les paramètres physiques du gaz et de l'échantillon sont constants sur la plage de variation des pressions de gaz. De même elle peut s'appliquer en considérant comme origine des temps n'importe quel instant et comme incrément de pression la valeur de la pression différentielle à

cet instant. Même si les conditions ne sont pas celles des hypothèses qui la sous-tendent, l'utilisation de la méthode de Brace permet d'obtenir une valeur approchée qui peut être utilisée pour initialiser les autres méthodes.

## 4.2 Méthode des abaques numériques

En considérant différentes valeurs de la perméabilité proches de celle déterminée par la méthode de Brace et la valeur de la porosité effective au gaz, on peut établir numériquement, à l'aide d'un programme numérique, des abaques sous forme de courbes de l'évolution de l'amplitude relative de l'incrément de pression  $\Delta P(t)/\Delta P_0$  en fonction du temps et de la perméabilité pour une valeur de porosité donnée. La courbe expérimentale est ensuite comparée à celles des abaques (*Figure 2-8*) et l'on recherche la courbe numérique présentant le meilleur accord avec la courbe expérimentale. Une fois la courbe numérique qui s'ajuste au mieux identifiée, la valeur de la perméabilité la caractérisant est prise pour valeur de la perméabilité du matériau.

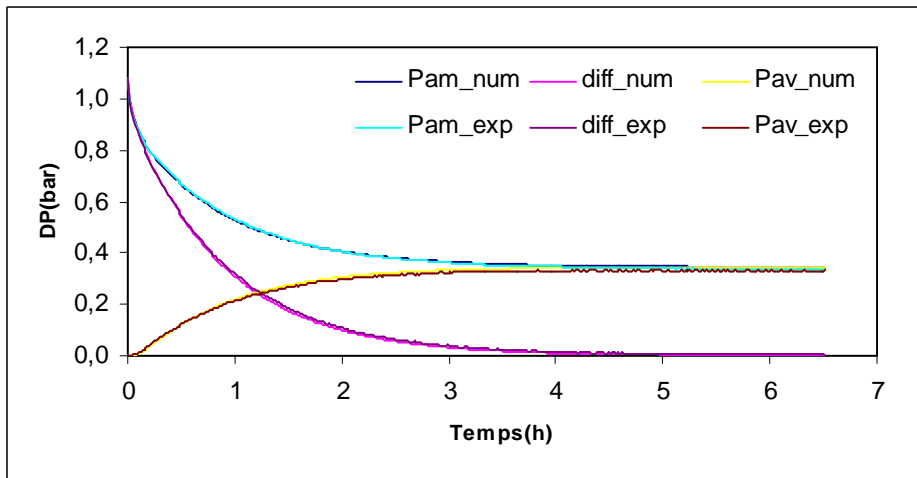
Ainsi pour l'exemple de la *Figure 2-8*, la valeur de la perméabilité au gaz déterminée est de  $1,35 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2$  car la courbe expérimentale se situe entre les courbes de l'abaque de paramètre  $1,3$  et  $1,4 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2$  pendant les 10000 premières secondes. Au-delà, il existe un écart entre la courbe expérimentale et celles des abaques, mais on notera qu'au-delà de ce temps l'amplitude résiduelle de l'incrément de pression est très faible. Par cette méthode, l'erreur de détermination est estimée à 5 %. Elle résulte de la discrimination entre deux courbes des abaques par rapport à la courbe expérimentales mais elle fait intervenir le jugement de la qualité de l'ajustement par l'utilisateur qui peut être très subjective.



*Figure 2-8 : Exemple d'abaque utilisable pour la détermination de la perméabilité*

Une fois cette valeur de perméabilité déterminée, il est possible, à titre de contrôle, de comparer les courbes expérimentales des pressions amont et aval avec celles modélisées numériquement afin de vérifier que l'évolution des pressions expérimentales est conforme au modèle de calcul de la perméabilité. Des écarts éventuels signaleraient, soit des artefacts de mesure (dérive de capteur), soit une mauvaise appréciation des caractéristiques de l'échantillon (porosité, perméabilité), soit l'existence de phénomènes annexes (perturbation

thermique, fuites). La *Figure 2-9* montre une telle comparaison où l'accord entre les courbes est très élevé.



*Figure 2-9 : Courbes expérimentales et modélisées des pressions du gaz pour un palier de contraintes isotropes de 5 MPa ( $P_0 = 2,307$  MPa  $\Delta P_0 = 0,108$  MPa porosité accessible au gaz = 12,5 % perméabilité =  $1,35 \cdot 10^{-18}$  m<sup>2</sup>) 1bar = 0,1 MPa*

### 4.3 La méthode d'inversion

Cette méthode permet une détermination plus rapide de la valeur de la perméabilité en économisant la réalisation de plusieurs abaques comme pour certains essais et elle s'affranchit de l'arbitre de l'expérimentateur pour qualifier la qualité de l'ajustement. Des méthodes d'inversion sont largement utilisées dans le domaine de la géotechnique, par exemple pour la détermination de certains paramètres à partir de mesure de déplacement, ou la détermination de contraintes *in situ* (Swoboda et al. 1999). Escoffier et al ont utilisé ce type de méthode pour déterminer la perméabilité à partir des mesures expérimentales.

La méthode repose sur le fait que l'écart entre la valeur théorique  $P(t,k)$  et la valeur expérimentale  $P^*(t)$  est minimal si la valeur du paramètre  $k$  est égale à la valeur de la perméabilité du matériau testé. Il s'agit donc d'un principe de minimisation. Pour cela on définit une fonction erreur quantifiant l'ajustement entre valeurs théoriques et valeurs expérimentales telle que :

$$\chi^2(k) = \sum_{i=1}^M [P(t_i, k) - P^*(t_i)]^2 \quad 2. 26$$

avec  $M$  : nombre de mesures.

Puis cette fonction erreur sera minimisée en fonction de la perméabilité par des méthodes classiques, mais parfois complexes, de la minimisation.

Dans le cas de la mesure de la perméabilité par pulse test, il y a trois pressions mesurées : pression amont, pression aval, pression différentielle, cette dernière étant normalement la différence des deux autres. La méthode nécessite de définir une valeur initiale de la perméabilité afin d'initialiser l'algorithme de minimisation. Cette valeur est soit arbitraire, soit déterminée par une méthode simple d'interprétation telle que la méthode de Brace dans le cas présent. Si le problème est bien posé, le résultat de la minimisation est indépendant de cette valeur initiale.

Dans cette étude, le programme calculant l'évolution théorique des pressions nécessaire pour la réalisation des abaques aurait pu être utilisé pour cette méthode d'inversion. Comme les ajustements obtenus sur les abaques étaient très souvent d'excellente qualité, nous n'avons approfondi cette méthode d'inversion. Elle a seulement été utilisée pour certains essais afin de confirmer que les valeurs de perméabilité et de porosités déterminées étaient optimales au sens de la fonction d'erreur prédéfinie. Pour cela nous avons couplé la feuille Excel<sup>®</sup> calculant la solution de Hseih avec le solveur intégré.

## 5 Validation du banc de mesure de perméabilité

### 5.1 Etudes de l'étanchéité du système gaz

L'étanchéité au gaz du système est impérative pour mesurer de très faibles perméabilités. Par exemple, pour un échantillon de hauteur et de diamètre égaux à 40 mm et de perméabilité égale à  $10^{-22}$  m<sup>2</sup>, la variation relative de l'incrément de pression initial sera de l'ordre de 1 à 2 % au bout 24 heures. Soit pour un incrément de pression de 0,4 MPa, une diminution de l'ordre de 0,004 à 0,008 MPa. Il est donc nécessaire que la variation de pression liée aux défauts d'étanchéité soit inférieure à cette variation. Le critère visé était une variation inférieure à 0,002 MPa sur une durée de 24 heures pour une pression de ligne de 10 MPa. Ce critère, très restrictif, a été difficile à satisfaire puis n'a pas été respecté suite à l'évolution du banc en raison de trop nombreux montages et démontages des circuits entraînant des fuites. Pour approcher à nouveau ce critère, certains raccords ont été enrobés dans de la résine. Ceci aurait pu être étendu à tous les raccords en procédant à un enrobage des raccords dès que leur étanchéité aurait été validée, mais la présence de la résine réduit l'étendue du domaine de température possible dans l'encontre, 60°C maximum au lieu de 85 - 105°C.

A titre d'exemple, nous présentons les courbes de pression amont aval et différentielle pour une configuration où les parties amont et aval sont isolées mais avec des pressions de gaz identiques égale à 6 MPa (*Figure 2-10*). Les fuites résiduelles conduisent à une variation de 0,00048 MPa en 24 heures. En supposant que ces fuites varient linéairement avec la pression interne du gaz, pour une pression de ligne de 10 MPa, le critère défini ci-dessus serait respecté puisque leur valeur correspondante serait de 0,0008 MPa.

L'isolement des circuits amont et aval avait été réalisé d'une part par la vanne de séparation des circuits et d'autre part par des joints au plomb au niveau du débouché des talons de la cellule. Les variations de pression représentées sur la *Figure 2-10* peuvent être considérées comme résultant d'un essai de mesure de perméabilité et la variation de pression différentielle peut être rapportée à la valeur d'un incrément de pression fictif de 0,3 MPa. En utilisant la formule de Brace, la valeur de perméabilité calculée à partir de la variation de pression différentielle globale observée sur la durée d'essai ( $DP/DP_0 = 0,9988$ ) est égale à  $3,4 \cdot 10^{-23}$  m<sup>2</sup>. Cette très faible valeur a été considérée comme celle du bruit de fond du banc de mesure qui devrait donc permettre de déterminer avec confiance des valeurs de perméabilité aussi faibles que  $10^{-22}$  m<sup>2</sup>.

Pour confirmer les capacités réelles du banc de mesure, une mesure en conditions expérimentales réelles a été effectuée en utilisant un cylindre métallique au lieu d'une éprouvette de roche avec un confinement isotrope de 9 MPa Ce cylindre en duralumin présentait un diamètre de 40 mm et une longueur de 46 mm. Pour des raisons de disponibilité,

le gaz de mesure utilisé a été de l'azote. La pression initiale,  $P_0$ , était de 6,8 MPa et l'incrément de pression  $DP_0$ , était de 0,192 MPa.

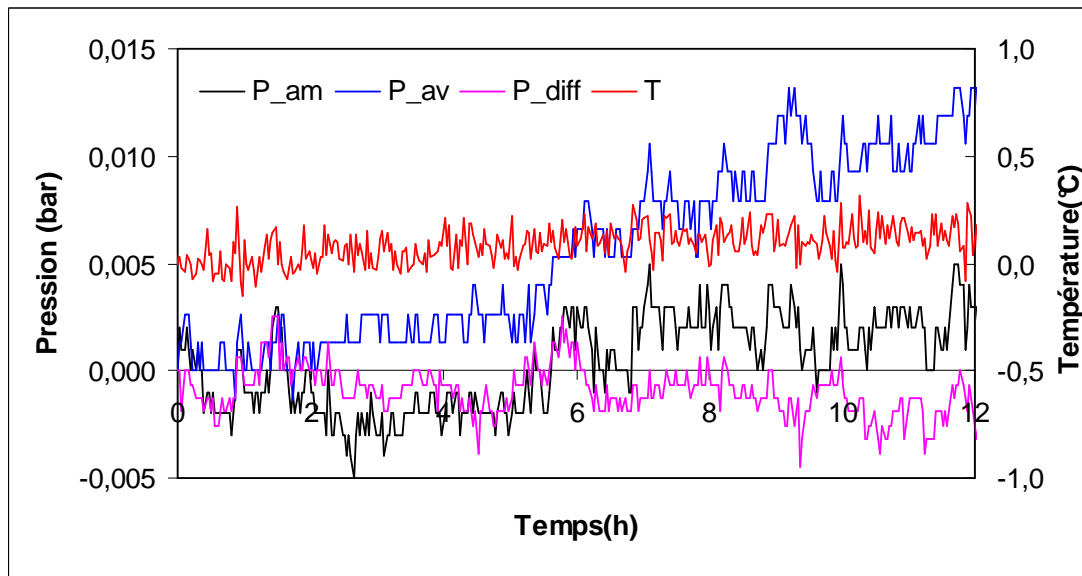


Figure 2-10 : Variations des pressions amont, aval et différentielle et de la température dans le dispositif de mesure isolé ( $P_0 = 5,9$  MPa,  $DP_0 = 3,28$  bar,  $T = 31^\circ\text{C}$ ) 1 bar = 0,1 MPa

La durée d'acquisition a été de 15 heures. Sur la Figure 2-11, on peut remarquer une diminution de la pression différentielle plus importante que lors du test à vide : 0,002 MPa en 10 h, mais aussi une variation non similaire de la pression amont et de la pression aval. La première présente une décroissance linéaire entre 2h et 11h tandis que la seconde présente une variation par paliers. On notera aussi la forte corrélation entre les variations des pressions et celle de la température, en particulier au début et à la fin de l'expérience.

Le tracé dans un repère semi-logarithmique de la variation relative de la pression différentielle est peu différent de celui dans un repère linéaire en raison de la très faible diminution du rapport  $\Delta P/\Delta P_0$  : 1,15%.

L'évolution de ce rapport, sur les 10 premières heures (avant le pseudo-palier final), permet de déterminer une valeur de la perméabilité suivant l'interprétation de Brace. Cette valeur est de  $5 \cdot 10^{-22}$  m<sup>2</sup>. Elle ne représente pas la perméabilité du duralumin ; elle ne résulte que des flux parasites. C'est pourquoi, en raison, d'une part de l'augmentation initiale de la pression aval et d'autre part sa variation par paliers, la comparaison des variations expérimentales des pressions aval et amont avec celles calculées avec la formule de Brace montre des écarts importants, en particulier pour la pression aval (Figure 2-12).

Cet essai établit la capacité et la sensibilité du dispositif expérimental dans des conditions de mesure identiques à celles projetées pour l'étude d'échantillons d'argilites MHM. L'analyse des courbes fait apparaître une forte sensibilité des mesures de pression à la température et une correction, à déterminer, des pressions mesurées en fonction de la température seraient à appliquer lors de la mesure de perméabilités inférieures à  $10^{-21}$  m<sup>2</sup>. Les seules variations thermiques ne doivent pas être les seules causes de la variation de la pression aval ainsi que de la pression amont. Leurs variations sont significatives d'un flux de masse depuis les réservoirs amont et aval. Si la diminution de la pression amont peut aussi être associée à une fuite, l'augmentation de la pression aval prouve qu'il y a eu un transfert de masse entre les deux



réservoirs. En raison de la nature métallique de l'échantillon, ce flux n'a pu transiter qu'au niveau de l'interface échantillon- jaquette en Viton® ou éventuellement au sein de celle-ci. L'échantillon métallique a été choisi avec un état de surface latéral relativement imparfait, c'est-à-dire non rectifié et laissant apparaître des traces de l'outil de tournage. Cet état de surface est relativement semblable à ceux attendus après réalisation des éprouvettes d'argilites du site MHM. Le montage échantillon-jaquette a été réalisé à sec, donc sans utilisation d'une graisse ou d'une colle sur la surface latérale de l'échantillon. Ces variations de pression et le flux associé pourraient aussi exister dans le cas de mesure avec des échantillons d'argilites du site MHM.

Suite à des interrogations sur une évolution des caractéristiques du banc de mesure, Cette mesure a été réalisée plusieurs fois pendant ce travail. Les résultats des différentes mesures de la validation qui ont été réalisées sont présentés dans l'annexe A.

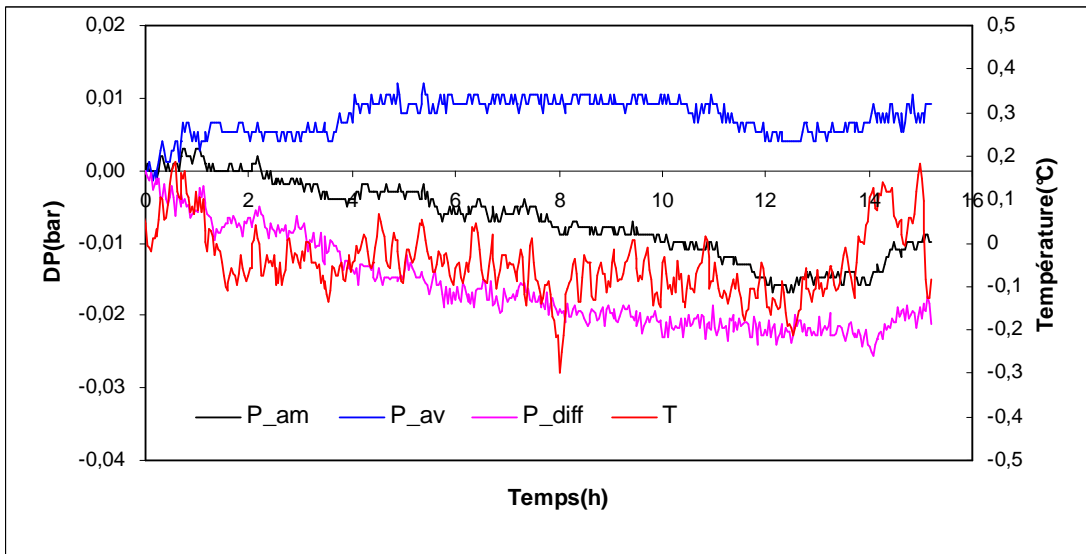


Figure 2-11 : Variations des pressions amont, aval et différentielle et de la température pour un échantillon métallique sous un confinement isotrope de 11,6 MPa ( $P_0 = 6,8 \text{ MPa}$ ,  $\Delta P_0 = 1,92 \text{ bar}$ ,  $T = 31,4^\circ\text{C}$ ) -  $1\text{bar} = 0,1 \text{ MPa}$

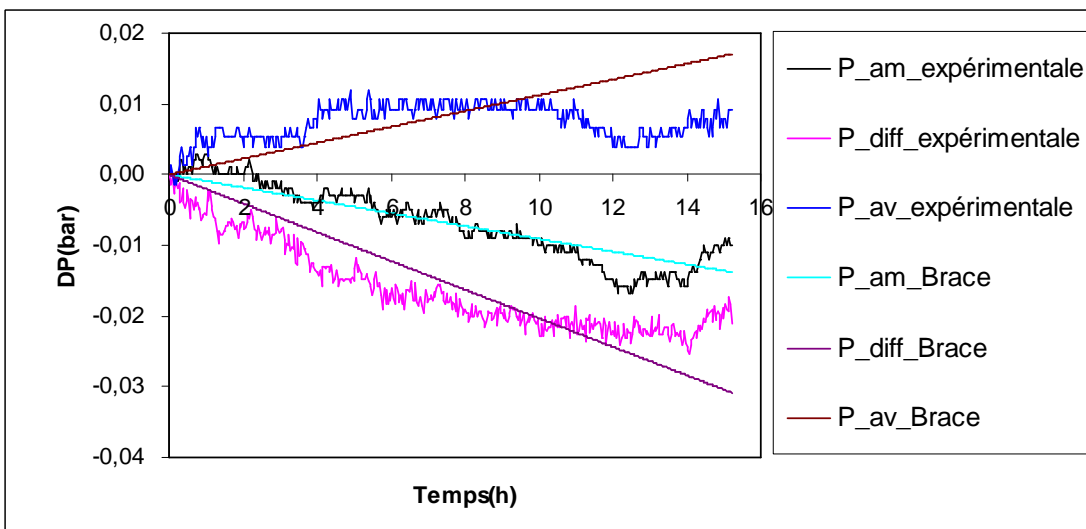


Figure 2-12 : Pressions amont, aval et différentielle expérimentales et théoriques calculées suivant la formule de Brace ( $k = 5 \cdot 10^{-22} \text{ m}^2$ )



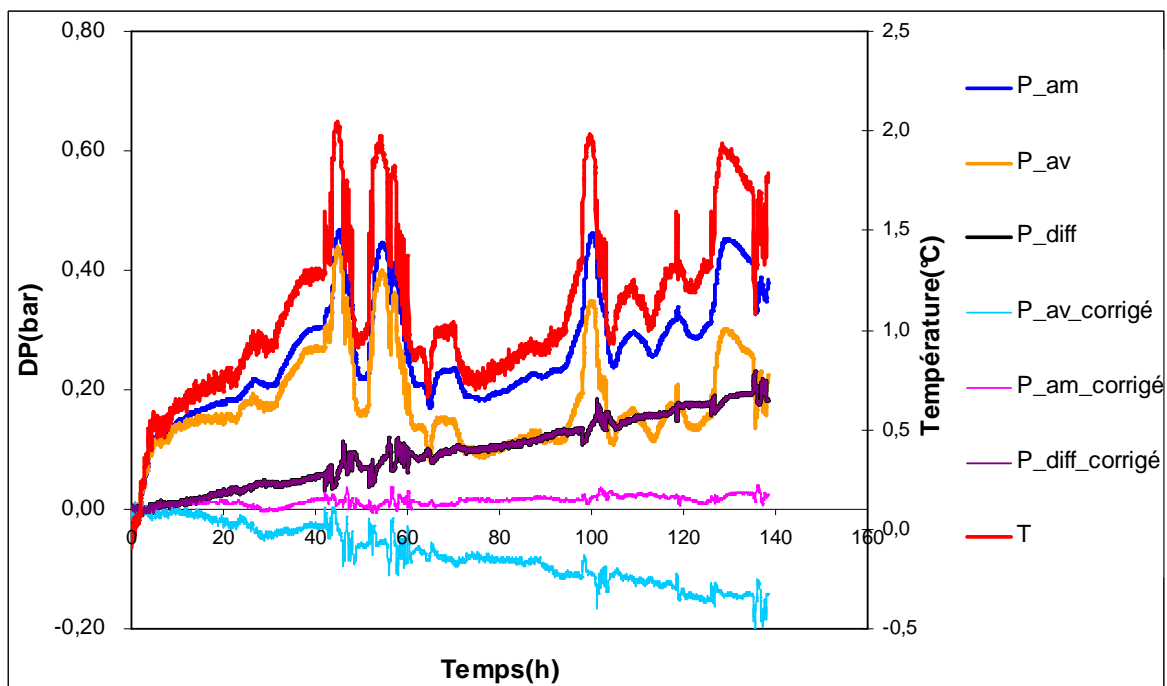
## 5.2 Prise en compte des effets thermiques et d'autres effets parasites

### 5.2.1 Correction liées à la variation de température

Pour certains essais, le système a été perturbé par des fluctuations thermiques plus ou moins importantes liées à des surplus d'énergie générés par le régulateur. Ceci a induit des fortes variations de la pression avec un léger déphasage avec les variations de la température, du moins lors d'une augmentation de la température. Pour une baisse de la température, la variation de pression correspondante est plus amortie car l'excès d'énergie ne se dissipe que par les pertes de l'enceinte isolée. A partir de courbes présentant des fluctuations d'origine thermique alors que les pressions devaient être stables, il a été établi une fonction de transfert afin de corriger les variations de pressions des variations de température consécutives aux incidents de régulation de la température de l'enceinte. Cette fonction a été recherchée sous la forme :

$$\tilde{P}_t = P_t \sum_{i=-k}^l a_i T_{t+i\Delta t} \quad 2.27$$

C'est-à-dire que la pression corrigée, à l'instant  $t$  est égale à la pression mesurée multipliée par un facteur qui est une combinaison linéaire des températures aux instants antérieurs à  $t$ . Le pas d'acquisition étant égal à 120 secondes, la valeur de  $\Delta t$  a été fixé à cette valeur et en règle générale le nombre de températures pris en compte est égal à 11 ; 10 avant l'instant considéré. En règle générale la valeur des coefficients multiplicateurs a été déterminée par un ajustement aux moindres carrés sur des périodes où la pression était censée être constante. La *Figure 2-13* présente les pressions corrigées dans les réservoirs amont et aval après l'application d'un incrément de pression. Exceptés pour les pics de fortes amplitudes, l'influence des fluctuations thermiques de faible amplitude et de dérives de la température n'est plus visible sur les courbes.



*Figure 2-13 : Courbes des pressions amont et aval brutes et corrigées des variations de température ( $P_0 = 5,994 \text{ MPa}$   $\Delta P_0 = 4,418 \text{ bar}$  et  $T = 31,8^\circ\text{C}$  confinement isotrope de 13 MPa) 1bar = 0,1 MPa*

## 5.2.2 Correction liées au flux résiduel du système

Dans beaucoup des essais réalisés, il a subsisté un flux résiduel dont la valeur était différente suivant les essais et qu'il n'a pas été possible de réduire. Ce flux a été qualifié de parasite car il était observable même lors des phases d'équilibre sans différence de pression entre les réservoirs. Deux méthodes ont été mises en œuvre pour quantifier cet effet et corriger les mesures :

- on a corrigé directement les courbes expérimentales en ajoutant un terme correctif aux valeurs expérimentales égal au taux de variation horaire de pression lié à ce flux multiplié par le temps. La valeur de ce taux a été estimée globalement à partir du rapport  $(\Delta P/\Delta t)$  mesuré pour chaque réservoir pendant la fin de la phase d'équilibre des pressions avant l'application de l'incrément de pression, ou après la mesure. Les courbes corrigées ont ensuite été utilisées pour la détermination de la perméabilité.
- L'autre approche a consisté à considérer que l'effet du flux parasite sur la pression différentielle est faible, on peut alors déterminer une première valeur de perméabilité à partir de l'évolution de la pression différentielle. Puis, des abaques ont été tracés avec le programme de simulation en incorporant ce flux parasite dans les conditions aux limites pour affiner la valeur de la perméabilité en ajustant au mieux l'ensemble des courbes des variations de pression. La valeur du flux parasite est aussi déterminée à partir des données de pression acquises avant l'application de l'incrément de pression. Après l'application de l'incrément de pression, les conditions aux limites deviennent :

$$\frac{\partial P}{\partial x} = \frac{V_{am}\mu\beta}{kA} \left( \frac{\partial P}{\partial t} \right)_{x=0,t>0} = \frac{V_{am}\mu\beta}{kA} \frac{dP_{am}}{dt} + \text{fuit}_a \cdot P_{am} \quad 2.28$$

$$\frac{\partial P}{\partial x} = -\frac{V_{av}\mu\beta}{kA} \left( \frac{\partial P}{\partial t} \right)_{x=L,t>0} = -\frac{V_{av}\mu\beta}{kA} \frac{dP_{av}}{dt} - \text{fuit}_b \cdot P_{av} \quad 2.29$$

où  $\text{fuit}_a$  et  $\text{fuit}_b$  sont les coefficients de fuite dans les réservoirs d'amont et d'aval et ils ont pour unité  $\text{m}^{-1}$ .

Ces deux méthodes seront utilisées ultérieurement.

## 6 Conclusions

En considérant l'impossibilité de mesurer des perméabilités très faibles, c'est-à-dire inférieures à  $10^{-18} \text{ m}^2$  par une méthode en régime permanent en raison du très faible débit à mesurer et de la durée nécessaire pour atteindre un régime permanent, Pour mesurer la perméabilité d'argilites, dont la perméabilité intrinsèque varie entre  $10^{-19}$  et  $10^{-22} \text{ m}^2$ , il convient d'utiliser une méthode en régime transitoire telle que la méthode du « pulse-test ».

En rapport avec le but de notre étude, la mesure de perméabilité avec un gaz de mesure inerte (argon, hélium) a été choisie. A l'inverse de l'eau dont la composition peut influencer la texture des argilites, le gaz ne devrait pas perturber celle-ci car l'eau sera confinée dans l'espace poral par les forces capillaires ou d'absorption et elle constituera une phase stationnaire. Les seuls échanges possibles seraient des échanges en phase vapeur hors celle-ci est fonction de l'humidité relative du gaz qui est elle-même indépendante de la pression totale du gaz.

La revue bibliographique sur des mesures similaires préconise d'utiliser une pression de gaz entre 5 et 10 MPa pour éviter l'effet de Klinkenberg, qui peut être important du fait que les argilites présentent des pores de très petite taille.

De même l'amplitude de l'incrément de pression doit être inférieure à 10% de la pression initiale afin de réduire les non linéarités intervenant dans l'équation de l'écoulement du gaz. L'équation différentielle résultante, bien que toujours non linéaire est plus simple à résoudre. Ceci permet aussi d'éviter d'introduire un couplage mécanique.

L'analyse paramétrique de la solution de l'équation conduit à utiliser de petits volumes des réservoirs pour mesurer de façon fiable la plus faible des perméabilités estimées pour les argilites étudiés. Pour respecter les conditions posées par la mise en équation, il est impératif de réduire les fluctuations de la température par un contrôle précis de la température ( $\pm 0,1^\circ\text{C}$ ).

Parmi les différentes solutions de l'équation de diffusion d'un incrément de pression de gaz dans un milieu poreux, la méthode de Brace est la plus simple et la plus pratique pour déterminer la valeur de la perméabilité dès lors que la porosité du matériau est faible. Si ce n'est pas le cas une interprétation à partir d'abaques calculés avec un programme numérique est plus précise. Dans notre étude, ces deux méthodes seront utilisées pour interpréter les résultats expérimentaux, soit séparément, soit de façon complémentaire.

Fondé sur le principe du 'pulse test' et après une analyse paramétrique des différents éléments, un dispositif expérimental avait été développé au centre de Géosciences. C'est ce même dispositif qui après reconditionnement et qualification qui a été utilisé dans une configuration qui permet de mesurer des perméabilités jusqu'à  $10^{-22} \text{ m}^2$ , sous certaines conditions.

L'étanchéité du circuit de gaz en contact avec l'échantillon conditionne la fiabilité de la mesure de la perméabilité réalisée. L'utilisation du système a mis en évidence qu'il existait un flux parasite différent suivant les essais. Aussi des corrections portant sur la fluctuation de la température et ce flux parasite ont été réalisées pour quantifier précisément la valeur de perméabilité des échantillons testés.

## Chapitre 3 Caractérisation par la mesure de la perméabilité au gaz des éprouvettes d'argilites du champ proche d'un puits

### Introduction

Parmi les problèmes induits par le stockage des déchets radioactifs dans une formation d'argilites, la création de l'EDZ lors de l'excavation des ouvrages et son évolution temporelle jouent un rôle de première importance pour l'évaluation de la sûreté de stockage. De nombreux travaux sur la caractérisation de l'EDZ ont été réalisés *in situ* et en laboratoire.

Dans l'EDZ, le matériau est affecté par des microfissures ou des fractures qui modifient ses caractéristiques vis-à-vis du transfert de masse en particulier. De part leur taille, a priori plus importantes que celle des pores des argilites, ces fissures devraient être préférentiellement désaturées en présence de gaz et donc contribuer majoritairement à l'écoulement d'un gaz. De plus si l'on considère que leur création s'accompagne de déformations volumiques dilatantes et que la très faible perméabilité du matériau réduit les possibilités de transfert du liquide interstitiel dans la période succédant à l'excavation, ces fissures seront alors non saturées par le liquide interstitiel. Si les échantillons ont été prélevés peu de temps après l'excavation, elles présenteront aussi ce même état non saturé. En s'appuyant sur ces hypothèses, la mesure de la perméabilité au gaz d'éprouvettes provenant de différentes distances de la paroi d'un ouvrage peut caractériser l'extension de l'EDZ autour de cet ouvrage ainsi que les variations d'endommagement dans celle-ci.

Dans ce chapitre, la perméabilité au gaz des éprouvettes prélevées à différentes distances de la paroi du puits d'accès principal du LSMHM<sup>3</sup> a été mesurée par la méthode du 'pulse test', présentée dans le chapitre 2, afin d'évaluer l'endommagement initial induit par l'excavation. Deux types de mesure ont été effectués d'une part dans un état de contraintes proches de celui *in situ* avant l'excavation et d'autre part sous des contraintes déviatoriques variables. Ce dernier état permet aussi de caractériser l'endommagement potentiel des éprouvettes au travers des caractéristiques mécaniques mesurées et de l'évolution des perméabilités au gaz mesurées. L'application d'un chemin de déviateur de contraintes se terminant par l'état de départ permet aussi de caractériser l'endommagement au travers de l'irréversibilité des valeurs de perméabilité.

Afin de relier nos mesures à l'endommagement caractérisé et les mesures mécaniques et hydrauliques réalisées sur le même objet dans le cadre de l'expérimentation REP menée par l'ANDRA pendant l'excavation du puits du LSMHM, la présentation des résultats obtenus sur les éprouvettes d'argilites étudiés sera précédée par une présentation de l'expérimentation REP *in situ* et des résultats acquis dans ce cadre. Divers phénomènes constatés et quantifiés lors des mesures sur éprouvettes, telles que la pression d'entrée ou la variation du degré de saturation,  $S_r$ , pendant les mesures de perméabilité, la microstructure quantifiée par la porosimétrie au mercure, seront présentés et discutés en fin de ce chapitre.

---

<sup>3</sup> LSMHM : Laboratoire souterrain de Meuse/Haute-Marne

# 1 La problématique de l'EDZ

L'EDZ (Excavation Damaged Zone) est une notion caractérisant les perturbations mécaniques et hydromécaniques autour d'une excavation induites par le déconfinement du massif. L'EDZ correspond à la zone où la redistribution de contraintes induite par l'excavation a engendré des microfissures ou/et des fractures plus ou moins connectées. Un modèle conceptuel de l'EDZ pour un ouvrage creusé dans les argilites du Callovo-Oxfordien a été présenté par l'ANDRA dans le Dossier 2005 (Tome Evolution Phénoménologique Dossier ANDRA 2005). Ce modèle distingue deux sous-zones pour l'EDZ, une zone à proximité immédiate de la paroi dite zone fracturée dans laquelle la résistance mécanique de la roche a été atteinte et une zone derrière la zone fracturée dite zone micro-fissurée où l'état de contrainte a dépassé le seuil de micro-fissuration (ou d'endommagement au sens mécanique). On notera que le seuil de micro-fissuration est difficile à caractériser sur éprouvettes ou *in situ*.

Dans l'EDZ, en raison des déformations mécaniques réversibles et irréversibles, les propriétés mécaniques, hydrauliques, hydromécaniques et géochimiques de la roche changent par rapport à celles de la roche non perturbée. Typiquement, les micro et macro-fissures pourraient augmenter de plusieurs ordres grandeurs la perméabilité de la roche.

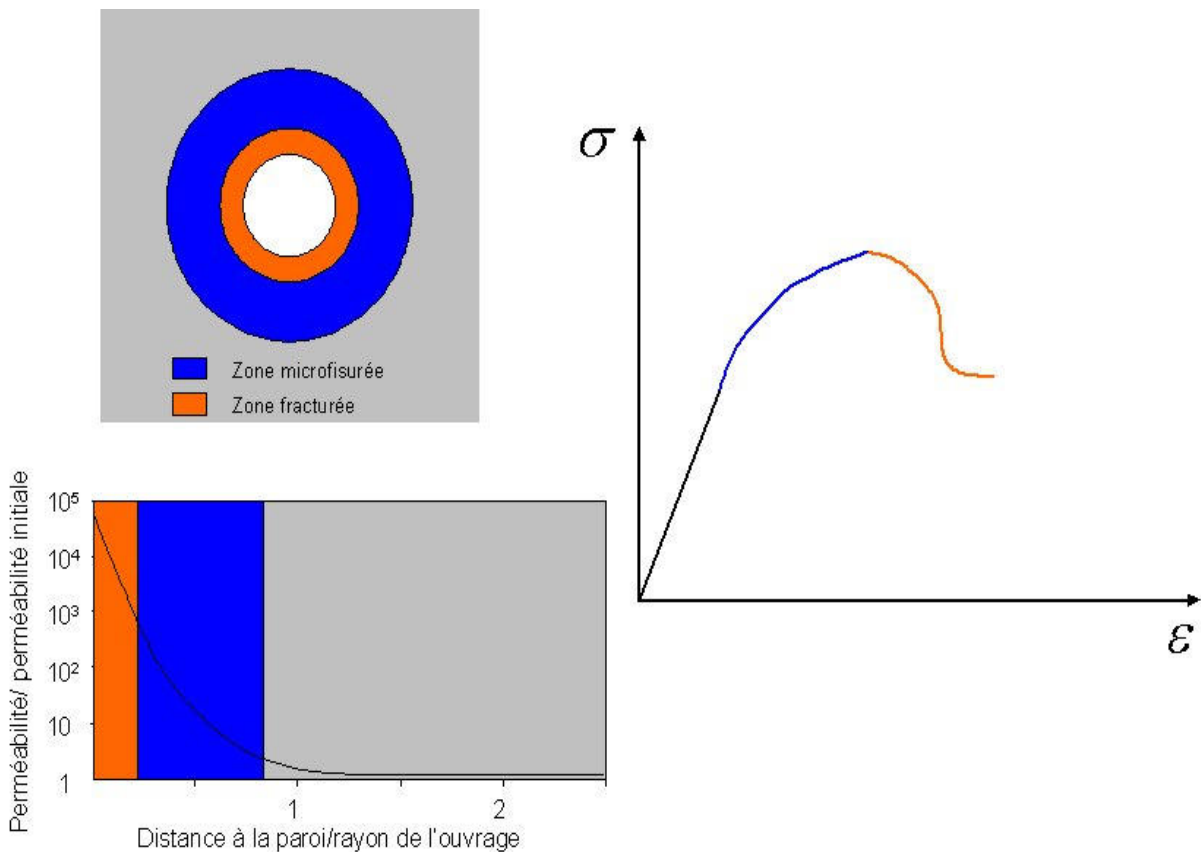


Figure 3-1 : Schéma conceptuel de l'EDZ

De surcroît, dans l'EDZ, les argilites seront soumises à différents chargements au cours du temps en fonction des différentes phases de la vie des ouvrages de stockage :

- pendant la phase d'excavation et de maintien de l'ouverture des ouvrages pour l'exploitation et la réversibilité, la ventilation induit une désaturation des argilites. Cette désaturation augmente la perméabilité relative au gaz (à l'air) et elle induit un phénomène du retrait (contraction). L'intensité de la fissuration dans l'EDZ peut augmenter à cause de ce retrait. Durant cette phase, le fluage de la roche créant des déformations différées peut également influencer son état de fissuration.
- L'élévation de température après la mise en place des colis des déchets (en particulier les déchets vitrifiés) induit des contraintes thermomécaniques et des effets de couplage thermohydromécanique. Ces effets sont susceptibles de modifier l'EDZ.
- La resaturation des argilites dans la phase de post-fermeture induit des phénomènes de gonflement et d'altération d'argilites. Elle augmente par ailleurs la vitesse du fluage de la roche, et par conséquent modifie l'état de contrainte et de déformation dans l'EDZ.
- A long terme, l'augmentation de la pression de gaz (hydrogène) à cause de la corrosion des composants métalliques introduits dans le stockage, modifie l'état de contrainte/déformation de l'EDZ. Dans une première évaluation faite par l'ANDRA (Dossier ANDRA 2005), la pression du gaz peut atteindre plusieurs MPa. De tels niveaux de pression peuvent modifier l'état de fissuration de l'EDZ suite aux effets des couplages hydrique-mécanique et hydromécanique.

## **2 Caractérisation *in situ* de l'EDZ autour du puits du LSMHM - Expérimentation REP**

### **2.1 Introduction de l'expérimentation REP**

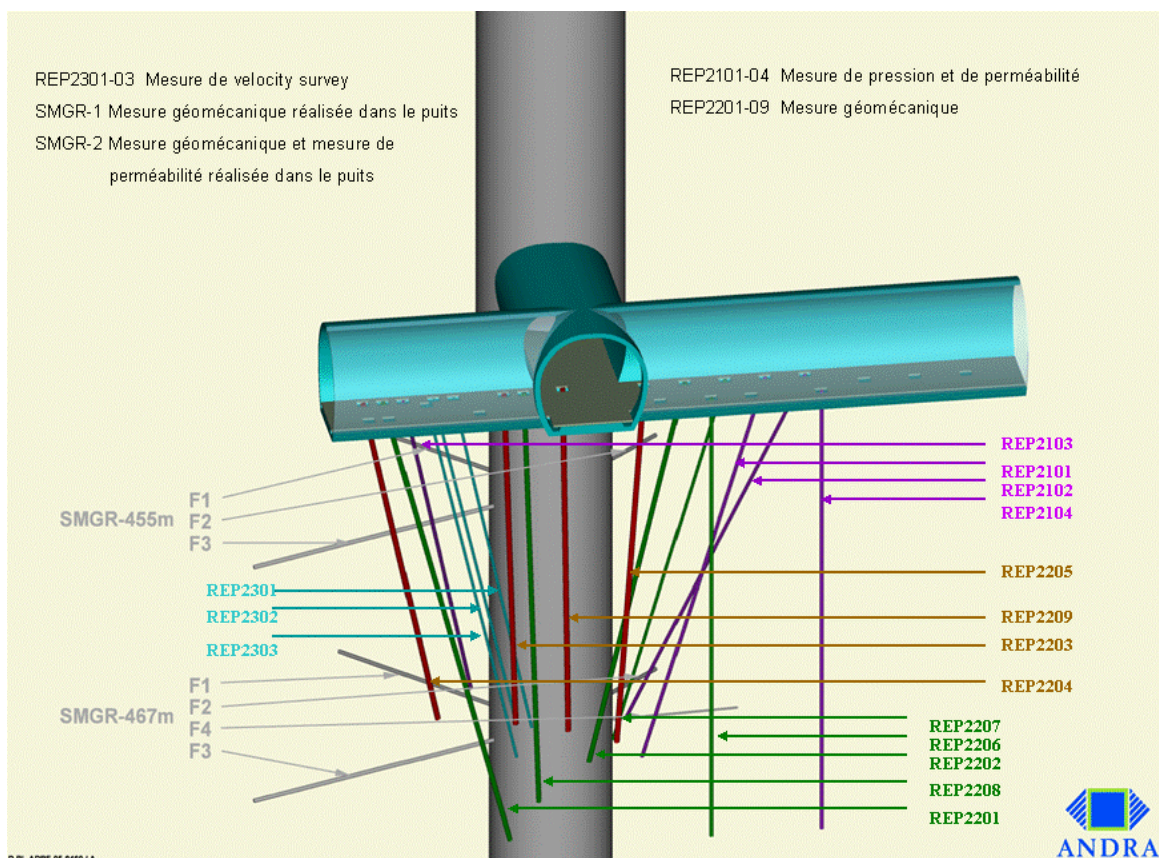
Nous présentons ici de manière synthétique l'expérimentation *in situ* REP qui a été menée par l'ANDRA pendant l'excavation du puits d'accès principal du LSMHM. Cet exposé s'appuie sur un rapport ANDRA (REP.D RP ADPE.05.0855) de synthèse sur cette même expérimentation REP.

L'expérimentation REP visait à observer le comportement mécanique et hydromécanique des argilites et à caractériser l'extension et l'amplitude des perturbations induites par le creusement d'un ouvrage de 6m de diamètre.

L'expérimentation a consisté à suivre la réponse des argilites à l'aide d'un ensemble de 141 capteurs mis en place à l'avant du front de taille grâce à 16 forages périphériques sub-verticaux autour du puits 2 mois avant l'excavation (*Figure 3-2*). Ces forages d'instrumentation ont été réalisés à partir d'une niche d'expérimentation excavée à la cote -445 m. L'instrumentation était concentrée sur une zone entre les cotes -460 et -475 m. A la reprise de l'excavation, les capteurs dans les forages ont alors enregistré, en temps réel, les déformations, le déplacement et la pression de pore du massif pendant l'avancement du front de taille au travers de cette zone et au-delà. La vitesse des ondes ultrasoniques a aussi été mesurée dans plusieurs forages à différents instants. Par ailleurs, plusieurs forages radiaux

instrumentés (déformation, vitesse des ondes) ont été réalisés au niveau -467m après le passage du front d'excavation. L'analyse de l'ensemble des mesures a permis à l'ANDRA d'évaluer les perturbations mécaniques et hydromécaniques induites par le fonçage du puits ainsi que les capacités des modèles rhéologiques et numériques élaborés pour reproduire les mesures. (ANDRA 2005<sup>[6]</sup>).

De façon plus précise, l'excavation entre -460 et -476 m a duré cinq semaines et le soutènement provisoire mis en place était constitué par des cintres et du grillage pour permettre une observation de la surface de la roche. Un béton a ensuite été coulé sur place pour constituer le revêtement définitif de ce tronçon du puits. La *Figure 3-3* présente une coupe du puits dans la zone d'étude REP.



*Figure 3-2 : Vue du concept expérimental de l'expérimentation REP et des Sections de Mesures Géomécaniques Renforcées (SMGR).*



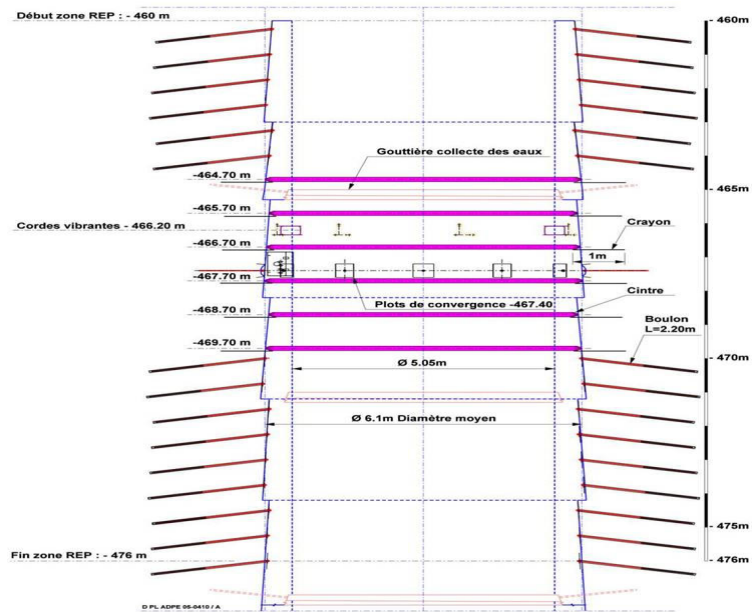


Figure 3-3 : Coupe du puits d'accès entre les cotes -460 m et 475 m

## 2.2 Comportement mécanique

Le déplacement ou la déformation des argilites autour du puits au cours du fonçage ont été mesurés à l'aide des capteurs dans les forages REP2201 à REP2209. Les résultats des forages REP2201, 2202, qui ont été positionnés, respectivement, dans la direction de la contrainte horizontale mineure et dans celle de la contrainte horizontale majeure, mettent en évidence une phase initiale de compression puis une phase d'extension. Tant que le fonçage n'a pas atteint la cote de l'ancrage, l'extensomètre est en compression. Dès que le puits a dépassé la cote de l'ancrage, l'extensomètre montre une extension. Les résultats montrent aussi que la phase de la compression est très faible (la déformation radiale moyenne en compression induite par l'excavation à 5 m de la paroi est à l'ordre de  $10^{-4}$ ) et que le déplacement relatif des parois, en extension après le passage du front, est de seulement quelques mm pendant les trois mois de mesure.

La Figure 3-4 présente l'évolution du déplacement mesuré par l'extensomètre REP2202 et une comparaison avec les résultats d'un calcul 3D, uniquement mécanique, avec un milieu élastique orthotrope. Elle montre que la prédiction du modèle élastique reproduit globalement les variations observées. Tant que le fonçage n'a pas atteint la cote de l'ancrage, les déplacements estimés reproduisent bien les amplitudes mesurées. Par contre, les sauts de déplacement engendrés par les tirs lors du passage du front au niveau de l'ancrage sont plus faibles en réalité que ceux déterminés par calcul. Après le passage du front, le comportement élastique ne reproduit plus le comportement réel car les déformations différées et/ou plastiques sont prépondérantes. Ces déformations différées peuvent être soit des déformations liées au comportement poro-plastique avec la diffusion des surpressions suite au drainage induit par le puits ou à des déformations viscoplastiques liées au fluage du massif autour du puits.



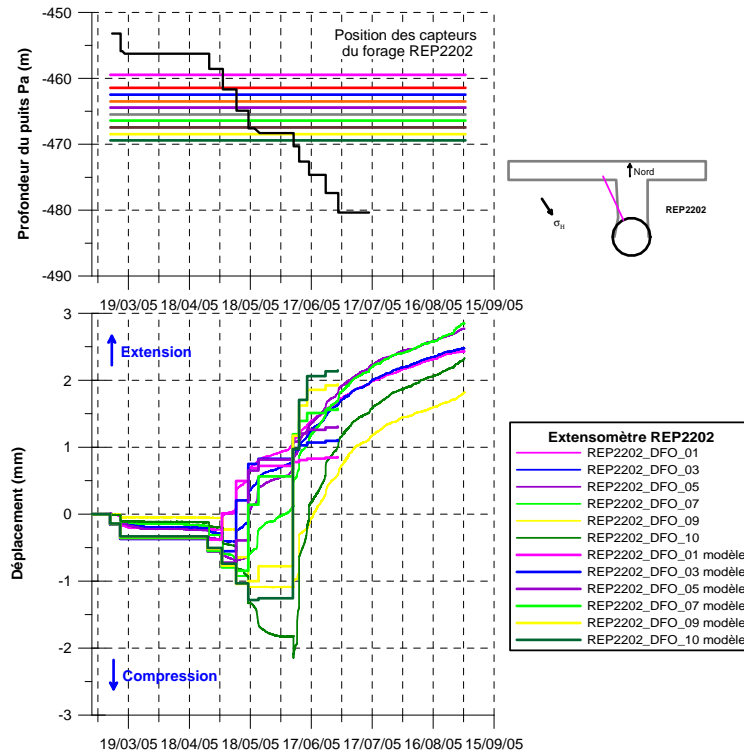


Figure 3-4 : Evolution des mesures in situ (REP2202) et comparaison avec les résultats d'un modèle élastique orthotrope (Rapport ANDRA 2005<sup>[8]</sup>)

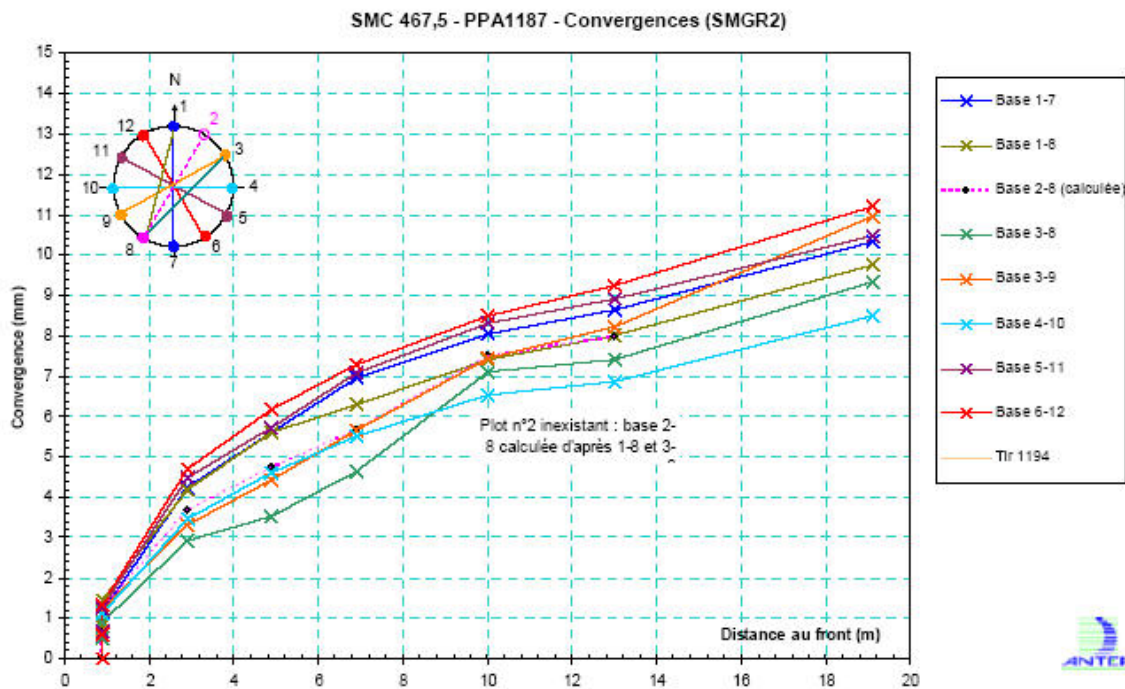


Figure 3-5 : Evolution de la convergence du puits en fonction de la distance au front (Rapport ANDRA 2005<sup>[8]</sup>)

La convergence maximale du puits au niveau de la SMGR2, 3 mois après le passage du front, est de 12 mm dans la direction de la contrainte majeure (N147,5) tandis que la convergence minimale est d'environ 8,5 mm suivant la direction est-ouest. La Figure 3-5 montre que

l'évolution de la convergence en fonction de la distance au front présente une allure monotone avec une vitesse décroissante avec le temps, qui marque le déconfinement total à une certaine distance du front. On notera que le temps qui sépare les deux dernières mesures de convergence est de 50 jours, soit 4 fois plus que celui des quatre premières mesures. Pourtant, il n'y a pas de rupture nette de la pente de l'évolution de convergence, ce qui montre que la déformation différée des argilites à ce niveau est peu sensible du fait d'une très faible vitesse de déformation.

### 2.3 Mesure de vitesse de propagation des ondes

Les vitesses de propagation des ondes mesurées avant fonçage dans les forages REP2301, REP2302 et REP2303 varient entre 2785 et 3673 m.s<sup>-1</sup>. Cet intervalle de la vitesse est probablement dû aux variations de composition minéralogique (teneurs en argiles, quartz et carbonates). Les vitesses des ondes de compression parallèlement à la stratigraphie (de 3307 à 3673 m.s<sup>-1</sup>) sont plus grandes que celles perpendiculairement à la stratigraphie (de 2785 à 3123 m.s<sup>-1</sup>).

La vitesse des ondes de compression diminue au cours du fonçage du puits (*Figure 3-6*). La diminution est plus importante pour les points de mesure les plus proches du puits. La diminution maximale est de l'ordre de 70 m.s<sup>-1</sup>, cette variation reste faible (inférieure à 2 %) par rapport à une vitesse initiale qui varie entre 2900 m.s<sup>-1</sup> et 3500 m.s<sup>-1</sup>.

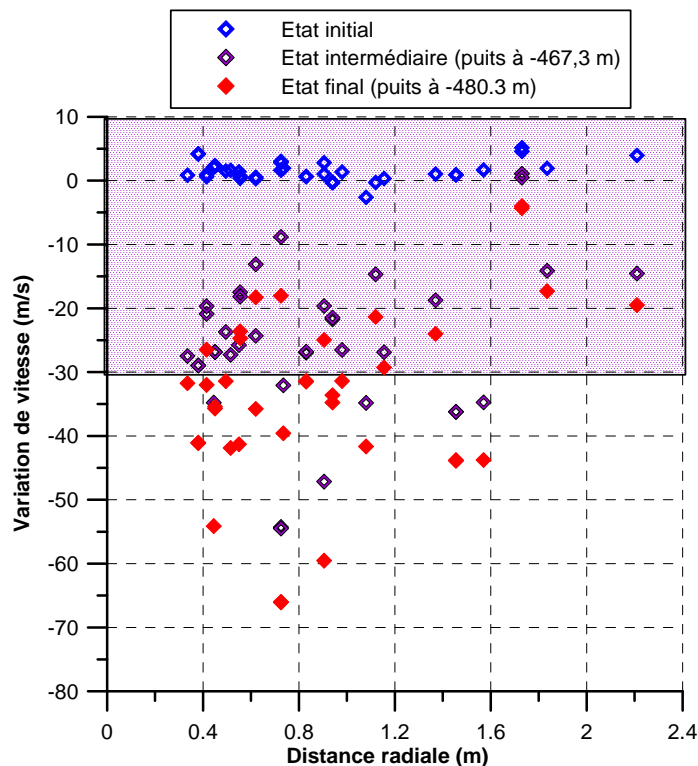


Figure 3-6 : Variation de la vitesse des ondes P en fonction de la distance au parement (en violette zone où la variation de vitesse est inférieure à 1 %)

## 2.4 Mesures de la pression interstitielle et de perméabilité

L'évolution des pressions interstitielles pendant l'excavation qui est représentée sur la *Figure 3-7*, est celle observée au niveau du forage REP2103. Avant la reprise du creusement, les pressions interstitielles étaient entre 3,4 et 3,9 MPa, soit légèrement en dessous de la pression interstitielle initiale théorique des argilites, 4,5 MPa à 467 m de profondeur. Elles diminuent au cours du fonçage, et après fonçage, jusqu'à la pression atmosphérique pour les points proches de la paroi.

Une surpression a été observée avant le passage du fond du puits dans toutes les chambres de mesure du forage 2102 et dans la chambre 1 du forage 2103, qui se situaient dans la direction de la contrainte horizontale mineure. Cette augmentation de pression pour ces chambres est prédite par la solution semi-analytique d'un milieu élastique orthotrope tenant en compte de l'anisotropie des contraintes *in situ* (Ineris, 2005 ; Armand et Su, 2005).

Cette simulation analytique de la distribution des pressions interstitielles a été réalisée par Armand et Su en 2005. Elle suppose une perméabilité uniforme et constante des argilites. La *Figure 3-8 (a)* présente une comparaison entre les pressions mesurées 1 mois après le passage du front et les résultats de cette analyse. La pression interstitielle mesurée *in situ* est significativement inférieure à la valeur calculée par le modèle analytique pour la fourchette de valeurs de perméabilité de l'argilite. Selon les calculs paramétriques réalisés par l'INERIS (2005), si on impose une condition de pression de pore nulle à une distance de 4,8 m de l'axe du puits au lieu de 3,3 m (rayon du puits réel), le calcul analytique retrouve la distribution de pression mesurée dans le massif (b). La baisse de la pression de pore dans les argilites au droit de la section REP pourrait être due à soit une désaturation partielle sur 1,5 m, soit à une plus grande perméabilité des argilites proche de la paroi, soit à ces deux effets conjugués.

Les résultats obtenus par la série de tests hydrauliques dans les forages REP2101, 2102, 2103 montrent que la gamme de perméabilité pour ces mesures après creusement du puits est de 1 à  $200 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2$  par contre celle des valeurs avant creusement du puits était de 0,89 à  $7 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2$ . La gamme de perméabilité a globalement évolué d'un facteur 2 à 5. Pour le forage REP2104, forage de référence qui est censé se trouver hors de l'influence hydraulique du puits, les valeurs de perméabilité n'ont pas évolué suite au creusement du puits principal. Les perméabilités estimées sont comprises entre 0,41 et  $6 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2$ .

La *Figure 3-9* présente des intervalles de la valeur mesurée de la perméabilité avant et après creusement en fonction de la distance à la paroi du puits principal. Les augmentations de perméabilités les plus importantes et les plus significatives sont observées pour les points de mesure situés à moins de 2,5 m de la paroi du puits principal. Ceci impliquerait que l'endommagement consécutif au creusement ne serait sensible que jusqu'à 3 m de la paroi. Au-delà de 3 m, l'augmentation de la perméabilité est faible.

Une mesure de la perméabilité au gaz a été effectuée par une extraction du gaz en régime permanent dans le forage F4 de la SMGR2, à -467,5 m. La valeur mesurée est de  $4,1 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2$  à 5,8 m de la paroi et de  $2,9 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2$  à 0,3 m de la paroi. Dans ce même forage, la perméabilité de l'eau mesurée avec la méthode du pulse test varie entre 1,8 et  $6,9 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2$  pour la zone plus éloignée de la paroi et elle est égale à  $1,2 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2$  pour la zone plus proche de la paroi. On retrouve à nouveau un fort contraste de perméabilité à proximité de la paroi.

L'ensemble des mesures de perméabilité au gaz et à l'eau obtenues par des essais d'extraction pneumatique ou par des essais 'pulse test' est résumé dans le *Tableau 3-1*.

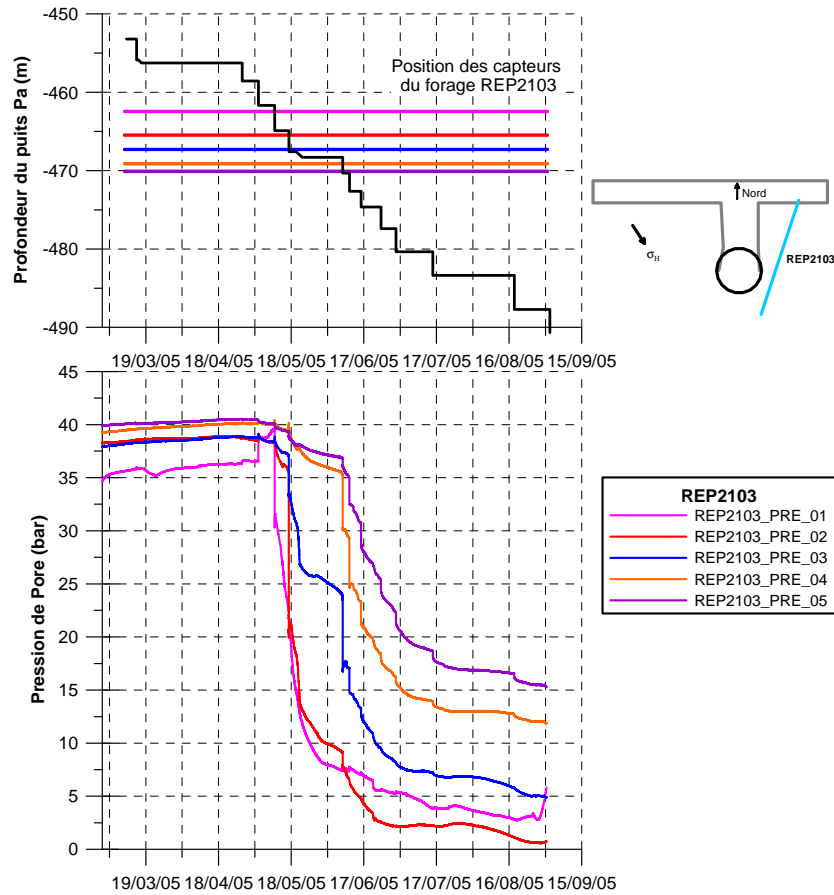


Figure 3-7 : Evolution de la pression interstitielle dans le forage REP2103

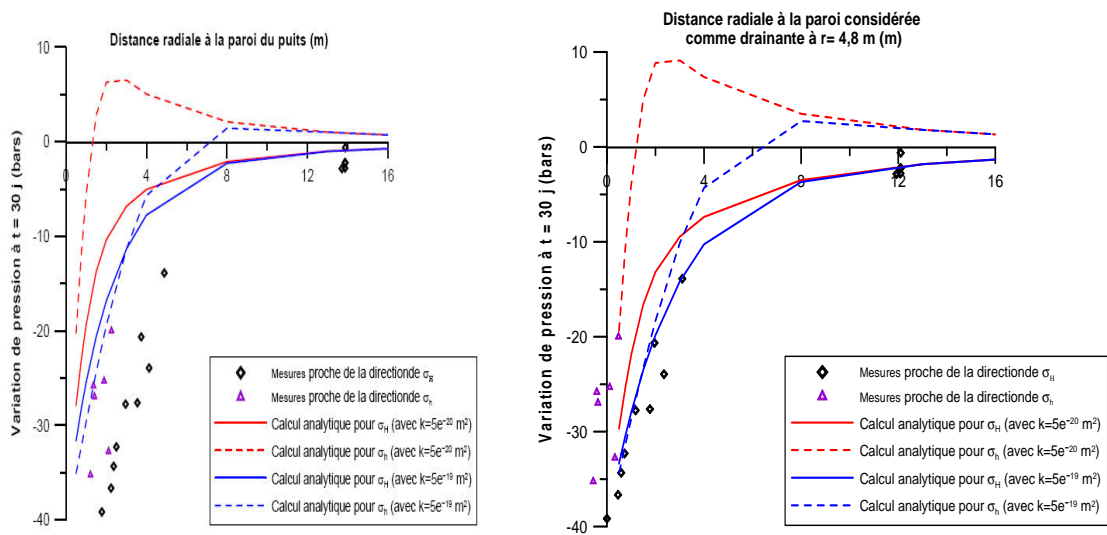


Figure 3-8 : Comparaison du calcul analytique (pour deux perméabilités) et des données in situ à  $t = 30 \text{ j}$  : (a)- Puits excavé de 3,3 m de rayon, (b) en considérant la condition aux limites hydraulique  $p = 0$  à  $r = 4,8 \text{ m}$  (excavation d'un puits de 4,8 m) (Armand et Su, 2005)

À partir de ces résultats, il a été identifié une zone désaturée fracturée jusqu'à au moins 0,45 m de la paroi (très forte augmentation de la perméabilité) et une zone endommagée saturée jusqu'à 0,95 m (augmentation modérée de la perméabilité).

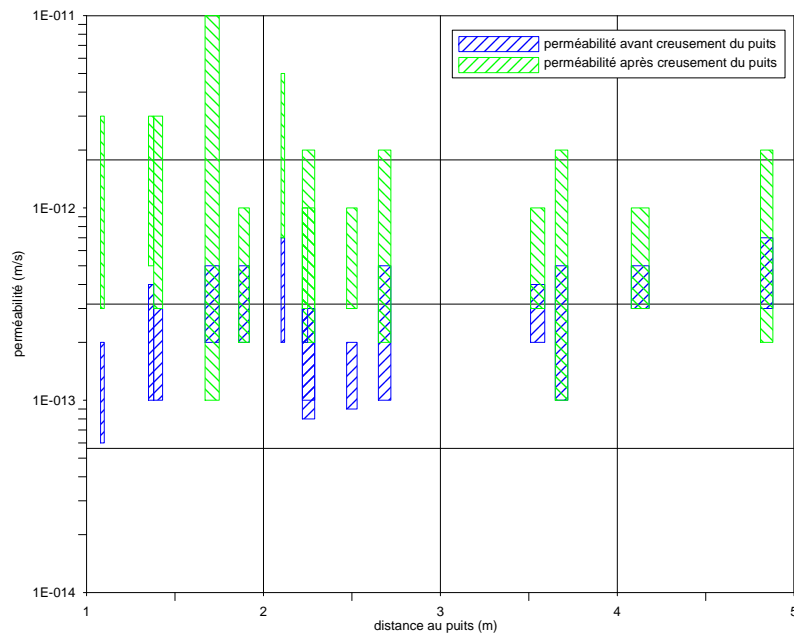


Figure 3-9 : Intervalles de variation de la perméabilité avant et après le creusement en fonction de la distance au puits

Tableau 3-1 : Valeurs de la perméabilité mesurée dans le forage F4

Référence de l'essai	Distance à la paroi [m]	$k_{\text{gaz}} [10^{-18} \text{ m}^2]$ extraction de gaz regime permanent	$k_{\text{eau}} [10^{-20} \text{ m}^2]$ pulse test regime transitoire
F4-1	5,75 – 5,95	4,1	1,8 - 6,9
F4-2	2,75 – 2,95	5,0	1,2 – 3,3
F4-3	1,25 – 1,45	58 <sup>(1)</sup>	2,0 - 4,9
F4-4	0,75 – 0,95	73 <sup>(1)</sup>	44
F4-5	0,25 – 0,45	29000	120

(1) by pass possible au niveau du packer

## 2.5 Synthèses des résultats *in situ*

Les déformations mesurées dans la direction de la contrainte horizontale majeure sont quasi-élastiques jusqu'au passage du front. Des déformations différées sont aussi observées après le passage du front, en particulier, sur les mesures de convergence du puits, mais certaines mesures montrent très peu de déformations différées. Il a été avancé qu'elles puissent être dues à l'effet du drainage et au comportement poro-plastique du matériau ou à des déformations viscoplastiques liées au fluage du massif autour du puits.

L'évolution des pressions interstitielles est fonction de l'avancement de l'excavation de distance radiale au puits et de l'orientation de la chambre par rapport à la direction d'anisotropie du champ de contraintes initial. Les localisations des surpressions et des sous-pressions induites par l'excavation sont cohérentes avec les concentrations de contraintes induites par l'excavation d'un puits dans un champ de contraintes anisotrope. Les mesures de perméabilité réalisées après le fonçage du puits dans les forages REP montrent une légère

augmentation de la perméabilité d'un facteur variant entre 1 et 10 pour les chambres situées à moins de 2,5 m de la paroi. Les mesures de perméabilités dans le forage F4 (SMGR) ont mis en évidence que les chambres à 1 m de la paroi n'étaient pas complètement saturées. Les perméabilités mesurées au delà de cette distance sont proches des perméabilités de la roche saine.

Les mesures vitesse des ondes montrent que la vitesse des ondes de compression diminue dans un rayon de 1,5 m dans la zone instrumentée. La variation de vitesse est inférieure à  $70 \text{ m.s}^{-1}$  soit moins de 2 % de la vitesse initiale. Les vitesses mesurées à plus de 1,5 m ne montrent pas de variations significatives par rapport à celle du massif intact. Les variations de vitesses mesurées dans les plans sub-radiaux sont plus importantes que celles mesurées dans des plans orthoradiaux.

Ces données concernant l'extension de la zone endommagée déterminée à partir de différentes mesures sont synthétisées dans le *Tableau 3-2*. L'extension de la zone endommagée mesurée à partir du forage F4 est inférieure à celle mesurée dans les forages de REP du fait des conditions de contraintes différentes. Il faut noter que le déconfinement au moment de la mesure n'est pas total mais compris entre 40 % et 60 %.

Toutes les données mesurées montrent un faible endommagement autour du puits. L'EDZ doit donc se traduire par une zone plutôt micro-fissurée. L'existence d'une zone macro-fracturée autour du puits n'est pas mise en évidence, cependant les cinquante premiers centimètres n'ont pas été reconnus.

*Tableau 3-2 : Synthèse des données sur l'extension de la zone endommagée autour du puits dans la zone REP*

Méthode de mesure	Orientation de la mesure	Extension maximale [m]	Extension en R
Mesure de variation de vitesse d'onde de compression	N25	1,5	0,45 R
Mesure de perméabilité dans la SMGR2 (forage F4)	Proche N65	0,95	0,29 R
Mesure de perméabilité avant et après dans les chambres des forages REP2101, REP2102 et REP2103	Différentes directions	2,5	0,75 R

### 3 Caractérisation de l'endommagement sur éprouvettes

Pour quantifier l'endommagement induit par l'excavation, une série d'éprouvettes ont été réalisées dans différents tronçons de carotte issues de deux forages horizontaux (PPA0031 et PPA0032) situés à la cote -467 m (niveau médian de la section REP) réalisés à partir de la paroi du puits. Ces tronçons de carotte, et donc les éprouvettes étudiées, constituent un échantillonnage du massif au voisinage du puits entre la paroi et 12 m. En utilisant le protocole de mesure présenté dans le chapitre 2, des mesures de perméabilités au gaz ont été effectuées sur ces éprouvettes à la fois sous un état de contraintes isotropes proches de celui *in situ* avant l'excavation et sous contraintes déviatoriques.

On note que le forage PPA0031 se trouve dans la direction de la contrainte horizontale majeure (N147,9), tandis que le forage PPA0032 est dans la direction de la contrainte horizontale mineure (N77,5).

### 3.1 Préparation des éprouvettes

Quatre carottes d'argilites du site MHM, deux du forage PPA0031 et deux du forage PPA0032, de diamètre 76 mm et de 300 mm de longueur, conditionnées en cellule T1 ont été mises à disposition par l'ANDRA en octobre 2005, soit 5 mois après le passage du front d'excavation. A partir de celles-ci, les éprouvettes d'essai ( $\varnothing = 40$  mm) ont été réalisées. Le *Tableau 3-3* ci-après fournit les informations sur la localisation des carottes.

Les éprouvettes ont été réalisées en carottant les tronçons de carotte. Pour augmenter les nombres d'éprouvettes et réserver du matériau pour d'éventuels compléments d'étude, les carottages ont été effectués suivant des diamètres des tronçons et non pas suivant leur axe. Les directions de carottages ont été choisies de telle sorte que l'axe des éprouvettes prélevées soit parallèle ou perpendiculaire à la stratification, mais dans les deux cas il est perpendiculaire à la direction d'un rayon du puits.

Pendant le recarottage avec un carottier diamant à couronne mince et continue, le refroidissement et l'évacuation de la matière étaient assurés par un flux d'air ambiant comprimé modéré. Après carottage, les sous-carottes ont été tronçonnées avec une scie diamantée à sec et faible vitesse de rotation (scie métallographique) afin de réaliser des éprouvettes cylindriques d'une longueur comprise entre 20 et 60 mm. Les éventuels défauts de surface des extrémités ont été repris par polissage à sec manuel avec des disques d'abrasif fin.

En attendant la mise en place dans la cellule de mesure de perméabilité, les éprouvettes ont été entourées d'un film plastique avec le minimum d'air emprisonnée puis paraffinées et placées dans des sachets plastiques scellés et enfin conservées à température ambiante. Préalablement, chaque éprouvette a été pesée, et ses dimensions ont été mesurées.

En total, 8 éprouvettes d'argilites de la zone REP ont été préparées. Le *Tableau 3-4* présente leurs caractéristiques physiques.

*Tableau 3-3 : Liste des carottes mise à disposition par l'ANDRA*

Réf Carotte	Sondage	Cote début <sup>(2)</sup> [m]	Cote fin [m]
EST20514	PPA0031	0,07	0,37
EST20512	PPA0031	0,43	0,75
EST20548 <sup>(1)</sup>	PPA0032	4,15	4,43
EST20567	PPA0032	12,41	12,73

<sup>(1)</sup> cette carotte a été réservée pour la mesure de perméabilité en fonction de saturation; <sup>(2)</sup> les cotes ont pour origine la surface du puits)



Tableau 3-4 : Caractéristiques physiques des éprouvettes.

Eprouvette	Carotte	Longueur [mm]	Diamètre [mm]	Masse [g]	Distance [m]	Orientation
EST20567-1	EST 20567	41,60	39,94	139,190	12,45	//
EST20567-2		52,46	39,76	157,010	12,51	//
EST20567-3		49,16	39,91	148,300	12,56	//
EST20512-1	EST 20512	31,74	39,98	96,830	0,45	⊥
EST20512-2		29,60	39,96	89,450	0,52	//
EST20512-3		26,20	39,98	78,200	0,59	⊥
EST20514-1	EST 20514	36,10	39,98	109,427	0,10	//
EST20514-2		37,20	39,98	110,856	0,17	⊥

A l'ouverture des cellules T1, l'examen visuel de l'état des carottes a montré que les tronçons de carottes présentent un aspect homogène, plutôt isotrope et apparemment humide. Aucune fissure apparente n'a été observée. On n'a pas constaté de différence visible entre les tronçons en fonction de la distance à la paroi du puits. La *Figure 3-10* présente des photographies des tronçons de carottes immédiatement après ouverture des cellules.

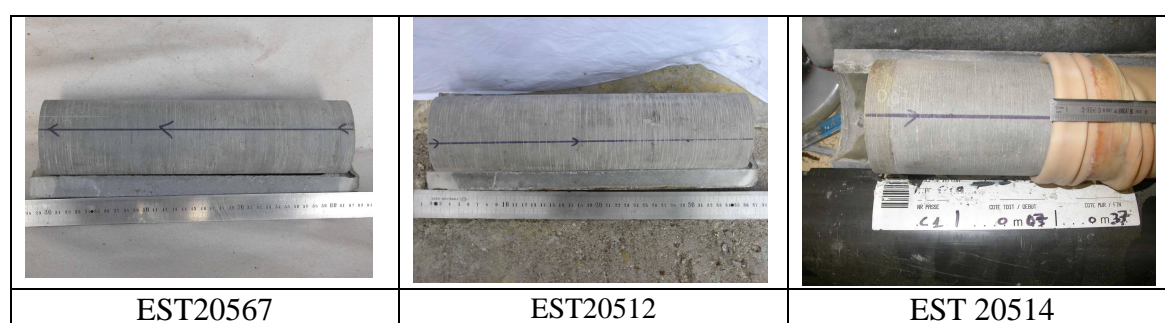


Figure 3-10 : Vue des carottes après démontage de leur cellule de confinement.

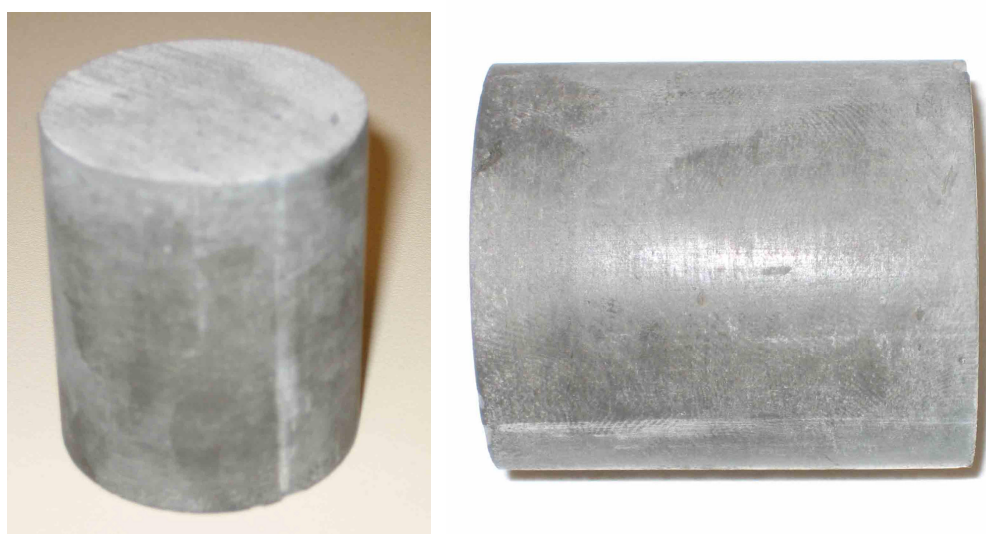


Figure 3-11 : Vue d'une éprouvette (EST20512-2) après sa préparation



### 3.2 Procédure d'essais

Pour déterminer des perméabilités aussi faibles que  $10^{-22}$  m<sup>2</sup> et détecter les variations de perméabilité entre les différentes éprouvettes d'argilites de la zone REP, une procédure d'essai utilisant le dispositif présenté dans le chapitre 2 a été élaborée.

Cette procédure d'essai se caractérise par :

- 1) Une pression de gaz pour la phase de stabilisation d'environ 6 MPa et un incrément de pression de 0,6 MPa pour l'incrément de pression. Cette valeur a été choisie pour deux raisons : i) la minimisation de l'effet Klinkenberg, comme suggéré par Le Guen (1991), ii) la condition imposée par la pression de confinement qui doit être à la fois bien supérieure à celle du gaz pour assurer l'étanchéité du système de mesure, et par ailleurs ne doit pas dépasser la contrainte *in situ*. On rappelle que l'effet Klinkenberg (cf. chapitre 2) traduit la dépendance de la perméabilité au gaz en fonction de la pression dans un milieu poreux dont la taille des pores est comparable au libre parcours moyen des molécules de gaz. Ce dernier dépend lui-même aussi de la pression.
- 2) Une phase de stabilisation dont la durée est définie à partir d'un critère de variation de la pression de gaz des réservoirs avant l'application de l'incrément de pression permettant d'une part d'obtenir une pression homogène au sein de l'éprouvette et d'autre part de vérifier de l'étanchéité du système de mesure. Cette phase de stabilisation est différente de celle avec une pression constante imposée aux extrémités de l'éprouvette pour laquelle l'étanchéité du système n'est pas testée avant l'application de l'incrément de pression. Dans notre procédure, la durée de cette phase de stabilisation est donc variable selon l'éprouvette, et elle peut durer de quelques jours à quelques semaines. En effet, le temps d'obtention d'une pression stabilisée dans les réservoirs dépend de la perméabilité et de la porosité de l'éprouvette et d'éventuelles micro-fuites, qui ne sont pas toujours répétitives et fonction de plusieurs facteurs : le montage de l'éprouvette, l'état de la jaquette, la température dans l'enceinte d'essai. Les incréments de pression ont été appliqués, en général, quand la variation de la pression de gaz était soit inférieure à  $10^{-3}$  MPa.h<sup>-1</sup>, soit constante pendant 24 heures.
- 3) Un faible incrément de pression de gaz pour les pulse tests (0,6 MPa au maximum). Une telle valeur d'incrément permet de minimiser les effets hydromécaniques couplés [Hsieh,1981] qui ne sont pas pris en compte dans notre modèle d'interprétation .
- 4) Un contrôle de la température de l'enceinte de mesure à +/- 0,1°C durant chaque essai. Un tel contrôle permet d'éviter les effets couplés avec la température. Cependant, deux types de perturbation sur le contrôle de la température peuvent apparaître : des variations brusques qui correspondent à l'ouverture de l'enceinte pour intervenir sur le banc de mesure et des variations plus douces qui correspondent à des dérives du système de régulation. Pour la mesure des plus faibles perméabilités, des corrections à ces effets peuvent être appliquées pour affiner la détermination de la valeur de la perméabilité quand ces perturbations sont trop importantes par rapport aux variations de pression.

D'un point de vue pratique, un essai typique comporte les étapes suivantes :

1. Ouverture de l'éprouvette paraffinée et nouvelle mesure de ses paramètres physiques : masse, diamètre, hauteur et vitesse des ondes ultrasonores ;

2. Mise en place de l'éprouvette sur le talon fixe de la cellule de mesure sur lequel a été placé un disque poreux en inox fritté d'une épaisseur de 3 mm. Une jaquette cylindrique en Viton® dense (épaisseur de 5 mm, longueur 135 mm environ et avec diamètre interne légèrement inférieur à 40 mm) est placée autour de l'éprouvette et du talon fixe. Un second disque poreux est placé sur la face supérieure de l'éprouvette, puis le corps de la cellule est vissé sur le talon fixe et le piston mobile du talon supérieur est glissé dans la jaquette jusqu'au contact avec le disque poreux supérieur, enfin le talon supérieur est vissé au corps de la cellule. Pour s'assurer que l'ensemble talon-éprouvette est en place lors de la fermeture de la cellule, une pression de 0,3 MPa est appliquée sur le piston supérieur pendant l'ultime serrage. L'élargissement de la base des talons fixe assurera une première étanchéité vis-à-vis de l'éprouvette lors du remplissage de la cellule avec le fluide de confinement. La séparation des circuits gaz amont et aval est assurée par le contact sec, sans graisse, ni colle, entre la jaquette et la surface latérale de l'éprouvette. En raison de la rigidité relative du Viton® dense utilisé afin d'éviter une diffusion importante du gaz au travers de la jaquette malgré son épaisseur, un état de surface relativement lisse est nécessaire, ce qui est le cas pour les éprouvettes d'argilites du Callovo-Oxfordien. Ces étanchéités (talons et éprouvette) seront renforcées par la pression de confinement imposée qui sera toujours au moins supérieure de 2 à 3 MPa à celle du gaz. La durée totale de ces deux étapes est d'environ 2 minutes, ce qui limite fortement les variations possibles de la masse de l'éprouvette entre la dernière pesée et sa mise en place dans la cellule ;
3. Mise en place de la cellule biaxiale dans l'étuve et raccordement de la cellule aux réservoirs de gaz avec des raccords VCR Swagelock® et application d'une contrainte axiale de 0,5 MPa. Remplissage de la cellule avec le fluide de confinement (fluide hydraulique) avec purge d'air. A l'issue du remplissage, la pression de confinement est de l'ordre de 0,3 à 0,4 MPa. Cet état correspond, généralement au zéro des mesures du déplacement axial enregistrées ;
4. Mise en température de l'étuve (33°C), l'ensemble est thermiquement stable après deux heures environ. Cet état correspond, généralement au zéro des déformations axiales lors de l'exploitation des mesures ;
5. Mise sous contraintes isotropes de l'éprouvette par augmentation de la pression de confinement et de la pression axiale de 0,5 MPa à 11 MPa avec une vitesse de chargement de  $1 \text{ kPa.s}^{-1}$  avec un contrôleur pression-volume GDS;
6. Mise en pression à 6 MPa du gaz des réservoirs de gaz amont et aval de façon rapide (inférieur à 1 minute). Après une phase de stabilisation, liée à l'équilibrage de la température du gaz avec celle de l'étuve, la pression du gaz évolue lentement suite à des échanges avec l'éprouvette. Cette phase d'évolution qui tend vers une stabilisation peut durer de quelques jours à une dizaine de jours. De fait, la stabilisation à la fin de cette phase n'a pas toujours été atteinte, ou parfois il s'agissait d'un pseudo-équilibre stationnaire attribué à des flux parasites (fuites, diffusion dans la jaquette..) ;
7. Mesure de la perméabilité sous confinement de 11 MPa avec un incrément de pression à l'amont compris entre 0,3 et 0,45 MPa. Le suivi de la dissipation de l'incrément de pression était réalisé sur une période de 2 à 10 jours. La règle habituelle est d'obtenir une variation de pression au moins égale à 5 % de l'incrément initial ;
8. Remise en communication des réservoirs et réajustement éventuel de la pression de ligne à la pression initiale, puis attente d'une nouvelle phase de stabilisation
9. Mise de la cellule en configuration de contraintes bi-axiales et ajustement de la contrainte axiale jusqu'à une valeur du déviateur des contraintes prédéterminée par un autre contrôleur pression-volume GDS® avec une vitesse de chargement de  $1 \text{ kPa.s}^{-1}$  ;
10. Mesure de la perméabilité suivant la même procédure qu'à l'étape 7 ;

11. Répétition des étapes 8 et 9 pour atteindre un nouveau palier du déviateur des contraintes, puis répétition de l'étape 10 pour mesurer la perméabilité. La valeur maximale du déviateur des contraintes est liée aux capacités de chargement du banc expérimental ( $\sigma_{axial} = 30$  MPa). En pratique, la valeur maximale du déviateur imposé a été de 18 MPa. Cette valeur était atteinte en 3 paliers avec mesure de la perméabilité à chaque palier ;
12. Retour à l'état de contraintes isotropes initial (11 MPa) en 4 ou 3 paliers avec mesure de la perméabilité à chaque palier suivant la procédure de l'étape 7 ;
13. Mesure de la perméabilité sous contraintes isotropes à l'issue du cycle chargement-déchargement sous déviateur de contraintes ;
14. Démontage de la cellule et récupération de l'éprouvette avec chute rapide de la pression de gaz (moins d'une minute) et de la contrainte isotrope à la fin de mesure ;
15. Répétition des mesures des caractéristiques physiques de l'éprouvette comme à l'étape 1 et enrobage de l'éprouvette avec le film plastique sans piégeage d'air puis paraffinage. A l'issue de démontage, les variations de masse des disques poreux en contact avec l'éprouvette ont aussi été déterminées.

Un cycle complet de mesure dure de 30 à 50 jours en fonction de la durée de la phase initiale de stabilisation de la pression de gaz et de celles des mesures de perméabilité à l'issue de chaque palier de contraintes. Ce schéma a été parfois perturbé et modifié, soit pour cause de fuite importante ou de flux parasite, soit pour cause de perturbation de la régulation de la température et/ou de l'alimentation électrique.

### 3.3 Résultats expérimentaux

Les résultats expérimentaux présentés ci-après sont organisés en deux parties, i) endommagement hydraulique en termes de variation de perméabilité au gaz, ii) endommagement mécanique en termes de variation des propriétés mécaniques.

#### 3.3.1 Endommagement caractérisé par la perméabilité au gaz

Compte tenu de la position des éprouvettes par rapport à la paroi du puits, et en considérant que l'endommagement *in situ* décroît en fonction de la distance, nous pouvons considérer que l'éprouvette issue du tronçon de carotte la plus éloignée de la paroi est celle présentant l'endommagement le plus faible, voire nul. A l'opposé les éprouvettes les plus proches de la paroi sont celles susceptibles d'avoir un endommagement plus significatif. De ce fait nous commençons la présentation des résultats par ceux de l'éprouvette la plus éloignée de la paroi qui peut constituer un état de référence.

Pour chaque éprouvette analysée, l'endommagement initial peut être caractérisé par la perméabilité au gaz, d'une part la valeur mesurée sous contrainte moyenne *in situ* avant l'excavation, et d'autre part par les valeurs mesurées sous contraintes déviatoriques et en particulier leurs variations lors du cycle chargement-déchargement.

### 3.3.1.1 Éprouvette EST20567-1, la plus éloignée de la paroi (12,45 m)

Il s'agit de l'éprouvette réalisée dans le tronçon de carotte la plus éloignée du puits (12,41-12,73 m). Comme des mesures *in situ* de l'expérience REP présentées au dessus (cf. § 3.2), à cette distance elle devrait être issue de la zone hors EDZ. Donc cette éprouvette devrait représenter l'état du massif des argilites du Callovo-Oxfordien non endommagé. Ainsi les caractéristiques mesurées sur cette éprouvette peuvent être considérées comme des valeurs de référence, permettant ensuite de faire une comparaison avec les mesures sur les autres éprouvettes plus proches de la paroi.

La teneur en eau massique de cette éprouvette est de 6,94 % mesurée après essai par le séchage d'une sous-éprouvette à l'étuve à 105°C pendant 48 heures. L'utilisation de cette valeur avec la valeur moyenne mesurée de la masse volumique du squelette ( $2,72 \text{ g.cm}^{-3}$ ) conduite à une estimation de sa porosité de 17,8 % et à un degré de saturation égal à 90 % en conditions de laboratoire.

La Figure 3-12 représente d'une part la suite des paliers de chargement mécanique imposé (courbes noires) et d'autre part les pressions de gaz amont et aval (courbes rouge et bleue) en fonction du temps. Cet historique comporte 8 étapes :

- un palier de compression isotrope de 9 MPa, à la fin duquel, on a réalisé une mesure perméabilité au gaz (étape 1) ;
- une mesure de perméabilité avec un déviateur de 6 MPa (la contrainte axiale étant égale à 15 MPa et la contrainte latérale égale à 9 MPa) (étape 2) ;
- cinq mesures de perméabilité pour différentes contraintes déviatoriques (4-17 MPa), la contrainte latérale totale étant maintenue constante à la valeur de 11 MPa, (étapes 3 à 7) ;
- Une dernière mesure de perméabilité après retour à des conditions de contraintes isotropes égales à 11 MPa (étape 8).

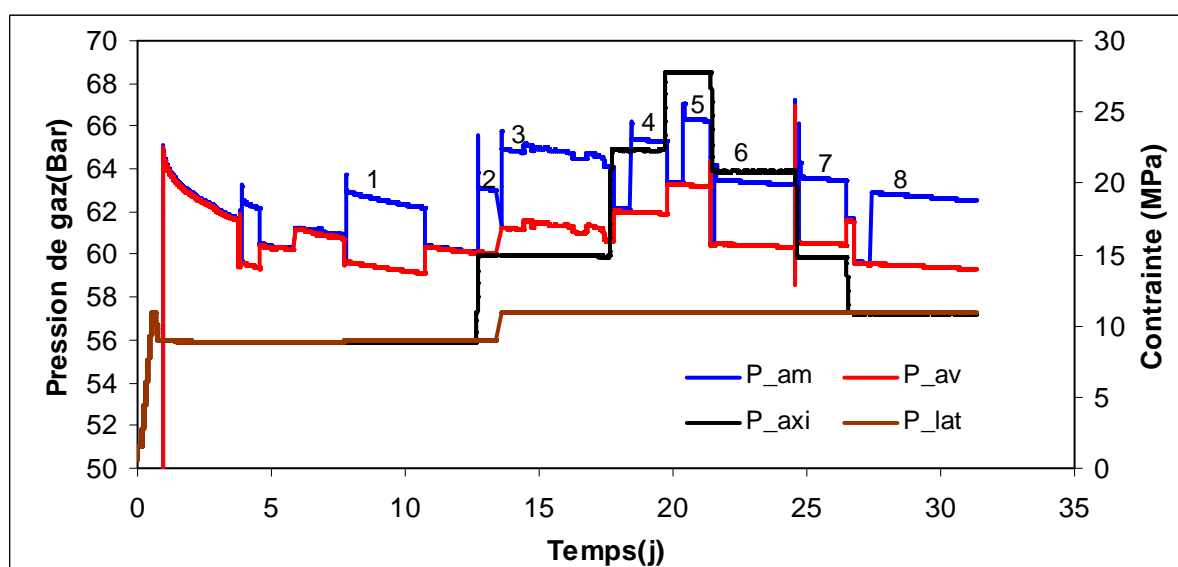


Figure 3-12 : Historique du chargement de l'éprouvette EST20567-1

(P<sub>am</sub> : pression de gaz à l'amont ; P<sub>av</sub> : pression de gaz à l'aval ; P<sub>axi</sub> : contrainte totale axiale ; P<sub>lat</sub> : contrainte totale latérale)

### Perméabilité sous contraintes isotropes

La phase d'homogénéisation de la pression du gaz après le chargement sous une contrainte isotrope de 9 MPa a duré 7 jours. L'amplitude de l'incrément de pression était de 0,31 MPa. La Figure 3-13 présente les variations des pressions amont et aval,  $P_{av}$  et  $P_{am}$ , en fonction du temps. La diminution observée de la pression à l'aval est contraire à son évolution théorique qui est une augmentation. Ceci a été identifié comme la contribution d'un flux parasite dans le système, dont les caractéristiques ont été déterminées à la fin de la phase de stabilisation pour corriger ces courbes et déterminer la perméabilité.

La perméabilité au gaz de cette éprouvette sous une contrainte isotrope de 9 MPa est estimée à  $1,3 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$ . Cette estimation a été réalisée en utilisant la procédure d'identification de la perméabilité présentée dans le chapitre 2 et donc les mêmes hypothèses mises à part les paramètres physiques de cette éprouvette. Il est important de rappeler que cette valeur a été déterminée par une analyse globale de trois courbes :  $P_{am}(t)$ ,  $P_{av}(t)$ ,  $DP(t)$  (cf. Chapitre 2).

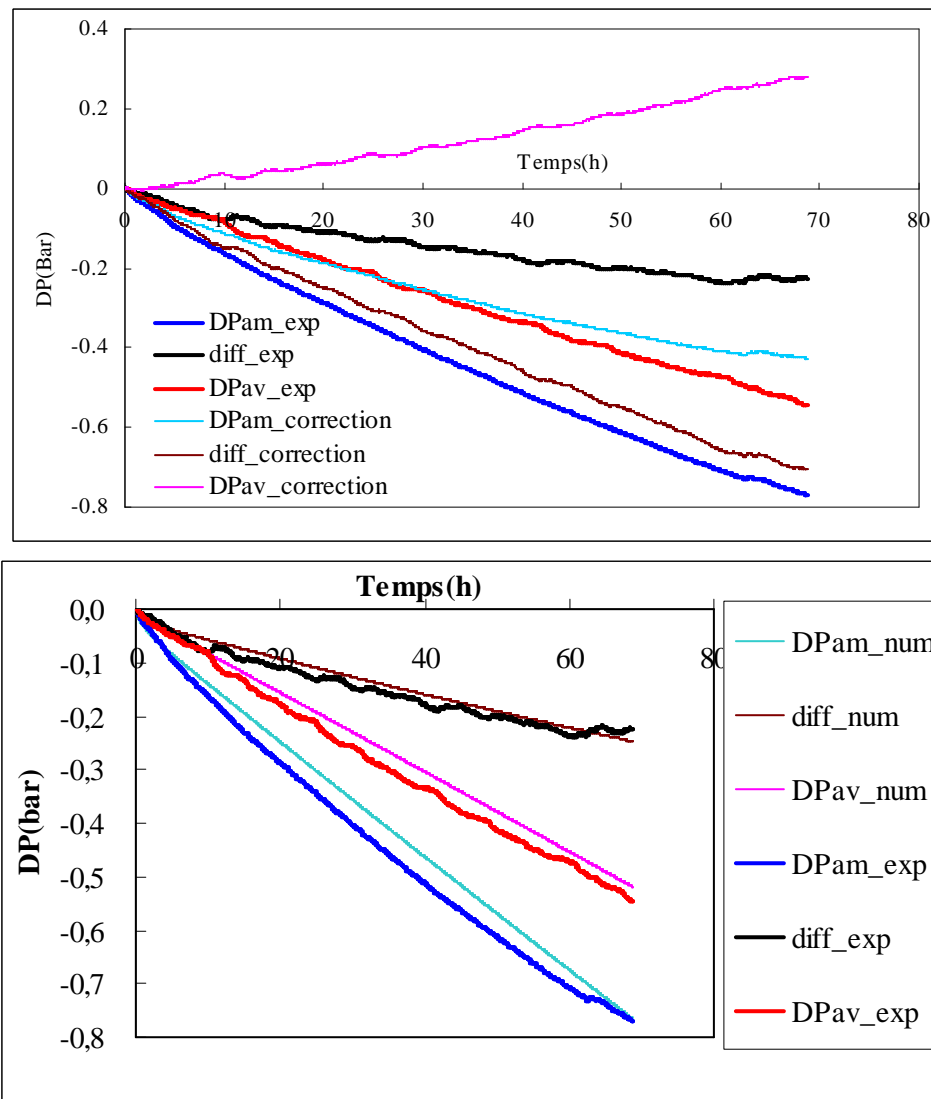


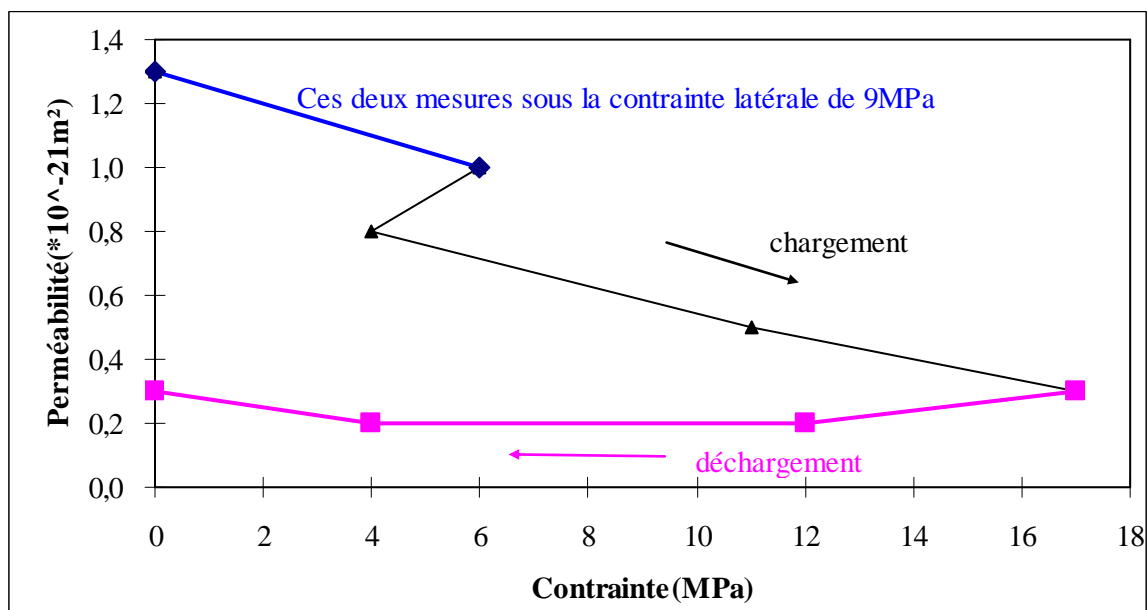
Figure 3-13 : Variations de la pression de gaz en fonction du temps après l'incrément de pression pour le palier de contrainte isotrope de 9 MPa ( $P_{am} = 6,313 \text{ MPa}$ ,  $P_{av} = 6,002 \text{ MPa}$ ,  $T = 32,65^\circ\text{C}$ ) et la correction et la simulation des courbes -  $1\text{bar} = 0,1 \text{ MPa}$

Avec la prise en compte du flux parasite, l'évolution simulée numériquement des pressions de gaz en considérant cette valeur de perméabilité est en bon accord avec celle des pressions expérimentales (*Figure 3-13*). Ceci nous confirme la signification de la valeur déterminée.

### Perméabilité sous contraintes déviatoriques

Les essais sous différentes contraintes déviatoriques avaient pour but de caractériser indirectement une évolution de l'endommagement d'éprouvettes d'argilites par la mesure de la perméabilité au gaz. L'essai consiste à effectuer des mesure de la perméabilité au gaz par la méthode du *pulses test* sous des contraintes déviatoriques constantes. Avant l'application de l'incrément de pression, une phase d'homogénéisation d'environ 24 heures est imposée pendant laquelle à la fois la pression de gaz dans les réservoirs et les contraintes totales axiale et latérale demeurent constantes.

La *Figure 3-14* présente les résultats des mesures de perméabilité sous différents niveaux de contraintes déviatoriques pour l'éprouvette EST20567-1. Le chemin du trajet chargement-déchargement est détaillé sur la *Figure 3-12*.



*Figure 3-14 : Valeurs de la perméabilité au gaz mesurée en fonction du déviateur des contraintes avec une contrainte latérale de 11 MPa de EST20567-1*

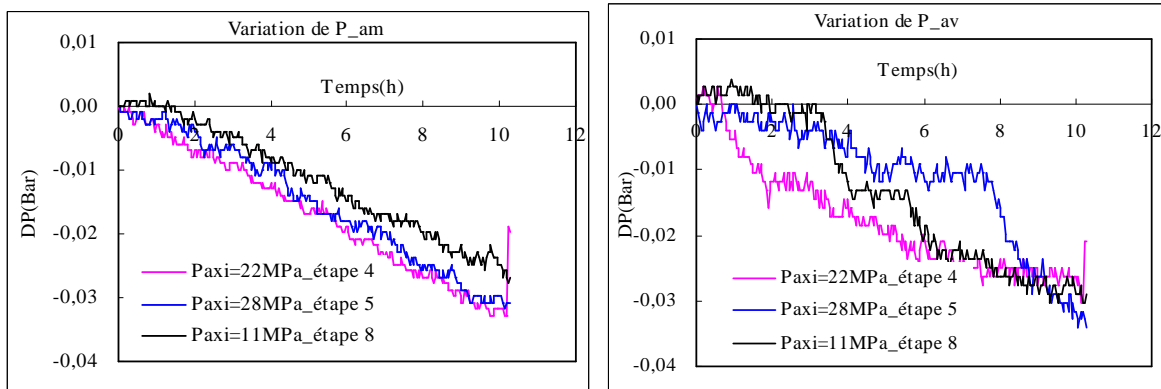
On notera que les deux premières mesures ont été réalisées avec une pression de confinement de 9 MPa seulement, tandis que les autres l'ont été avec une pression de 11 MPa dans le but d'augmenter la différence entre la contrainte latérale et la pression de gaz en vue de diminuer la valeur du flux parasite.

On observe que :

- la valeur de la perméabilité au gaz diminue de 1,3 à  $0,3 \cdot 10^{-21} \text{m}^2$  quand le déviateur de contraintes augmente de 0 à 17 MPa ;
- elle reste pratiquement constante pendant le déchargement ;
- une hystérésis de la valeur de la perméabilité suite au retour à une condition de contrainte isotrope, même si celle-ci est supérieure à celle initiale (11 MPa au lieu de 9 MPa). Une valeur initiale sous contrainte isotrope de 11 MPa peut être évaluée en

extrapolant la variation de la perméabilité mesurée pendant le trajet de chargement, soit  $1,0 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$ .

La diminution de la perméabilité lors de chargement peut être expliquée par une compaction de l'éprouvette d'argilite. En tout état de cause, cette variation ne peut pas être attribuée à une variation du flux parasite qui aurait évolué en fonction du déviateur. La *Figure 3-15* permet de comparer les valeurs de ce flux, quantifié par l'évolution de la pression des réservoirs en fonction du temps, juste avant l'application des incréments de pression pour différents niveaux de déviateur. Les différences de pente des courbes ne sont pas significatives et elles ne permettent pas d'expliquer l'amplitude de l'évolution de perméabilité au gaz mesurée.



*Figure 3-15 : Variations de la pression de gaz pendant des phases d'homogénéisation avant l'application des incréments de pression.*

L'absence d'effet du déviateur des contraintes sur la perméabilité au gaz lors du déchargement peut être expliquée par un phénomène irréversible de la compaction. Les déformations irréversibles en compression mesurées sont d'environ 0,2 %. Ces déformations comportent une partie importante due à la déformation différée.

Le *Tableau 3-5* regroupe les conditions des mesures et les résultats obtenus sur cette éprouvette.

*Tableau 3-5 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée en fonction des contraintes appliquées*

Cycle		Chargement					Déchargement		
Contraintes (MPa)	$P_{axiale}$	9	15	15	22	28	21	15	11
	$P_{confinement}$	9	9	11	11	11	11	11	11
	Déviateur	0	6	4	11	17	10	4	0
$k_{gaz} [10^{-21} \text{ m}^2]$		1,3	1,0	0,8	0,5	0,3	0,2	0,2	0,3

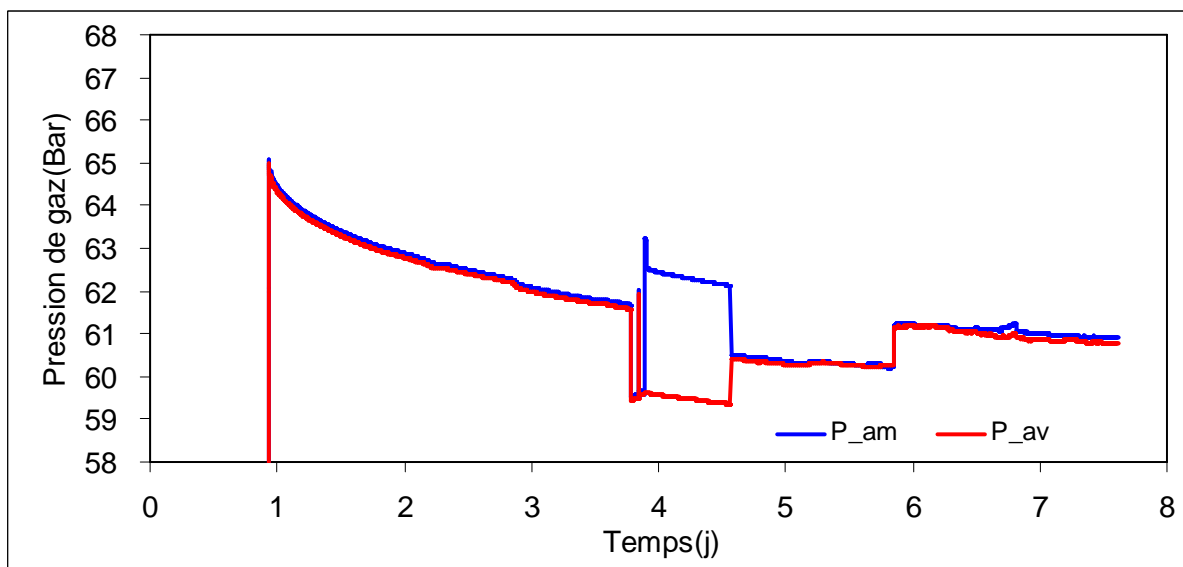


Figure 3-16 : Exemple d'évolution de la pression du gaz pendant la phase d'uniformisation, après sa mise sous pression de gaz initiale (une tentative d'incrément de pression est comprise dans cette phase)

### Flux parasite

Il faut noter que la courbe de variation de la pression de gaz pendant la période de l'uniformisation présente un caractère amorti (Figure 3-16), mais au bout de 7 jours celle-ci n'est toujours pas stabilisée et elle présente une variation quasi-linéaire de l'ordre de  $0,029 \text{ MPa.j}^{-1}$  en aval et  $0,015 \text{ MPa.j}^{-1}$  en amont. Aucune auscultation et modification externe n'ont permis d'éliminer ce flux. Il faut cependant noter que les valeurs du flux ont été réduites à  $0,0072 \text{ MPa.j}^{-1}$  après une augmentation de la contrainte latérale de 9 à 11 MPa (Figure 3-15). Comme il l'a déjà été mentionné dans le chapitre 2, le calcul de la valeur de la perméabilité au gaz tient compte ce flux parasite. Le principe consiste à additionner le flux parasite sous la forme d'un terme  $(\Delta P / \Delta t)$  constant dont la valeur est déduite de celles mesurées pour chaque réservoir avant l'application de l'incrément de pression et pendant l'évolution des pressions lors de la mesure de la perméabilité.

#### 3.3.1.2 Éprouvette EST20567-2, la plus éloignée de la paroi (12,51 m)

Il s'agit de l'éprouvette EST20567-2. Cet essai a été réalisé avec un volume du réservoir amont très important,  $2250 \text{ cm}^3$  afin d'éliminer l'effet du flux parasite du côté d'amont, ce qui avait perturbé les mesures sur l'éprouvette EST25067-1. Il s'agit donc là d'une nouvelle mesure sur une éprouvette jumelle de celle testée lors de l'essai EST25067-1.

Pendant les mesures, les fluctuations de la température ont été relativement importantes supérieures à  $\pm 0,1^\circ\text{C}$  et leurs effets sur la pression de gaz ont été corrigés suivant la méthode définie dans le chapitre 2.

La Figure 3-17 présente le trajet de chargement mécanique et de pression de gaz de cette éprouvette. Ce trajet se compose d'un incrément de pression de gaz pour le palier de compression isotrope de 11 MPa et deux incréments de pression de gaz avec différents déviateurs de contraintes (7 et 17 MPa).



### Perméabilité sous contrainte isotrope

A l'issue de trois jours d'uniformisation de la pression de gaz à 6 MPa, un incrément de pression de 0,39 MPa a été appliqué. La *Figure 3-18* présente l'évolution de la variation des pressions aval et amont,  $P_{av}$  et  $P_{am}$ , en fonction du temps. La valeur de la perméabilité au gaz sous une contrainte isotrope de 11 MPa a été estimée égale à  $3.10^{-21} \text{ m}^2$ , en utilisant la procédure d'identification de la perméabilité présentée dans le chapitre 2. La comparaison des courbes modélisées et expérimentales montre un bon accord et ceci nous permet de valider qu'il est possible d'utiliser un grand volume pour un des réservoirs pour mesurer une perméabilité aussi faible que  $10^{-21} \text{ m}^2$ .

Cette valeur est proche de celle de l'éprouvette EST20567-1. Ceci signifie que la carotte située à 12 m de la paroi présenterait une perméabilité au gaz de l'ordre de  $10^{-21} \text{ m}^2$ .

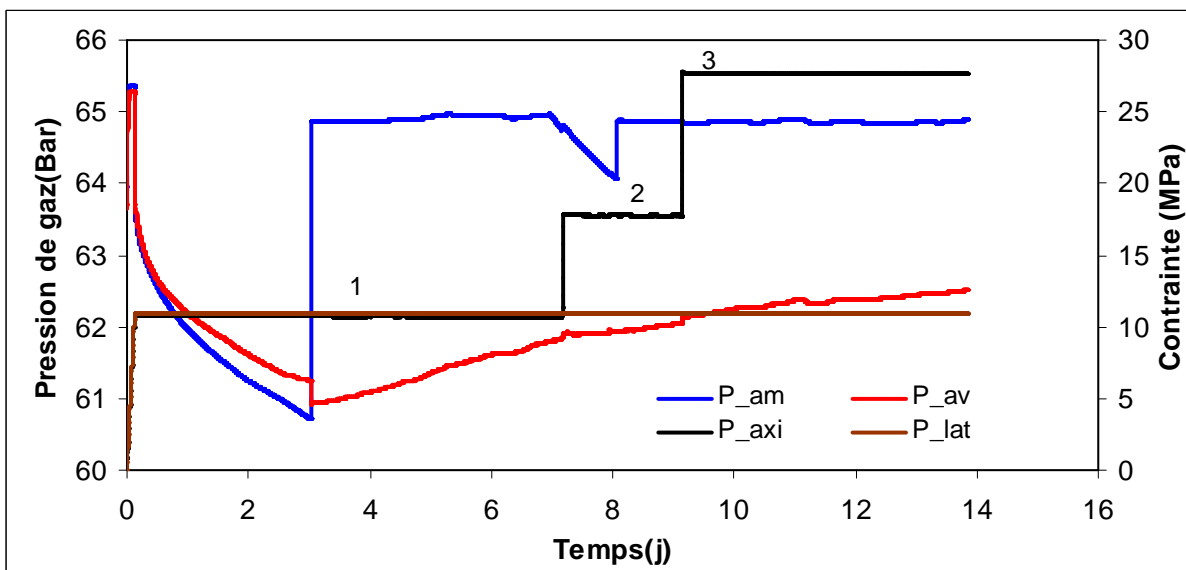


Figure 3-17 : Historique du chargement de l'éprouvette EST20567-2

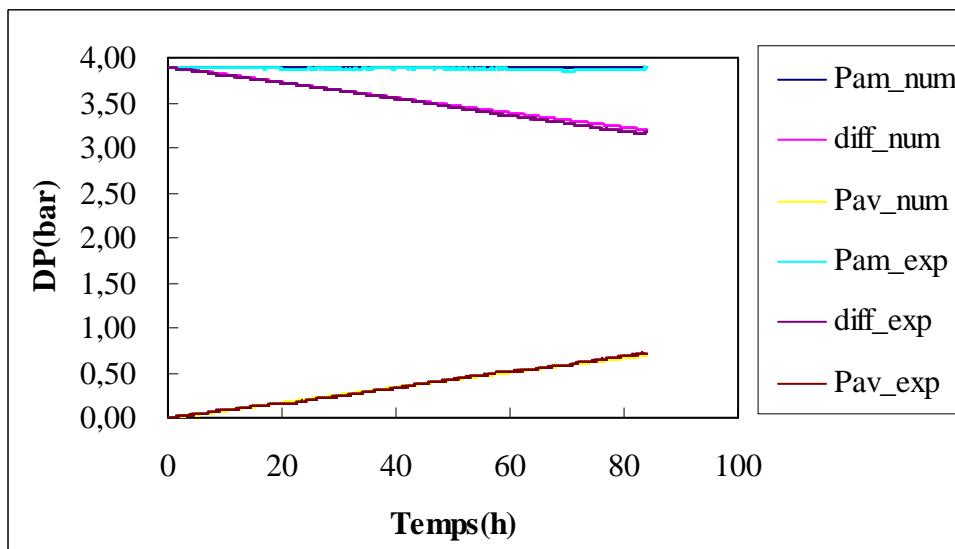


Figure 3-18 : Courbes numériques et expérimentales des pressions de gaz ( $P_{amont} = 6,488 \text{ MPa}$ ,  $P_{aval} = 6,099 \text{ MPa}$ ,  $DP_0 = 3,89 \text{ bar}$  et  $P_{isotrope} = 11 \text{ MPa}$ ,  $k = 3.10^{-21} \text{ m}^2$ )

## Perméabilité sous contraintes déviatoriques

La pression du gaz a été maintenue constante en amont, ce qui imposait une différence de pression entre deux réservoirs. Cette différence de pression a permis de mesurer la perméabilité pour différents niveaux de contraintes déviatoriques. La perméabilité au gaz estimée est de  $2,5 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$  quand la contrainte axiale a été portée à 18 MPa, soit un déviateur de 7 MPa et de  $1,5 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$  pour le palier de la contrainte axiale de 28 MPa, soit pour un déviateur de 17 MPa. Une diminution de la perméabilité avec l'augmentation de la contrainte axiale a été aussi observée comme pour l'éprouvette EST20567-1. Ceci peut s'expliquer par une compaction de l'éprouvette et une fermeture de microfissures de l'éprouvette lors du chargement déviatorique.

Tableau 3-6 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée en fonction des contraintes appliquées

Cycle		Chargement		
Contraintes (MPa)	P <sub>axiale</sub>	11	18	28
	P <sub>confinement</sub>	11	11	11
	Déviateur	0	7	17
k <sub>gaz</sub> [ $10^{-21} \text{ m}^2$ ]		3	2,5	1,5

Il faut noter que la vitesse de chargement était de  $10 \text{ kPa.s}^{-1}$  pour le dernier palier de chargement. L'essai a été interrompu pendant le palier de déviateur à 17 MPa. Donc les mesures pour le déchargement n'ont pu être effectuées.

### 3.3.1.3 Éprouvette EST20512-1, la plus proche de la paroi (0,45 m)

Il s'agit d'une éprouvette de la carotte la plus proche de la paroi. L'analyse synthétique dans le paragraphe 3.2 montre que cette carotte est située dans la zone de l'EDZ, et donc les mesures sur cette carotte permettraient d'observer l'effet d'un endommagement potentiellement élevé.

Sa teneur en eau est de 6,74 %, sa porosité est estimée à 17,7 % et son degré de saturation est égal à 85 % suivant la même méthode utilisée que pour l'éprouvette EST20567-1.

En fait, l'essai de l'éprouvette EST20512-1 a été réalisé à la suite des mesures des éprouvettes EST20567-1 et EST20512-2 qui n'avaient permis d'évaluer qu'une valeur corrigée de la perméabilité, donc il sera aussi fortement dépendant de la méthode de correction.

A l'issue de la mise sous contraintes isotropes, une pression de gaz continuellement croissante a été d'abord uniquement imposée sur la face amont par l'intermédiaire d'un débitmètre massique afin de procéder à une estimation de la pression d'entrée d'air. La pression amont a été graduellement augmentée jusqu'à la valeur de 2,5 MPa avec une vitesse de chargement de l'ordre de  $2,25 \cdot 10^{-3} \text{ MPa.min}^{-1}$ . La pression initiale du réservoir aval étant la pression atmosphérique. On remarque une réaction très rapide de la pression aval, qui croît non linéairement avec le temps (*Figure 3-19*). Cette augmentation de la pression aval ne peut être liée à une percée du gaz en raison des faibles valeurs de la pression amont. Il faudrait plus invoquer un cheminement préférentiel au niveau de la surface latérale de l'éprouvette.

La pression amont a été ainsi augmentée jusqu'à 2,5 MPa et la tendance de la pression aval n'a pas changé. Le débitmètre massique a alors été démonté et on a procédé directement à l'application d'une pression de ligne d'environ 6 MPa sur les deux faces de l'éprouvette pendant une période de 48 h. Cependant le suivi des pressions n'a pu être réalisé à cause d'une interruption de l'enregistrement (arrêt de l'ordinateur de pilotage). Ce défaut d'enregistrement n'a donc pas permis d'évaluer le flux de référence avant l'application des incréments de pression.

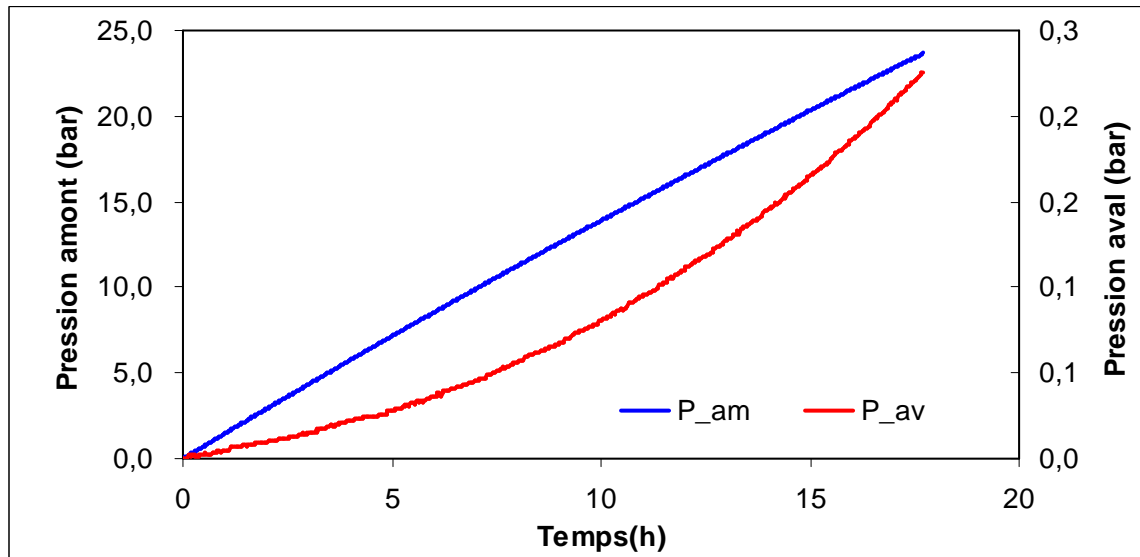


Figure 3-19 : Evolution des pressions amont et aval lors d'une mise en pression de gaz progressive à l'amont, le réservoir aval étant isolé.

Deux mesures de perméabilité ont été réalisées pendant le palier de contraintes isotropes (11 MPa). La Figure 3-20 présentant la variation des pressions montre que la pression aval diminue après un pulse test et elle confirme qu'il existe une fuite dans la partie aval du dispositif. En l'absence d'une évaluation du flux de référence, seul un majorant de la perméabilité a pu être évalué à partir de la courbe expérimentale brute de décroissance de la pression amont d'après la méthode de Brace. La valeur obtenue de la perméabilité serait comprise entre  $4,0$  et  $4,3 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$ . En considérant l'effet d'un flux parasite dont la correction réduirait la décroissance de la pression amont, la perméabilité réelle serait inférieure à ces valeurs estimées. On constate donc que la perméabilité au gaz mesurée de cette éprouvette est aussi de l'ordre de  $10^{-21} \text{ m}^2$ . Ceci signifie qu'il n'y aurait pas de différences importantes de la perméabilité au gaz entre des éprouvettes testées situés à différentes distances de la paroi du puits.

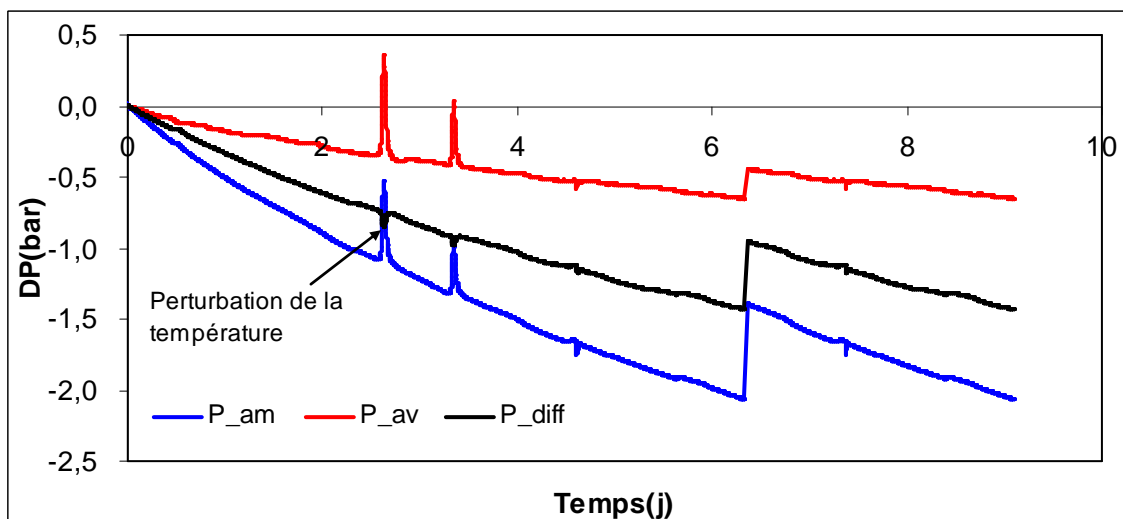


Figure 3-20 : Evolution des pressions de gaz après l'incrément de pression pour le palier de contraintes isotropes ( $P_{amont} = 6,293 \text{ MPa}$ ,  $P_{aval} = 6,042 \text{ MPa}$ ) -  $1\text{bar} = 0,1 \text{ MPa}$

Cet essai a été interrompu en raison d'une fuite et il n'a pu être repris qu'avec une éprouvette jumelle.

### 3.3.1.4 Éprouvette EST20512-2, la plus proche de la paroi (0,52 m)

Il s'agit de l'éprouvette EST20512-2, dont la teneur en eau est de 6,78 %, sa porosité est de 18,0 % et le degré de saturation serait égal à 84 %, pour laquelle le trajet de chargement a été conforme au protocole expérimental décrit dans le paragraphe 3.2. A l'issue des 6 jours de la phase de stabilisation, des incréments de pression de gaz ont été appliqués pour le palier de contraintes isotropes à 11 MPa. Puis des mesures de perméabilité au gaz ont été effectuées lors du cycle de chargement et déchargement avec une contrainte axiale égale à 18, 28, 17 et 11 MPa, comme présentées sur la *Figure 3-21*.

A cause du flux parasite, la valeur de la perméabilité au gaz mesurée a été déterminée avec la même méthode que celle utilisée pour l'analyse des essais de l'éprouvette EST20567-1. La perméabilité mesurée sous la contrainte isotrope de 11 MPa est estimée à  $1 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$ . Cette valeur est du même ordre que celle de EST20512-1. Les valeurs mesurées sous déviateur de contraintes varient entre 0,7 et  $0,5 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$ . La courbe de l'évolution de la perméabilité (*Figure 3-22*) montre que l'augmentation du déviateur induit une diminution de la perméabilité mesurée tandis que lors du déchargement celle-ci augmente. Ces variations sont proportionnelles au déviateur imposé mais sont cependant faibles (*Figure 3-22*). Lors du cycle chargement-déchargement, l'évolution présente une irréversibilité qui peut s'expliquer par un endommagement permanent.

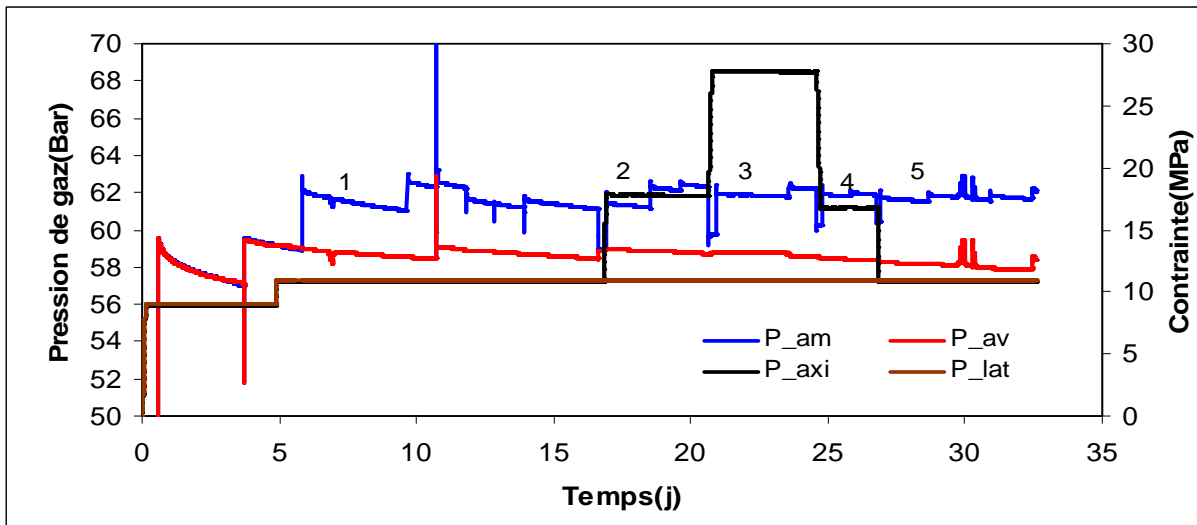


Figure 3-21 : Historique du chargement de l'éprouvette EST20512-2

Tableau 3-7 : Valeurs de la perméabilité au gaz corrigée en fonction du déviateur.

Cycle		Chargement			Déchargement	
Contraintes (MPa)	P <sub>axiale</sub>	11	18	28	18	11
	P <sub>confinement</sub>	11	11	11	11	11
	Déviateur	0	7	17	7	0
k <sub>gaz</sub> [10 <sup>-21</sup> m <sup>2</sup> ]		1,0	0,7	0,3	0,5	0,6

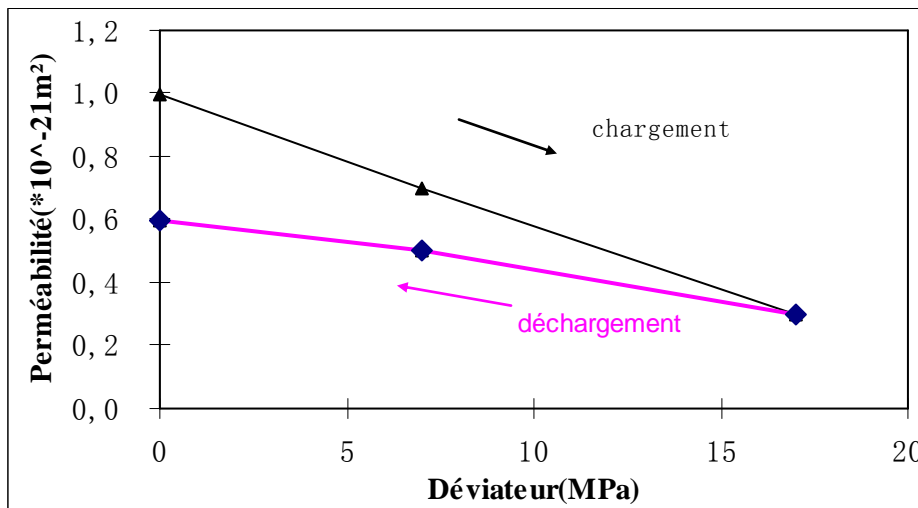


Figure 3-22 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée en fonction du déviateur de contraintes imposé ( $P_{confinement} = 11 \text{ MPa}$ )

Remarque : Les pressions de gaz n'étaient pas stabilisées stricto-sensu à la fin de la phase d'uniformisation mais leurs variations étaient relativement faibles ; de l'ordre de  $0,0096 \text{ MPa.j}^{-1}$  pour la pression aval et  $0,0120 \text{ MPa.j}^{-1}$  pour la pression amont. Du fait de ce flux parasite, il apparaît globalement une diminution de la pression aval pendant les mesures de perméabilité, ce qui est contraire à son évolution théorique. Il a donc été procédé à une correction pour déterminer la valeur de la perméabilité mesurée. Ces flux parasites ont été

supposés constants pendant toute la durée des incréments de pression et les variations de pression amont et aval enregistrées ont été corrigées par simple soustraction des variations de pression dues à ces flux parasites supposés constants. Avec cette correction la pression aval a une évolution conforme à l'existence d'un flux du réservoir amont vers le réservoir aval.

### 3.3.1.5 Éprouvette EST20512-3, la plus proche de la paroi (0,59 m)

Pour tenter de s'affranchir de ces flux parasites, un nouvel essai a été réalisé avec l'éprouvette jumelle EST20512-3 en utilisant un réservoir amont de grand volume comme pour l'éprouvette EST20567-2. De plus en raison d'une longueur plus petite pour cette éprouvette, la durée des mesures de perméabilité a pu être réduite. Cependant les essais ont été affectés par des fluctuations de température dont l'effet sur les pressions a été réduit par un traitement des données avant de procéder à leur interprétation.

Les valeurs des paramètres, teneur en eau, porosité et degré de saturation, sont respectivement de 6,74 %, 17,7 % et 85 %.

Le trajet de chargement mécanique est proche de celui défini lors de la présentation du protocole expérimental, à savoir un chargement isotrope à 11 MPa puis un cycle chargement-déchargement déviatorique avec les paliers de contraintes axiales suivant : 18, 28, 21, 15 et 11 MPa (Figure 3-23). Il a été ajouté un dernier palier de contrainte isotrope à 13 MPa.

La pression de gaz de ligne initiale a été de 6,04 MPa puis un incrément de pression de 0,43 MPa a été imposé lors du premier palier de contrainte isotrope. Du fait du grand volume de réservoir en amont, la pression de gaz amont est restée constante pendant toute la durée de l'essai. Il a donc été procédé à un incrément de pression pour l'ensemble des paliers.

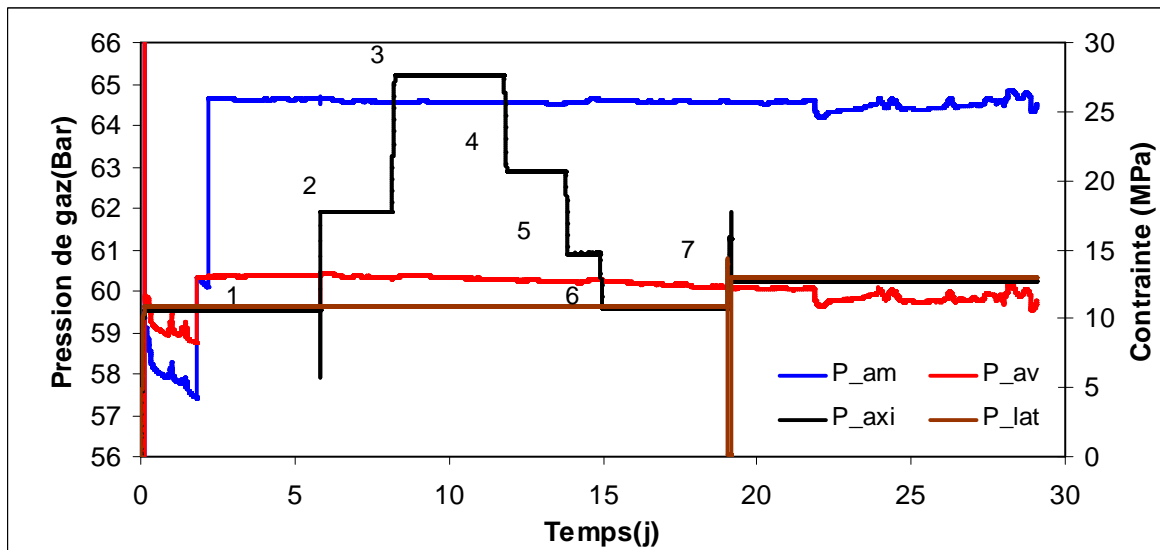


Figure 3-23 : Historique du chargement de l'éprouvette EST20512-3

A cause du flux parasite à l'aval, la pression aval a décliné pendant tout l'essai, ce qui signifie que la perturbation liée à ce flux a masqué la réponse de l'éprouvette. Il n'est pas possible de quantifier précisément ce flux et donc de déterminer une valeur de la perméabilité au gaz mesurée ainsi que son évolution. La valeur initiale de la perméabilité au gaz mesurée pour la contrainte isotrope de 11 MPa est estimée inférieure à  $2 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$ , car à l'issue des 25 jours d'essai, la pression d'aval devrait au moins augmenter, ce qui correspond à une valeur de la

perméabilité mesurée de  $2.10^{-21}$  m<sup>2</sup> et une valeur du flux égale à  $0,024$  MPa.j<sup>-1</sup> qui est supérieure aux valeurs du flux parasite précédemment déterminées. Il a donc été procédé à une analyse paramétrique en calculant l'évolution de la pression de gaz aval pour différentes valeurs du flux parasite et de la perméabilité (Figure 3-24). Cette figure permet de supposer que la valeur de la perméabilité au gaz mesurée serait inférieure à  $1.10^{-21}$  m<sup>2</sup>, si la valeur du flux parasite est inférieure à  $0,012$  MPa.j<sup>-1</sup>. La légèrement diminution de la pente de la pression de gaz aval lors du chargement indique une diminution de la perméabilité mesurée suite à une augmentation du déviateur de contraintes.

Globalement cet essai n'a pas permis de préciser les résultats acquis sur les éprouvettes jumelles EST20512-1 et EST20512-2, tout juste de confirmer que la perméabilité au gaz mesurée est proche de  $1.10^{-21}$  m<sup>2</sup> et qu'elle diminue lors d'un chargement axial.

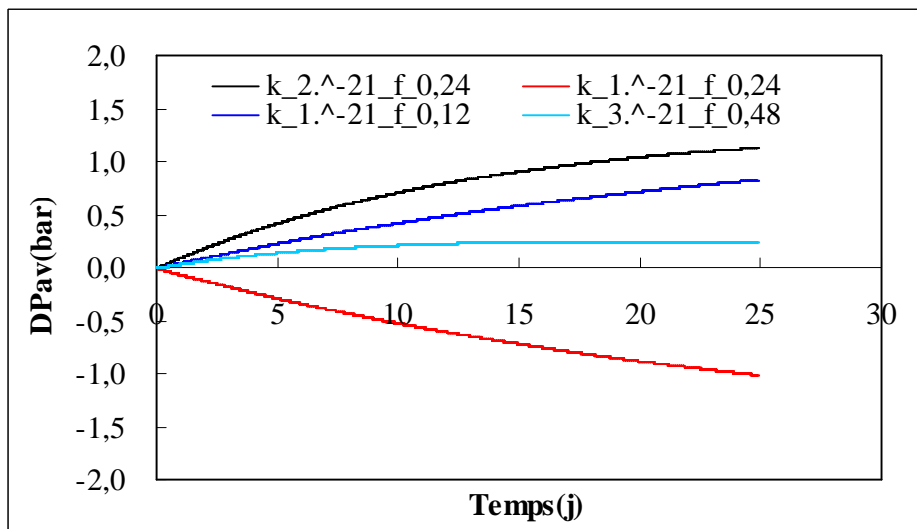


Figure 3-24 : Evolution analytique de la pression de gaz aval,  $DP_{aval}$ , pour différentes valeurs du flux parasite et de la perméabilité ( $P_{amont} = 6,48$  MPa,  $P_{aval} = 6,05$  MPa)

### 3.3.1.6 Éprouvette EST20514-1, proximité immédiate de la paroi (0,10 m)

La carotte EST20514 est située à proximité immédiate de la surface de creusement du puits. Elle devrait présenter le plus fort endommagement potentiel d'après l'analyse du paragraphe 3.2.

La teneur en eau massique de cette éprouvette est de 6,49 %. En considérant les mêmes hypothèses appliquées ci-dessus, cette valeur de teneur en eau conduit à une porosité estimée à 17,2 % et un degré de saturation égale à 84 %.

Cet essai concerne l'éprouvette EST25014-1 situé à 0,10 m de la paroi du puits. L'essai a été réalisé avec un réservoir amont de grand volume comme pour l'essai de EST20512-3. Les fluctuations de la température ont été corrigées suivant la méthode présentée dans le chapitre 2.

Le chargement mécanique appliqué a été proche de celui du protocole expérimental, à savoir un chargement isotrope à 11 MPa puis un cycle chargement-déchargement bi-axial. En raison

d'une coupure électrique inopinée le palier de charge axiale à 28 MPa a été interrompu et l'état de contraintes est revenu à l'état de contraintes isotropes. L'éprouvette a ensuite été rechargée avec une pression axiale de 19 MPa mais une seconde coupure d'alimentation électrique a fait chuter la pression axiale à 15 MPa aussi dès le retour du courant électrique, l'éprouvette a été remise sous contraintes isotropes avec une pression de 11 MPa. La *Figure 3-25* présente ce trajet de chargement chahuté. L'incrément de pression a été appliqué lors du palier de contrainte isotrope et il a duré jusqu'à la fin d'essai.

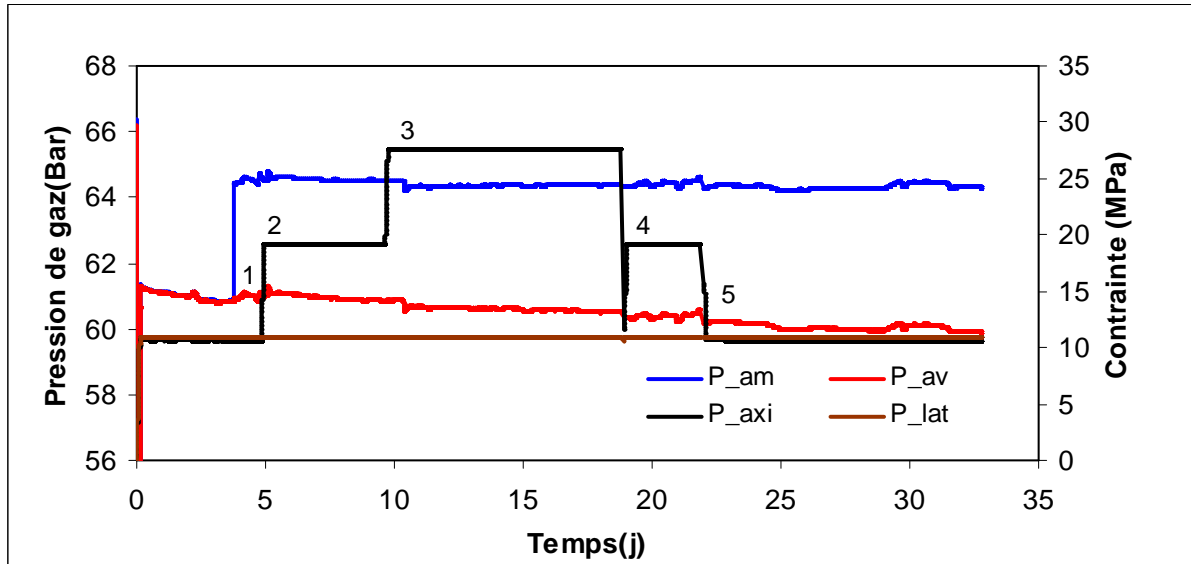


Figure 3-25 : Historique de chargement de l'éprouvette EST20514-1

Les résultats corrigés des fluctuations de la température montrent que la pression d'aval décroît comme lors de l'essai avec l'éprouvette EST20512-3. En raison de l'impossibilité de procéder à la détermination précise des valeurs de la perméabilité au gaz mesurée à cause de l'incertitude du flux parasite, il n'y a donc pas de possibilités de procéder à une synthèse des mesures lors du chargement. On pourra seulement signaler que pour cette éprouvette le flux parasite associé à la décroissance de la pression aval était de  $0,0072 \text{ MPa.j}^{-1}$  à la fin de la phase d'uniformisation. En considérant une variation de pression nulle à l'aval, cette faible valeur correspond à une perméabilité au gaz de  $7.10^{-22} \text{ m}^2$ . La seule conclusion possible est que la perméabilité au gaz de l'éprouvette devrait être au moins inférieure à  $1.10^{-21} \text{ m}^2$ .

### 3.3.1.7 Synthèse

Les valeurs de la perméabilité au gaz mesurée avec des éprouvettes à différentes distances de la paroi du puits et sous une contrainte isotrope sont regroupées dans le *Tableau 3-8*. Il apparaît que la valeur de la perméabilité au gaz mesurée des éprouvettes est assez faible, de l'ordre de  $10^{-21} \text{ m}^2$  et qu'elles ne présentent pas une évolution claire en fonction de leur position respective *in situ* bien que le degré de saturation estimé diffère d'une carotte à l'autre. Ceci signifie que l'endommagement induit par l'excavation est relativement limité. Bien qu'*in situ*, une augmentation de plusieurs ordres de la perméabilité de l'eau ait été identifiée, la faible variation de la perméabilité au gaz mesurée est liée d'une part au degré de saturation élevé des éprouvettes et d'autre part à un état relativement intact des éprouvettes en raison de la contrainte isotrope appliquée. Cette dernière induit une compaction des



échantillons associée à une fermeture de défauts créés par l'endommagement mais aussi à la création de ponts liquides dans les pores et les fissures désaturés en raison du rapprochement et de la coalescence de films liquides à leurs parois. En combinant les résultats *in situ*, qui montrent que l'existence d'une zone désaturée fracturée jusqu'à au moins 0,45 m de la paroi et une zone endommagée saturée jusqu'à 0,95 m autour du puits, et les variations des valeurs mesurées, il est possible d'avancer qu'au-delà de 0,95 m il ne peut y avoir d'écoulement de gaz en phase gazeuse. Cette conclusion peut être étendue jusqu'à une distance de 0,45m en se fondant sur les mesures de saturation *in situ*.

Tableau 3-8 : Valeurs de la perméabilité au gaz mesurée pour des échantillons sous contraintes isotropes

Échantillon		20567-1	20567-2	20512-1	20512-2	20512-3	20514-1
Distance au puits [m]		12,45	12,51	0,45	0,52	0,59	0,10
Degré de saturation [%]		90	90	85	84	85	84
Contrainte [MPa]	P <sub>isotrope</sub>	9	11	11	11	11	11
k <sub>gaz</sub> [10 <sup>-21</sup> m <sup>2</sup> ]		1,3	3	4,3	1	<2	<1

Les valeurs de perméabilité au gaz mesurées sont de l'ordre de 10<sup>-21</sup> m<sup>2</sup>, ce qui est très proche de la limite de sensibilité du banc de mesure utilisé qui est d'environ 1.10<sup>-22</sup> m<sup>2</sup>. Les valeurs mesurées l'ont été avec des échantillons présentant un degré de saturation d'environ 90 %. Il est à noter que cette valeur de 1.10<sup>-21</sup> m<sup>2</sup> est du même ordre grandeur que celle mesurée avec de l'eau à l'état saturé mesurée *in situ*. Cette équivalence de valeurs pour deux états très contrastés d'un point de vue théorique, puisque la perméabilité au gaz d'un échantillon quasi-saturé devrait être très inférieure à celle mesurée avec le fluide de l'échantillon saturé a conduit à s'interroger sur la représentativité des valeurs mesurées. Comme tout dispositif de mesure des très faibles perméabilités avec un écoulement uni-dimensionnel, des artefacts peuvent biaiser la valeur de perméabilité mesurée. Il s'agit des fuites qui sont censées être réduites, voire corrigées comme lors des mesures réalisées dans cette étude ou d'écoulements préférentiels en particulier au niveau de l'interface entre l'échantillon et le matériau de confinement latéral. En l'occurrence, pour le dispositif expérimental utilisé, il s'agit de la jaquette épaisse en Viton®. La preuve d'une absence d'écoulement au niveau de cette interface est très délicate, voire impossible à apporter, mais un tel écoulement est très souvent suspecté. Pour le banc utilisé la seule vérification possible a été l'utilisation d'échantillons métalliques donc de perméabilité nulle pour mesurer le bruit de fond du dispositif (cf. chapitre 2). La transposition aux échantillons d'argilites n'est pas formellement possible en raison d'une possible différence de rugosité de la surface des échantillons et surtout du fait que la proche surface des échantillons a pu être endommagée lors du carottage et désaturée sur une certaine épaisseur, ce qui constituerait une zone à plus forte perméabilité que la masse de l'échantillon quasi-saturé. La même problématique de représentativité se pose avec la mesure de la perméabilité par injection d'eau où d'une part la différence de composition chimique entre le fluide interstitiel et le fluide de mesure peut influencer la texture du matériau et d'autre part la possibilité d'une augmentation de l'ouverture des microfissures sous l'effet de la forte pression d'injection.

Pour ces différentes raisons, les valeurs mesurées doivent donc être considérées comme des valeurs liées à celles de la perméabilité au gaz *in situ*, mais pas les valeurs *in situ*. De même les variations de perméabilité au gaz mesurées sont indirectement liées à celles *in situ* du fait de la forte contrainte isotrope imposée, 11 MPa, qui est équivalente à l'état de contraintes de

la formation non perturbée, mais qui peut avoir réduit les différences liées à l'endommagement et à la variation du tenseur des contraintes en fonction de la distance au puits.

Par ailleurs, les perméabilités au gaz mesurées des éprouvettes diminuent globalement lors d'un chargement axial et elles augmentent faiblement lors du déchargement, avec au retour aux conditions initiales de contraintes isotropes une irréversibilité de la perméabilité au gaz mesurée. La diminution de la perméabilité peut être expliquée par une compaction de l'éprouvette qui fermerait des microfissures et donc réduirait la porosité effective de l'éprouvette. L'augmentation lors du déchargement serait liée à une réouverture de certaines de ces microfissures. Tout comme pour la perméabilité au gaz mesurée sous contraintes isotropes, il n'est pas possible d'établir si cette réduction est liée à un comportement de la masse de l'éprouvette ou à une évolution du matériau au niveau des faces en contact avec les pierres poreuses en métal fritté qui subirait une compression, voire un poinçonnement en raison de l'absence de déformation latérale suite à la rugosité relative des pierres poreuses.

Inversement, les mesures obtenues pour l'éprouvette EST20567-2 qui a été affecté d'une rupture sous compression sans variation significative, avant l'instant de la rupture, du flux s'écoulant entre les réservoirs montrent que sous le confinement appliqué, même dans le cas de fractures, la perméabilité au gaz ne présente pas une augmentation significative par rapport à un état intact. Ceci peut s'expliquer par la déformabilité du matériau au niveau des surfaces des fractures sous l'effet du fort confinement imposé qui réduirait l'écoulement potentiel du gaz dans les fractures.

En conclusion, les mesures de perméabilité au gaz effectuées avaient pour but de caractériser indirectement l'endommagement dans la zone proche du puits d'accès. L'écoulement potentiel du gaz est lié d'une part à une désaturation du massif et d'autre part à l'existence de microfissures créées par l'endommagement et qui ne seraient pas saturées par le fluide interstitiel. Les valeurs mesurées ne sont pas directement transposables au massif *in situ* en raison d'artefacts qui peuvent entacher leur représentativité (flux parasite, écoulement épidermique latéral) et surtout la valeur élevée de la contrainte isotrope imposée, 11 MPa, mais qui est nécessaire pour utiliser une pression de ligne élevée afin de mesurer de très faibles valeurs de perméabilité,  $10^{-21}$  m<sup>2</sup> et en deçà. Ce niveau de contrainte isotrope a pu réduire le contraste entre les éprouvettes lié à l'endommagement. En tout état de cause, et s'appuyant sur le cas de l'éprouvette rompue, les valeurs de perméabilité au gaz mesurée montrent de très faibles variations entre les éprouvettes, ce qui sous-tendrait une faible extension de l'endommagement tel qu'il a été caractérisé par les mesures *in situ*. Les fortes augmentations de la perméabilité à l'eau mesurées *in situ* n'ont pas été identifiées, soit en raison de l'état quasi-saturé des éprouvettes, soit en raison de la fermeture des micro-fissures à l'origine de cette augmentation.

### **3.3.2 Caractérisation d'endommagement mécanique par la déformabilité**

Dans cette partie, les courbes contraintes déformation sous compression isotrope et sous chargement déviatorique seront exploitées pour procéder à une caractérisation de l'endommagement des éprouvettes testés précédemment. Ces courbes seront aussi rapprochées des valeurs de la perméabilité au gaz mesurée. Le but principal de cette analyse est de caractériser l'endommagement mécanique qui aurait été induit par le chargement déviatorique imposé.

Pour chacun des paliers de chargement, les déplacements axiaux ont été mesurés à l'aide du capteur LDVT (+/- 12,5 mm, linéarité 0,1 %) extérieur au dispositif. Ce capteur mesure les variations de distance entre les deux faces externes des pistons de chargement. Les déplacements mesurés sont donc la somme de la déformation de l'éprouvette ainsi que celui des pierres poreuses (2 x 3 mm) et des pistons de réaction (60 mm) et de chargement (250 mm). Il s'agit donc là d'une mesure brute. Elle a été corrigée pour extraire la déformation de l'éprouvette en retranchant une quantité représentant la part du déplacement lié aux pierres poreuses et aux pistons. Cette quantité a été déterminée à partir de la mesure du déplacement brut pour l'ensemble de la gamme de chargement (0 – 28 MPa) en utilisant comme éprouvette un cylindre de duralumin dont le module de déformation est connu (69 GPa) placé entre les pierres poreuses.

Du fait de l'application de paliers de charge, les courbes déformations-temps et déformations-contraintes comportent des phases de déformations instantanées, lors de l'application des paliers de contrainte et des phases de déformation différées pendant les paliers de charge. Les courbes de déformations instantanées ont été analysées pour déterminer les valeurs du module de déformabilité tangent,  $E$ . Cette caractéristique a été choisie en raison de sa relation directe avec l'endommagement des éprouvettes.

Pour certains essais de longue durée, le fluage est significatif. Il a alors été quantifié par la valeur de la vitesse de la déformation à la fin de chaque palier sur une durée de 1 à 3 jours.

### **3.3.2.1 Éprouvette EST20567-1, la plus éloignée de la paroi (12,45 m)**

La déformation corrigée de la part liée à la cellule lors du cycle chargement-déchargement est représentée sur la *Figure 3-26*. Sur cette courbe on peut noter une perturbation qui correspond à la mise en place de la pression de ligne du gaz.

A partir de cette courbe contrainte-déformation, la valeur du module de Young pour chacun des paliers de contraintes a été déterminée (*Tableau 3-9*).

Lors du chargement déviatorique, le module de déformation augmente légèrement, sa valeur moyenne est d'environ 4000 MPa. On notera que la valeur du module déterminée lors du chargement isotrope est supérieure aux autres valeurs, mais ceci résulte du chargement et de la méthode de calcul qui fait intervenir une valeur théorique du coefficient de Poisson et donc elle ne sera pas analysée pour caractériser l'endommagement pour l'ensemble des essais présentés.

Lors du déchargement, la valeur du module de déformation diminue, mais néanmoins les valeurs lors du déchargement sont plus élevées que lors de chargement. Ceci peut être expliqué par le fait que lors du déchargement, la déformation est plus élastique et que la déformation plastique est bloquée.

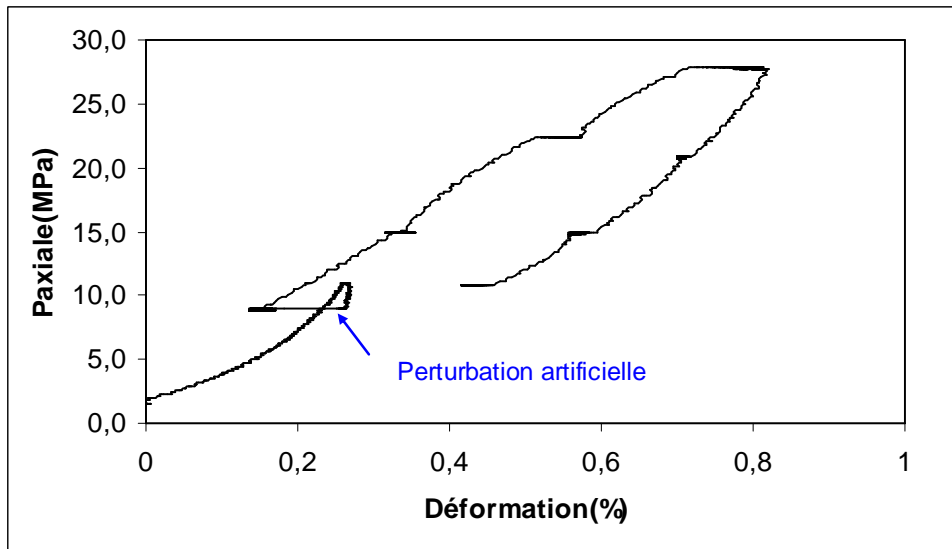


Figure 3-26 : Courbe de la déformation axiale vs la contrainte axiale de EST20567-1

Tableau 3-9 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité au gaz mesurée pour les différents paliers de contraintes

Cycle		Chargement					Déchargement		
Contrainte [MPa]	$P_{axiale}$	0→11	11→9	9→15	15→22	22→28	28→21	21→15	15→11
	$P_{confinement}$	0→11	11→9	9	11	11	11	11	11
E [MPa]		6549		3506	4156	4030	6577	4818	3763
$k_{gaz}$ [ $10^{-21}$ m <sup>2</sup> ]			1,3	1,0	0,8	0,5	0,3	0,2	0,2

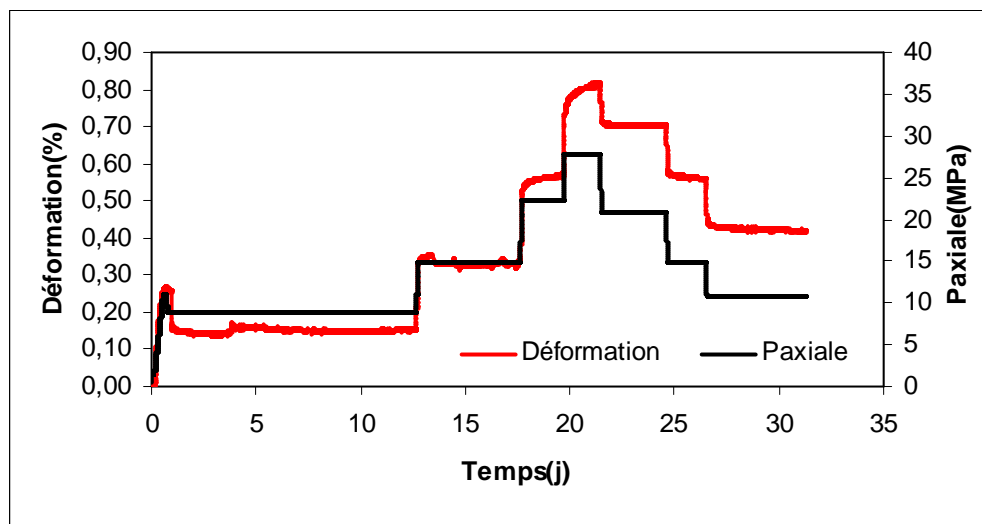


Figure 3-27 : Déformation axiale et contrainte axiale en fonction du temps de EST20567-1

La diminution du module lors du déchargement est apparemment contradictoire avec la relative constance de la perméabilité au gaz mesurée. En fait, la perméabilité ne dépend pas seulement de la porosité, elle dépend aussi à la connectivité des pores. Lors d'un cycle chargement-déchargement, l'augmentation de la porosité libre peut-être compensée par une réduction de la connectivité des pores.

La courbe de déformation en fonction du temps montre que le fluage pour le palier de déviateur égal à 17 MPa est plus important que celui pour le déviateur de 11 MPa. Mais lors du cycle de déchargement, le fluage n'est pas significatif. L'analyse de la déformation pour les derniers jours de ces paliers montre que la vitesse de la déformation est de  $1,3 \cdot 10^{-9} \text{ s}^{-1}$  sous un déviateur de 11 MPa, et de  $2,83 \cdot 10^{-9} \text{ s}^{-1}$  sous un déviateur de 17 MPa.

### 3.3.2.2 Éprouvette EST20567-2, la plus éloignée de la paroi (12,51 m)

La déformation corrigée lors du cycle chargement-déchargement de cette éprouvette est présentée sur la *Figure 3-28* et les valeurs du module de Young déterminées à partir de cette courbe sont regroupées dans le *Tableau 3-10*. Lors du chargement et pour le palier de contrainte axiale égale à 28 MPa, le module de Young présente une diminution qui pourrait traduire une amorce d'endommagement. Mais cet endommagement mécanique n'est pas associable directement à un endommagement des caractéristiques hydrauliques sous la forme d'une augmentation de la perméabilité au gaz mesurée. Ceci signifie que l'endommagement ne se traduit pas par une modification des chemins d'écoulement du gaz et donc que la modification de porosité ne concerne pas la part de porosité non saturée.

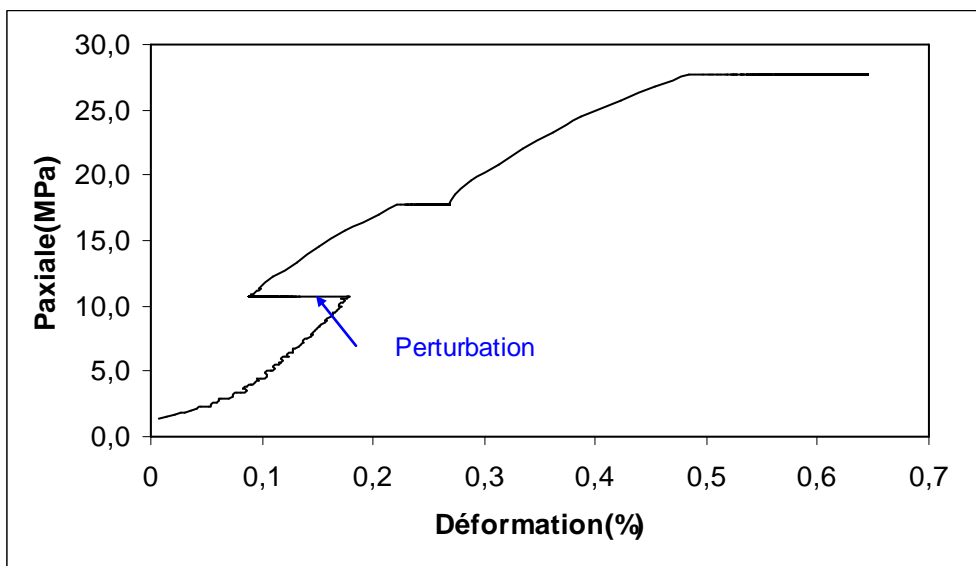


Figure 3-28 : Courbe de la déformation axiale vs la contrainte axiale de EST20567-2

Tableau 3-10 : Valeurs du module de déformation,  $E$ , et de la perméabilité au gaz mesurée,  $k$ , pour les différents incréments de pression imposés à l'éprouvette EST20567-2

cycle		Chargement		
Contraintes [MPa]	$P_{\text{axiale}}$	11	11→18	18→28
	$P_{\text{confinement}}$	11	11	11
$E$ [MPa]		7150	5276	4126
$k_{\text{gaz}}$ [ $10^{-21} \text{ m}^2$ ]		3	2,5	1,5

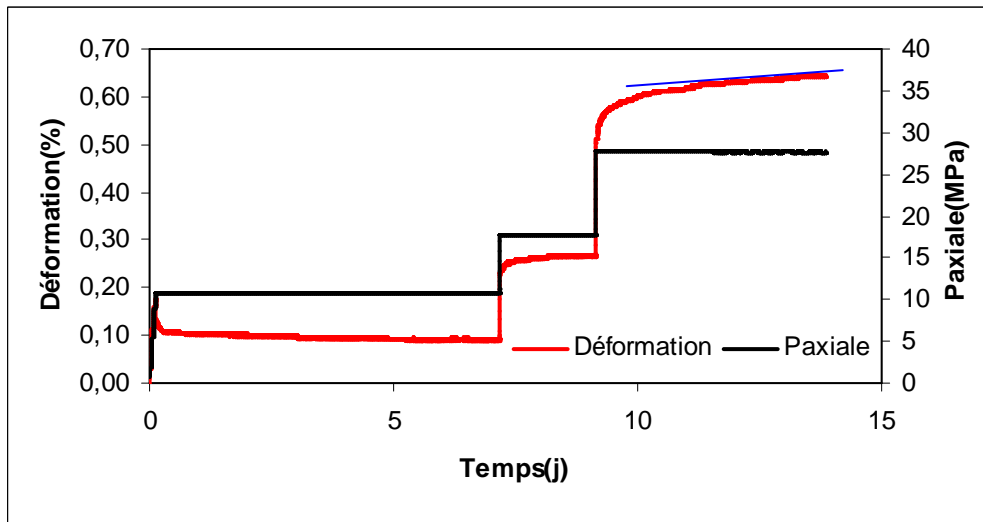


Figure 3-29 : Courbes de la déformation et de la contrainte axiale en fonction du temps

Il apparaît que le fluage pour le palier de contrainte axiale égale à 28 MPa n'est pas stabilisé. Sur les derniers deux jours, la vitesse de déformation est de  $9,3 \cdot 10^{-10} \text{ s}^{-1}$ . A l'issue de cet essai et après démontage de la cellule, il s'était avéré que l'éprouvette s'était fracturée pendant l'essai. Ceci peut expliquer la diminution du module de déformation observée, mais à l'inverse la perméabilité au gaz mesurée n'a pas présenté d'augmentation, au contraire, elle a même diminuée pour le palier à 28 MPa, ce qui confirme la non conductivité hydraulique au gaz de fractures sous fort confinement, 11 MPa en l'occurrence.

### 3.3.2.3 Éprouvette EST20512-1, la plus proche de la paroi (0,45 m)

Lors du démontage de la cellule de perméabilité, il s'est avéré que l'éprouvette présentait deux fractures normales à son axe. Le module de Young déterminée à partir de la courbe contrainte déformation est de 2636 MPa et la déformation maximale est de 0,5 % à l'issue de l'application de la contrainte isotrope de 11 MPa. Donc le mécanisme de la rupture n'est lié pas à une rupture mécanique.

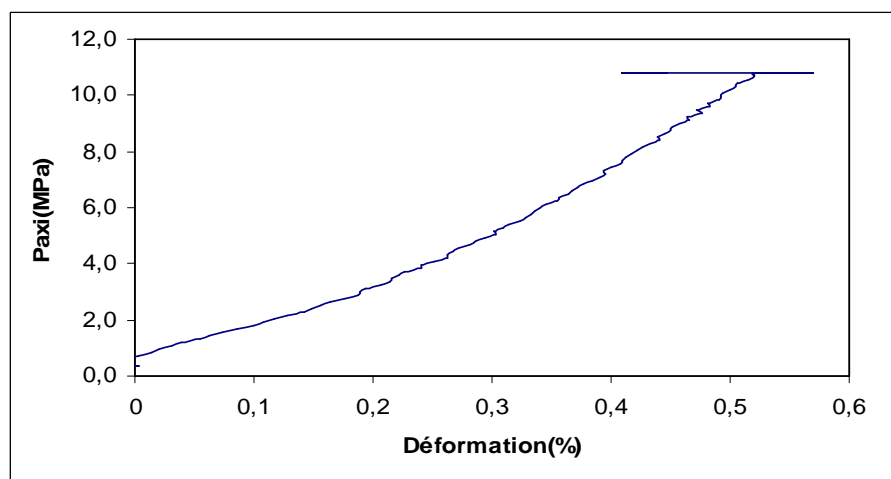


Figure 3-30 : Courbe de la déformation axiale vs contrainte de confinement

### 3.3.2.4 Éprouvette EST20512-2, la plus proche de la paroi (0,52 m)

La déformation corrigée lors du cycle chargement-déchargement est présentée sur la *Figure 3-31* et les valeurs du module de Young sont regroupées dans le *Tableau 3-11*.

La valeur du module lors de la mise sous contraintes isotropes, 9 MPa, est faible bien que l'éprouvette ne présente pas d'indice de rupture. Comme pour l'éprouvette EST20567-1, la valeur du module diminue légèrement lors du chargement et par contre lors du déchargement, il varie très fortement avec une valeur initiale plus importante.

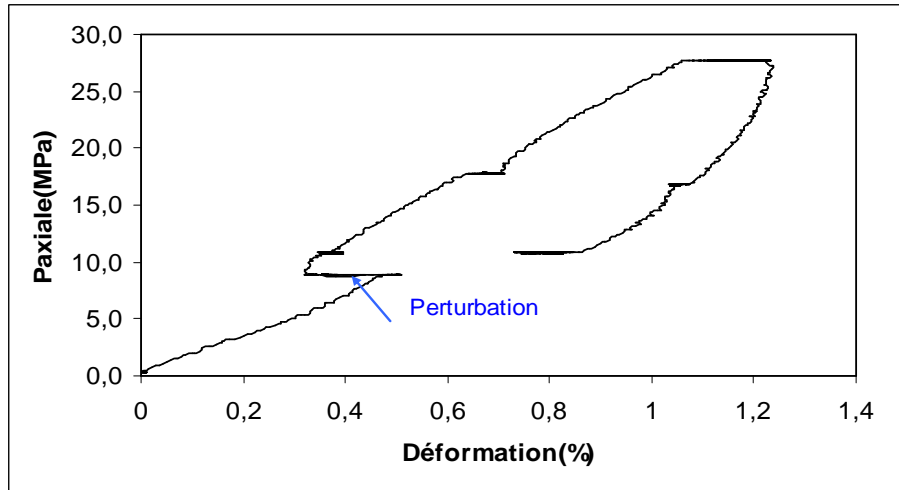


Figure 3-31 : Courbe de la déformation axiale vs la contrainte axiale de EST20512-2

Tableau 3-11 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité pour les différents incréments de pression imposés

Cycle		Chargement				Déchargement	
Contraintes [MPa]	$P_{axi}$	0→9	11	11→18	18→28	28→17	17→11
	$P_{con}$	0→9	11	11	11	11	11
E[MPa]		2171		2639	2573	4734	2310
$k_{gaz}$ [ $10^{-21}$ m <sup>2</sup> ]			1,0	0,7	0,3	0,5	0,6

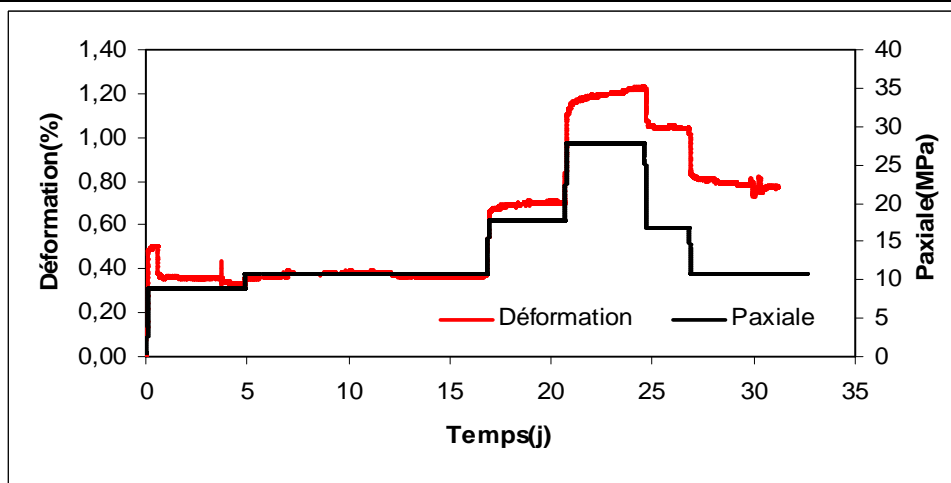


Figure 3-32 : Courbes de la déformation et de la contrainte axiale en fonction du temps de EST20567-2

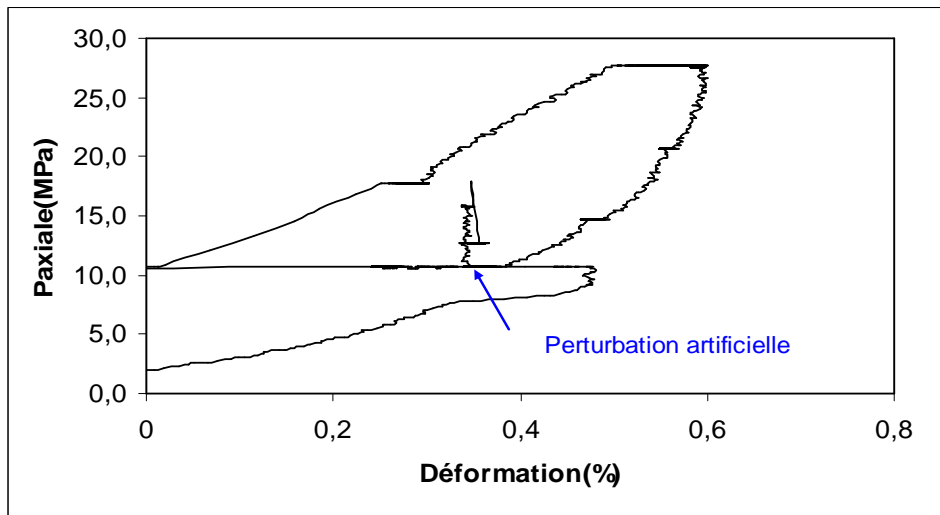
Comme pour les autres éprouvettes, seul pour le palier sous le plus fort déviateur, la phase de déformation présente un caractère non stabilisé avec une vitesse de déformation sur les derniers jours égale à  $1,94.10^{-9} \text{ s}^{-1}$ .

### 3.3.2.5 Éprouvette EST20512-3, la plus proche de la paroi (0,59 m)

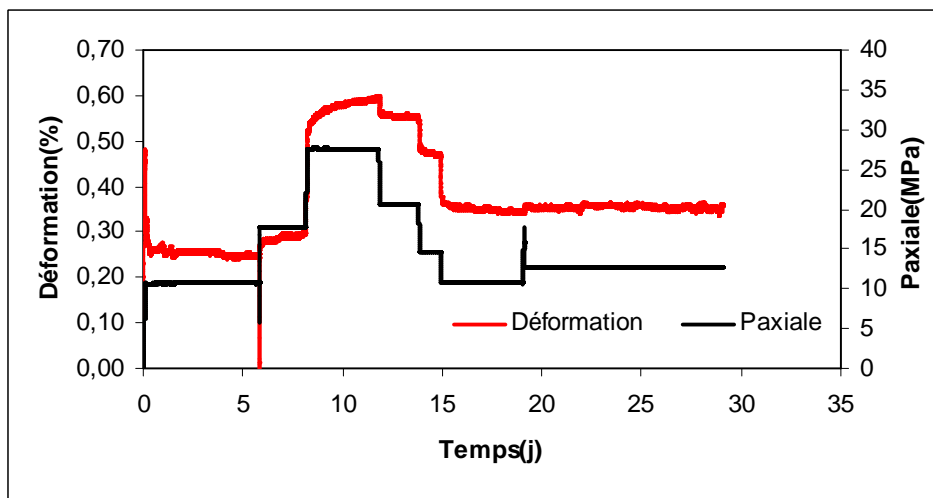
La *Figure 3-33* présente l'évolution de la déformation axiale de cette éprouvette en fonction de la contrainte. On notera que celle-ci a été perturbée en raison d'une chute de la contrainte axiale. A partir de cette courbe, les valeurs du module qui ont été déterminées sont regroupées dans le *Tableau 3-12*.

*Tableau 3-12 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité pour les différents incréments de pression imposés*

Cycle		Chargement			Déchargement		
Contraintes [MPa]	$P_{\text{axi}}$	0→11	11→18	18→28	28→21	21→15	15→11
	$P_{\text{con}}$	0→11	11	11	11	11	11
E[MPa]		1431	3085	4574	18163	8364	4584



*Figure 3-33 : Courbe de la déformation axiale vs la contrainte axiale de EST20512-3*



*Figure 3-34 : Courbes de la déformation et de la contrainte axiale en fonction du temps de EST20512-3*



Le fluage pour le palier sous déviateur de 17 MPa est le plus développé avec une vitesse de déformation de  $13,0 \cdot 10^{-10} \text{ s}^{-1}$  contre  $6,03 \cdot 10^{-10} \text{ s}^{-1}$  sous un déviateur de 7 MPa.

### 3.3.2.6 Éprouvette EST20514-1, proximité immédiate de la paroi (0,10 m)

Les valeurs du module de déformation déterminées à partir de la courbe de déformation axiale (Figure 3-35) sont présentées dans le Tableau 3-13. Elles augmentent lors du chargement et elles ne présentent aucune tendance à l'endommagement bien que cette éprouvette présente à priori l'endommagement potentiel le plus important.

Comme les autres essais, pour le palier avec un déviateur de 17 MPa, le fluage n'est pas stabilisé et sa vitesse pour les dernières 48 heures est de  $5,54 \cdot 10^{-10} \text{ s}^{-1}$ .

Tableau 3-13 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité pour les différents incréments de pression imposés

Cycle		Chargement			Déchargement
Contraintes [MPa]	$P_{axi}$	0→11	11→19	19→28	15→11
	$P_{con}$	0→11	11	11	11
E[MPa]		2374	2638	3713	5922

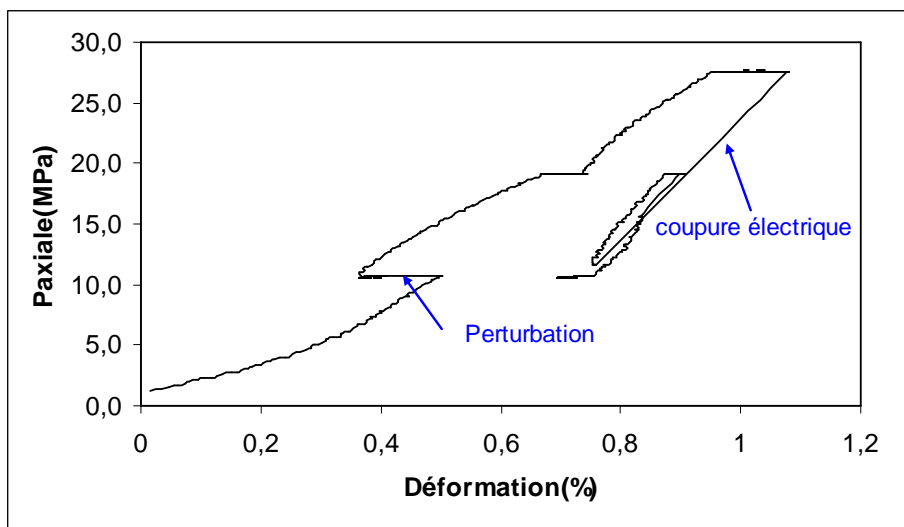


Figure 3-35 : Courbe de la déformation axiale vs la contrainte axiale de EST20514-1

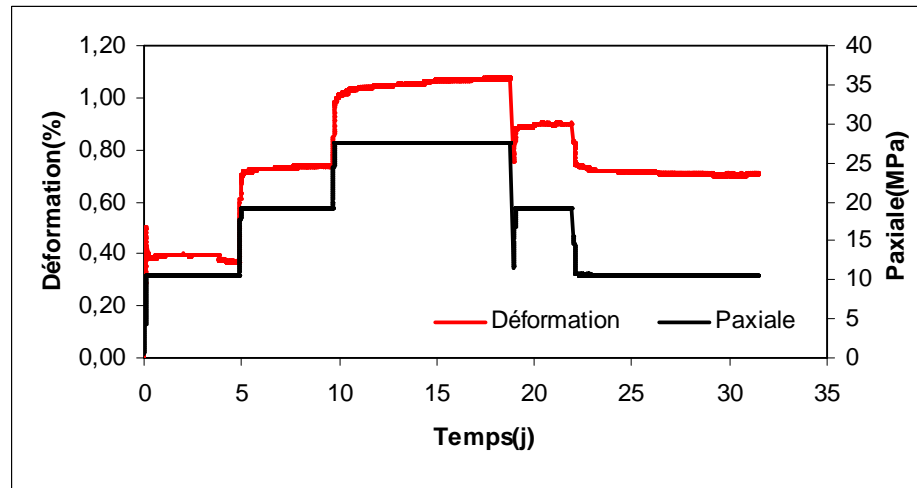


Figure 3-36 : Courbes de la déformation et de la contrainte axiale en fonction du temps de EST20514-1

### 3.3.2.7 Synthèse

Les valeurs du module de déformation axiale pour un même palier de chargement obtenues avec les différentes éprouvettes sont regroupées dans le *Tableau 3-14*. Ces résultats montrent que le module est d'environ 4500 MPa pour la carotte plus éloignée de la paroi (EST20567) et légèrement inférieur à 3000 MPa pour la carotte plus proche de la paroi (EST20512, EST20514). D'après ces valeurs, la variation de l'endommagement est faible, mais il est à noter que ces valeurs ont été acquises sous un confinement de 11 MPa qui a pu réduire l'influence de microfissures créées sous un état de contraintes différent.

Les valeurs du module augmentent légèrement lors du chargement, mais pour certains essais il a été observé une diminution pour la dernière étape de chargement ( $P_{axiale}$  18→28), ce qui peut traduire un dépassement du seuil d'endommagement pour ces éprouvettes. Lors du déchargement, la valeur du module diminue généralement, mais avec une valeur pour le premier déchargement qui est beaucoup plus élevée que celle lors du chargement pour ce même palier. Ceci est conforme à un comportement élastique du matériau.

Tableau 3-14 : Valeurs du module de déformation des différentes éprouvettes lors du premier chargement avec déviateur

Eprouvette	20567-1	20567-2	20512-2	20512-3	20514-1
Distance à la paroi [m]	12,45	12,51	0,52	0,59	0,10
Contraintes [MPa]	$P_{axiale}$	15→22	11→18	11→18	11→19
	$P_{confinnement}$	11	11	11	11
Module E [MPa]	4156	5276	2639	3085	2638

L'ensemble des résultats montre que la déformation maximale des éprouvettes sous une contrainte axiale de 28 MPa et une contrainte de confinement de 11 MPa est d'environ 1%. La part liée au fluage est importante pour le palier du déviateur de 17 MPa. La phase de fluage peut être décrite par une expression donnant l'évolution des déformations en fonction du temps telle que (3.1) :

$$\varepsilon = B \log(t) + C \quad 3.1$$

Où  $\varepsilon$  est la déformation ; B et C sont deux paramètres fonction de l'état de contrainte appliqué et B caractérise l'évolution de la déformation en fonction du temps.

La phase de fluage des éprouvettes peut être aussi caractérisée par la vitesse de déformation sur le dernier jour du palier (*Tableau 3-15*).

Les valeurs du coefficient B des éprouvettes sont dispersées avec une valeur moyenne de  $0,040 \text{ \%} \cdot \text{j}^{-1}$ . La vitesse de la déformation varie entre  $10^{-9}$  et  $10^{-10} \text{ s}^{-1}$  et elle tendrait à être plus faible pour les éprouvettes les plus proches de la paroi. Ceci signifie que l'endommagement des éprouvettes éloignées de la paroi est moins important et que les argilites du site MHM présentent un fluage significatif. Ces valeurs de vitesse de la déformation à court terme sont cohérentes avec les résultats antérieurs (Su, 2005). En considérant la dispersion de ces données, des essais supplémentaires seraient nécessaires pour caractériser le fluage de ces éprouvettes d'argilites de MHM avec en particulier des paliers de plus longues durées.

*Tableau 3-15 : Vitesse de la déformation différée sous un déviateur de 17 MPa et déformation maximale à la fin du chargement*

Eprouvette	20567-1	20567-2	20548-5	20512-2	20512-3	20514-1
Distance à la paroi	12,45	12,51	4,39 <sup>(1)</sup>	0,52	0,59	0,10
B [ $\% \cdot \text{j}^{-1}$ ]	0,046	0,055	0,034	0,060	0,038	0,043
Vitesse de la déformation [ $10^{-10} \text{ s}^{-1}$ ]	28,3	6,6	8,8	19,4	13,0	3,2
Déformation maximale [%]	0,81	0,64	0,66	1,23	0,60	1,08

<sup>(1)</sup> carotte présentée dans chapitre 4 )

### 3.3.3 La vitesse des ondes ultrasonores

À l'aide d'un banc de mesure spécifique (type LCP), des mesures de la vitesse des ondes ultrasonores ont été réalisées suivant la direction longitudinale des éprouvettes. Pour éviter la dessiccation superficielle des éprouvettes et parfaire le couplage capteur-éprouvette, les éprouvettes ont été enveloppées avec du Parafilm<sup>®</sup> pendant la mesure. L'ensemble des mesures est présenté dans le *Tableau 3-16*.

*Tableau 3-16 : Vitesses des ondes ultrasonores mesurées sur les éprouvettes*

Eprouvette	20514-1	20512-2	20512-3	20567-1	20567-3	12491-1
Distance à la paroi	0,10	0,52	0,59	12,45	12,56	-
Vp [ $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ ] avant essai				3037	3468	3101
Vp [ $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ ] après essai	2647	3210	3275	2994		

Les valeurs des vitesses des ondes ultrasonores sont comprises entre 2600 et 3500  $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ . Elles sont relativement conformes avec celles obtenues *in situ* (2785 et 3673  $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ ). En reportant les différentes valeurs déterminées en fonction de la carotte, donc de la distance à la paroi et en fonction de l'état de l'éprouvette, il apparaît que :

- les vitesses présentent une légère diminution entre la carotte de référence et les carottes proches du parement. Cet écart est cependant du même ordre de grandeur que la dispersion observée entre deux éprouvettes de la même carotte. Cette tendance aurait demandé à être validée avec des mesures complémentaires, mais ce qui n'était

- pas possible en raison du faible nombre d'éprouvettes disponibles et du risque d'une dessiccation des éprouvettes malgré leur enveloppe de Parafilm<sup>®</sup> ;
- les valeurs de vitesse mesurée après essai, donc après le chargement, sont proches de celles mesurées avant l'essai de mesure de perméabilité au gaz. La faible variation de la vitesse des ondes ultrasonores avant et après un essai confirme que d'une part l'état de saturation de l'éprouvette ne varie pas suite aux variations de pression du gaz et à son écoulement dans l'éprouvette et que d'autre part le niveau de contraintes isotropes imposé n'induit pas d'endommagement notable des éprouvettes.

### 3.3.4 Microstructure des argilites

La très faible perméabilité des argilites est étroitement liée à sa microstructure, qui a été étudiée par la porosimétrie au mercure sur des morceaux intacts de carottes (EST20514, EST20512, EST20567, EST12491). En considérant que les minéraux des argilites (principalement les smectites) sont sensibles à l'eau, la lyophilisation a été utilisée plutôt qu'un séchage à haute température (105°C) pour préparer les échantillons secs. Pour valider ce choix, ces deux méthodes ainsi qu'un simple séchage à l'air en condition ambiante ont été réalisés sur des éprouvettes de la carotte EST20567. Les courbes de porosimétrie au mercure obtenues suivant ces trois méthodes sont présentées sur la *Figure 3-37*. Elles présentent globalement une distribution similaire de la taille d'accès de pore pour ces trois méthodes de préparation : la famille principale d'accès de pores se situe entre 20 et 50 nm, ce qui est cohérent avec la *Figure 1-12* présentée lors de l'analyse bibliographique concernant ce matériau. La principale différence porte sur la porosité injectée qui est de 12,7 %, 12,0 %, et 11,9 %, correspondant respectivement à un séchage par lyophilisation, à l'étuve et à l'air. Le faible pourcentage des méso-pores pour les deux dernières méthodes par rapport à la méthode lyophilisation est lié au retrait lors du séchage par les deux autres méthodes. Afin d'éviter ces modifications texturales lors du séchage en étuve ou à l'air, l'ensemble des éprouvettes analysées ont été préparées par lyophilisation.

L'analyse de la répartition des tailles d'accès de pores des différentes éprouvettes intactes issues des carottes étudiées est synthétisée dans le *Tableau 3-17*. Il apparaît que la porosité injectée par le mercure (12 % environ) est inférieure à la porosité totale (18 %) et que le pourcentage de porosité injectée entre 20 nm et 50nm est d'environ 50 %. Globalement il n'apparaît pas de variation significative (*Figure 3-38*) sauf pour l'éprouvette de EST20512. Ceci est cohérent avec les mesures de perméabilité au gaz qui ne présentent pas une grande variation entre l'éprouvette plus proche de la paroi et celle la plus éloignée. On notera que l'éprouvette de la carotte EST20512 est proche de son extrémité et il est donc possible qu'elle ne soit pas représentative de l'état du matériau in situ lors de la mesure de la perméabilité.

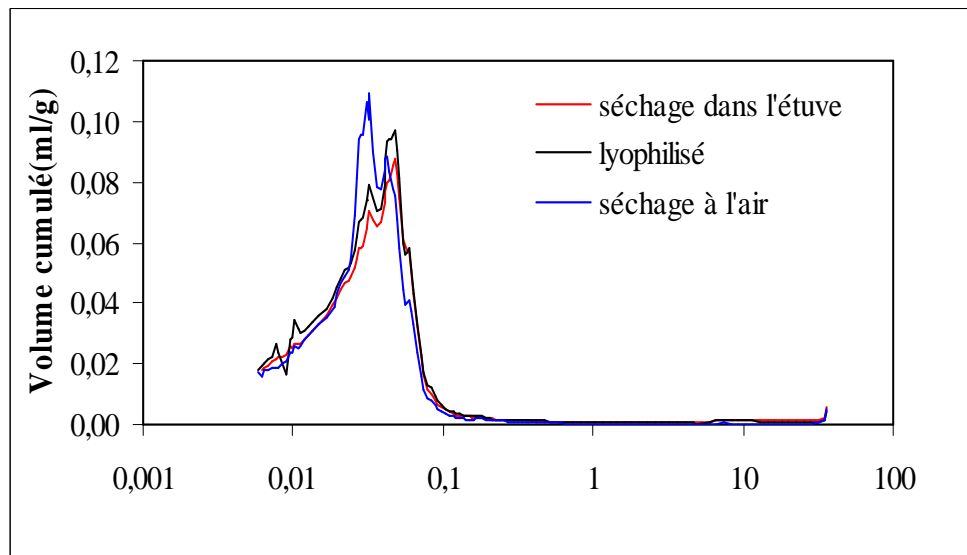
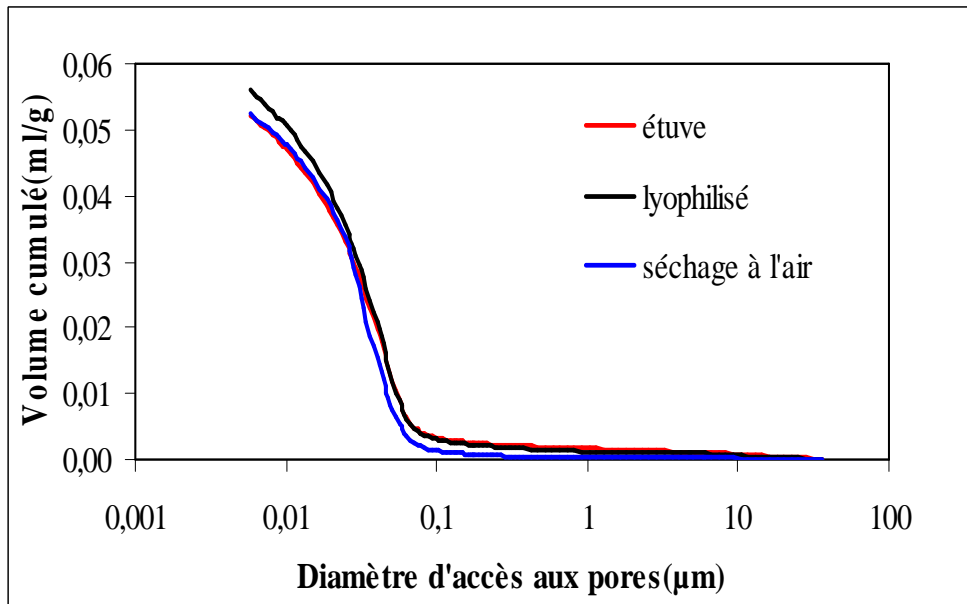


Figure 3-37: Courbes de porosimétrie au mercure d'une éprouvette de EST20567 séchée par trois méthode : étuve à 105°C, à l'air et par lyophilisation

Tableau 3-17 : Pourcentages de porosité totale et injectée et tailles d'accès de pores des éprouvettes

Eprouvette		EST20567 intacte	EST20567 cassée	EST20512 intacte	EST20514 Intacte
Distance à la paroi(m)		12,56	12,51	0,59	0,17
Porosité totale [%]		17,8	17,8	17,7	17,2
Porosité de mercure [%]		12,7	12,3	12,1	12,5
Pourcentage de volume cumulé	> 100 nm	5,4	6,9	9,0	4,6
	de 100 à 50nm	16,5	24,1	22,8	13,9
	de 50 à 20nm	49,4	42,0	43,1	52,3
	de 20 à 10nm	19,5	18,3	17,0	19,0
	< 10 nm	9,2	8,7	8,1	10,2

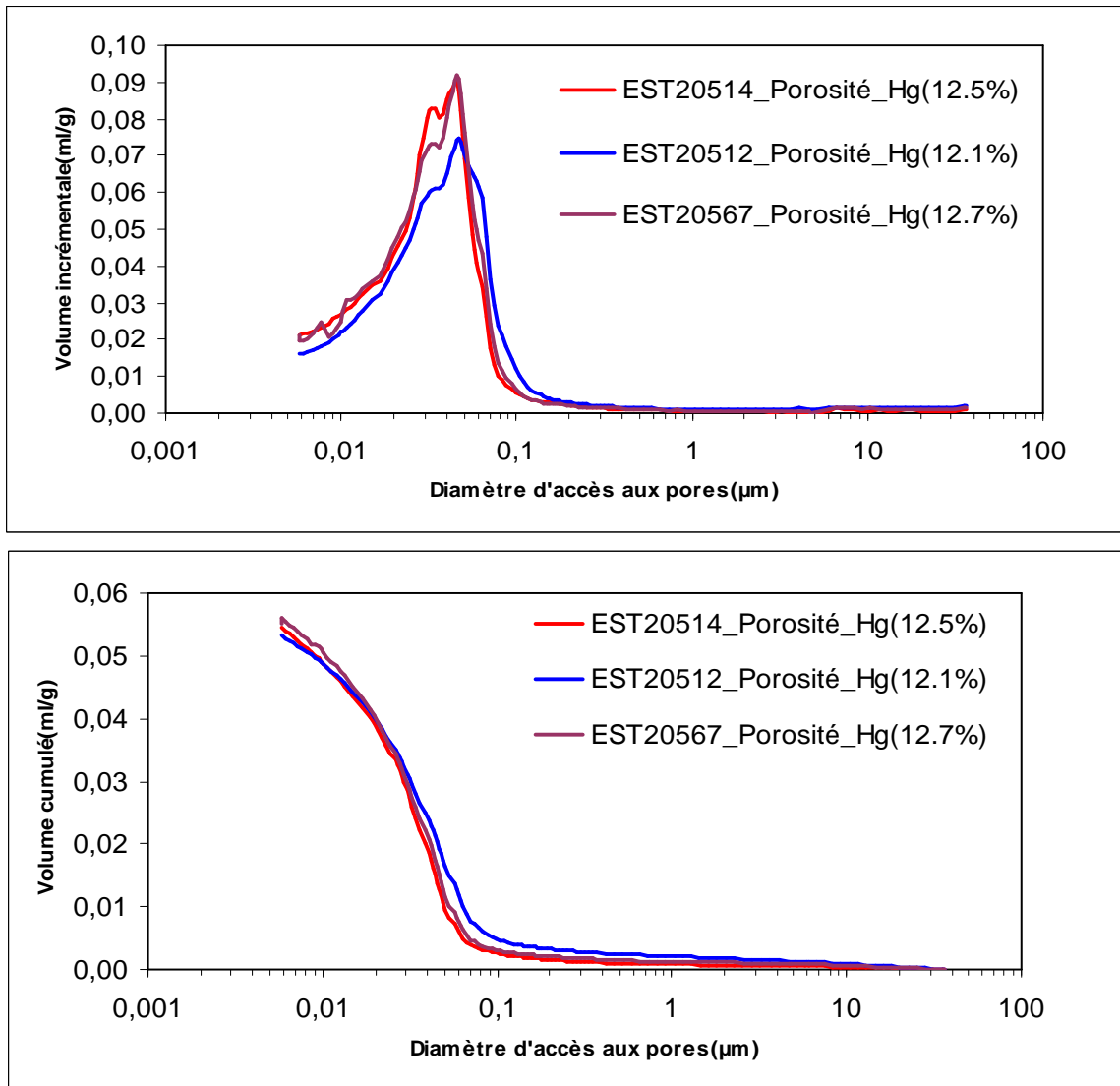


Figure 3-38 : Distributions de la taille d'accès des pores des différentes carottes à l'état intact

Une sous-éprouvette de EST20567-2 qui s'était cassé lors de chargement pendant la mesure de la perméabilité, a aussi caractérisé par la porosimétre au mercure et comparé avec la courbe d'une éprouvette intacte de EST20567 (Figure 3-39). Même si les courbes de porosimétrie au mercure ne présentent pas de différences évidentes, le pourcentage des grands pores est plus importante et tandis que celui des mésopores est plus faible. La porosité injectée par le mercure pour l'éprouvette cassé est de 12,3 %, ce qui est inférieur à celle de l'éprouvette intacte. Cette légère diminution peut être attribuée à une compaction d'éprouvette sous l'effet du chargement mais la rupture devant conduire à une dilatance, elle peut aussi avoir pour origine une variabilité des échantillons. Plusieurs mesures sous différents trajets de chargement seraient nécessaire pour confirmer ces conclusions.

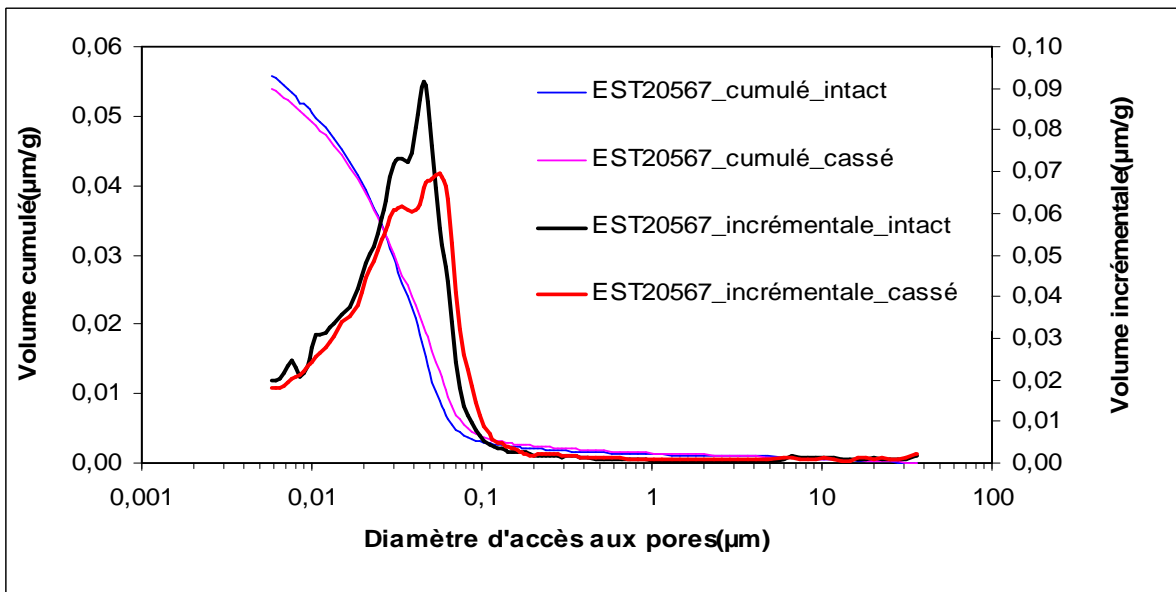


Figure 3-39 : Comparaison des courbes des porosimétrie au mercure d'une éprouvette intacte et d'une éprouvette cassée lors de la mesure de la perméabilité de la carotte EST20567

### 3.4 Discussions

Dans cette partie, divers phénomènes constatés lors des mesures sur éprouvettes, tels que la pression d'entrée, la rupture des éprouvettes, la variation du degré de saturation pendant les mesures et la contribution de la dissolution de gaz à la mesure de la perméabilité seront exposés et discutés.

#### 3.4.1 Pression d'entrée du gaz

Une tentative de mesure de la pression d'entrée de gaz a été réalisée sur l'éprouvette EST20567-1 à l'issue de la mesure de perméabilité. Pour cela la pression de gaz a été d'abord réduite à 1 MPa. Puis la face et le réservoir aval ont été isolés et la pression de gaz à l'amont a été augmentée avec une vitesse de l'ordre de  $0,333 \text{ MPa}\cdot\text{h}^{-1}$  jusqu'à 8,1 MPa en utilisant un débitmètre massique (Figure 3-40). Il y a donc eu une différence de pression de 7 MPa entre les deux faces d'éprouvette. Aucune modification de la croissance de la pression amont n'a pu être mise en évidence, ce qui aurait pu traduire une percée du gaz à travers l'éprouvette. La pression aval quant à elle a augmenté régulièrement avec une très faible vitesse ( $3,75 \cdot 10^{-4} \text{ MPa}\cdot\text{h}^{-1}$ ). Ceci traduirait un flux indépendant de la pression amont et serait plus à mettre en relation avec le processus engendrant le flux parasite observé lors de la mesure de la perméabilité.

Pour tenter d'observer une percée du gaz, la pression aval a été réduite à la valeur de la pression atmosphérique et la pression amont réduite à 7 MPa afin de conserver la même différence de pression entre les deux faces. Puis la pression amont a été augmentée jusqu'à 9 MPa avec la même vitesse. Aucune identification formelle d'une percée du gaz n'a été observée. Donc apparemment, sous une contrainte isotrope de 12,5 MPa, la pression de percée du gaz serait supérieure à 9 MPa. Dans le dossier 2005 de l'ANDRA, il est présenté que la pression d'entrée des argilites du site de Meuse/Haute-Marne est comprise entre 9 et 12 MPa.

Pendant toute la mesure, la contrainte isotrope a été progressivement augmentée jusqu'à 12,5 MPa afin que la différence entre la pression du gaz et la pression de confinement soit supérieure à 3 MPa.

Les deux paliers de pression amont constante peuvent être considérés comme des paliers d'un essai de mesure de la perméabilité suivant la méthode du pulse-test. Des valeurs de la perméabilité ont été déterminées en considérant soit la décroissance de la pression amont, soit la croissance de la pression aval, car en raison de la forte différence de pression, le capteur différentiel de précision ne pouvait être utilisé. Les valeurs déterminées avec la courbe de pression amont sont deux fois plus importantes que celles déterminées avec la variation de la pression aval (Tableau 3-18). Ceci pose à nouveau la question d'un flux parasite expliquant cette différence entre flux amont et flux aval. Les valeurs déterminées sont globalement dix fois plus faibles que lors du dernier palier. Cette réduction de perméabilité peut aussi bien être liée à une réduction effectivement de la perméabilité suite à l'augmentation de la contrainte de confinement (12,5 MPa au lieu de 11 MPa) mais aussi à une non linéarité des flux pour de très forts gradients de pression de gaz et aussi pour de faibles pressions locales (effet Klinkenberg). Comme toute expérience de mesure de la perméabilité, la vérification de l'indépendance de la valeur mesurée avec le gradient de pression imposé aurait dû être vérifiée. Pour ne pas prolonger plus longtemps cet essai, ceci n'a pas été effectué. Donc ces valeurs de perméabilités obtenues avec de très forts incréments doivent être tenues comme très indicatives.

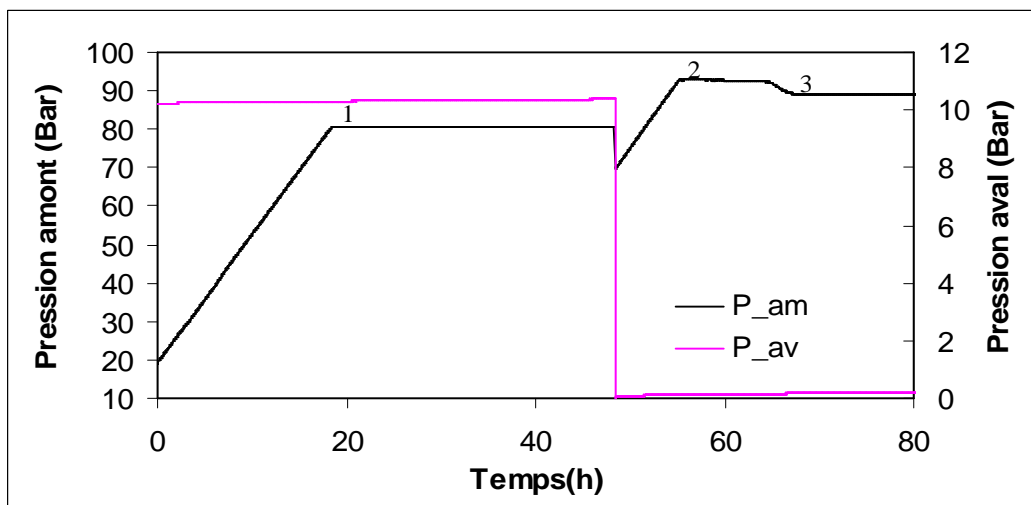


Figure 3-40 : Evolution des pressions amont et aval pour les trois paliers de l'essai de percée du gaz

Tableau 3-18 : Valeurs de la perméabilité déterminées avec de forts incréments de pression

Pressions de gaz initiales [MPa]	Perméabilité [m <sup>2</sup> ] (pression amont)	Perméabilité [m <sup>2</sup> ] (pression aval)
P <sub>amont</sub> = 8,07 P <sub>aval</sub> = 1,03	4,5 - 6,6 10 <sup>-23</sup>	2,1 - 2,5 10 <sup>-23</sup>
P <sub>amont</sub> = 8,90 P <sub>aval</sub> = 0,018	2,1 - 2,4 10 <sup>-23</sup>	1,5 - 1,7 10 <sup>-23</sup>
P <sub>amont</sub> = 8,87 P <sub>aval</sub> = 0,035	2,0 - 2,3 10 <sup>-23</sup>	1,1 - 1,7 10 <sup>-23</sup>



### 3.4.2 Rupture des éprouvettes

Les éprouvettes EST20512-1 et EST20567-2 ont été rompues pendant les essais de mesure de la perméabilité, même si elles présentaient un aspect homogène et étaient exemptes de traces de fissures ou de discontinuités à l'échelle de l'éprouvette.

La première éprouvette présentait deux fractures, vers ses extrémités, qui reprenaient des plans de stratification (*Figure 3-41*). L'examen des surfaces de ces fractures n'a pas permis d'identifier des éléments grossiers ou particuliers qui auraient initié ces fractures.



*Figure 3-41 : Vue de l'éprouvette EST20512-1 après essai*

L'examen de la courbe de déformation (*Figure 3-30*) ne permet pas plus d'identifier, de façon évidente une différence de comportement permettant d'explicitier les conditions de développement de cette fracture. En l'absence d'éléments probants, cette rupture a été attribuée à un défaut de placement des disques poreux ou de parallélisme de faces qu'il n'est pas possible de contrôler après rupture.

La deuxième éprouvette présente un état de rupture typique d'une rupture en compression (

*Figure 3-42*). Pour cette éprouvette il n'a pas non plus été possible de localiser la rupture sur les courbes de déformation (*Figure 3-28*).

Du fait de sa position éloignée de la paroi (12,51 m), cette éprouvette avait été choisie comme un représentant de la carotte de référence avec un endommagement potentiel nul. Il est donc surprenant que la rupture soit intervenue sous un si faible déviateur (~9 MPa). A nouveau une cause liée au placement de l'éprouvette dans la cellule peut être invoquée mais pas identifiée avec certitude.

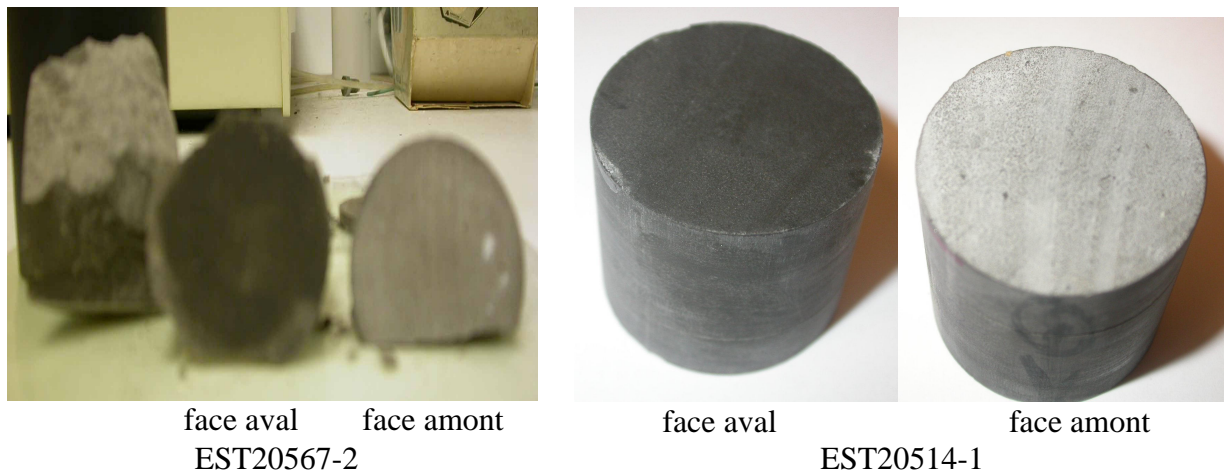


*Figure 3-42 : Vue de l'éprouvette EST20567-2 après essai*

Néanmoins que ce soit l'éprouvette EST20512-1 ou l'éprouvette EST20567-2, aucune modification importante de la perméabilité mesurée ou de l'évolution des pressions amont et aval n'a été mise en évidence. Ceci démontrerait que sous un confinement de 11 MPa, d'éventuelles fissures qui se formeraient sous contraintes ne conduiraient pas à une modification très importante de la perméabilité au gaz. Dans le cas de la première éprouvette où les fractures sont normales à la direction d'écoulement, ce résultat n'est pas surprenant en ce sens que le gaz doit forcément s'écouler à travers une section de matériau intact, mais dans le cas de la seconde éprouvette où les fractures joignent les faces des extrémités, ce résultat est plus surprenant.

### 3.4.3 Evaluation de l'eau déplacée pendant l'essai

La face aval des certaines éprouvettes après essai apparaissait plus humide que la face amont, laquelle semblait plus sèche que la surface latérale (*Figure 3-43*). Cette assertion se fondait sur la différence de couleur, face aval plus sombre que la surface latérale de l'éprouvette, et de toucher entre les deux faces.



*Figure 3-43 : Différences de tonalité des faces d'éprouvettes après essai liées à leur humidité.*

Un bilan de masse précis a été établi pour l'essai EST20514-1 : la variation de masse de l'éprouvette avant et après essai était égale à 0,0848 g.

La variation de masse des disques de métal fritté faisant office de « pierre poreuse » a aussi été établie par pesée après passage à l'étuve à 105°C :

Disque amont : 0,0061 g

Disque aval : 0,0877 g

Bien que les disques soient supposés secs initialement, la très faible variation de masse du disque amont, observée après étuvage à 105°C, peut être rattachée à l'absorption de l'humidité relative ambiante avant la mise en place de l'essai, ainsi qu'à leur manipulation (humidité des doigts de l'expérimentateur). Celle du disque aval est beaucoup plus importante et il est donc possible de postuler qu'elle résulte d'un transfert de masse d'eau entre l'éprouvette et le disque aval. Cette conclusion est confortée par les valeurs très proches

mesurées pour la perte de masse de l'éprouvette et le gain de masse du disque aval ; leur différence étant de l'ordre de 3 mg.

Ces observations et ce bilan de masse montrent que le fluide interstitiel serait mobile dans les conditions de mesure à savoir une pression de gaz de l'ordre de 6 MPa et une différence de pression entre les face amont et aval de l'ordre de 0,35 MPa maintenue sur de longues durées (35 jours et plus).

Plusieurs hypothèse peuvent expliquer un transfert de masse d'eau telles que la réduction du volume poreux de l'éprouvette sous l'effet des contraintes imposées, l'échange de l'eau entre la phase liquide et la phase vapeur ou la convection sous l'effet du gradient de pression. Les deux premiers mécanismes devraient engendrer une distribution symétrique de l'eau dans les pierres poreuses, ce qui est contraire aux observations. Donc seule la dernière hypothèse a été évaluée.

Son évaluation repose sur l'hypothèse que le fluide interstitiel est soumis à un gradient de pression déterminé par la différence de pression entre les deux réservoirs. Le flux de masse d'eau peut alors se calculer à partir de la loi de Darcy sous réserve de connaître la perméabilité à l'eau de l'éprouvette. Ces conditions font abstraction de la condition de pression capillaire au niveau des faces de l'éprouvette. Ceci peut être, en partie justifié au niveau de la pression amont où la pression du gaz est de l'ordre de 6 MPa et donc dans le domaine possible des valeurs de pression d'entrée de gaz, ce qui permettrait un déplacement de l'eau par le gaz. Par contre à l'aval, la même pression devrait limiter le flux d'eau, car la pression de gaz s'exerçant sur l'eau imposera à celle-ci sa pression et donc augmenterait la pression interne du fluide interstitiel et par là même réduirait la différence de pression au niveau de la face amont.

Pour réaliser cette évaluation, les valeurs suivantes des paramètres ont été considérées : une hauteur et un diamètre de l'éprouvette égaux à  $L = 36,1$  mm,  $D = 39,96$  mm; une porosité égale à 17,3 % et une valeur de la viscosité dynamique de l'eau à 30°C égale à  $0,798 \cdot 10^{-3}$  Pa.s.

La durée totale de l'essai avec une différence de pression moyenne de 0,35 MPa, a été de 650 h. A partir des équations (3.2 et 3.3) et en considérant une perméabilité globale de l'éprouvette de l'ordre de  $10^{-21}$  m<sup>2</sup>, le volume de l'eau déplacée par le gaz est de l'ordre de 0,035 cm<sup>3</sup>, soit environ 40 % des valeurs de perte de masse de l'éprouvette ou du gain de masse du disque poreux aval. Ceci est du même ordre de grandeur que celui associé à l'incertitude sur la valeur de perméabilité effective à l'eau de l'éprouvette qui permet de relier ces changements de masse à une mobilisation du fluide interstitiel par le gradient de pression.

$$\frac{Q}{A} = \frac{k}{\mu} \cdot \frac{\Delta P}{L} \quad 3.2$$

$$\Delta m = \rho \cdot Q \cdot \Delta t \quad 3.3$$

Du fluide interstitiel expulsé suite à la réduction du volume sous l'effet de la contrainte ou un transfert du fluide interstitiel en phase vapeur dans les réservoirs de mesure devraient se répartir symétriquement dans les deux disques poreux. L'asymétrie des variations de masse entre les deux disques conduit à donner un rôle significatif à un déplacement du fluide interstitiel sous l'effet du gradient de pression imposé.

### 3.4.4 Evaluation de la contribution d'une diffusion du gaz dans l'eau

L'absence de stabilisation de la pression du gaz à l'issue de longues périodes, la mise en évidence d'un flux parasite et la mobilité du fluide interstitiel ont conduit à s'interroger sur la contribution d'une diffusion du gaz dans le fluide interstitiel sur les transferts de masse observés et la mesure de la perméabilité. Ceci a été réalisé au travers d'un examen du processus de la diffusion du gaz dans le fluide interstitiel dans les conditions de mesure, puis à une simulation de ce mode de transport durant la période de stabilisation et pendant un incrément de pression.

#### 3.4.4.1 L'équation diffusion de gaz et les conditions

En considérant que le coefficient de diffusion est constant, le transfert de gaz par diffusion dans l'eau dans l'éprouvette de porosité  $n$  peut s'écrire sous une forme unidimensionnelle à partir de la seconde loi de Fick :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = -D_a \cdot \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad 3.4$$

avec  $C$  : concentration molaire de gaz dissous en milieu poreux, [mol.m<sup>-3</sup>] ;

$D_a$  : coefficient de diffusion apparent ; ce coefficient prend essentiellement en compte l'effet de la porosité (passage de la concentration en gaz dissous dans le fluide interstitiel à la concentration en gaz par unité de volume), [m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>].

La concentration de gaz est supposée initialement nulle dans l'éprouvette et la concentration en gaz dissous. Au niveau des deux faces elle est supposée imposée par la pression du gaz où la relation entre pression du gaz et concentration est définie par la loi de Henry :

$$C = \frac{P_g \cdot \rho^l}{K_h} \cdot n \quad 3.5$$

avec :  $P_g$  : pression de gaz [Pa] ;

$\rho^l$  : densité molaire du fluide interstitiel [mol.m<sup>-3</sup>] ;

$K_h$  : coefficient de Henry [Pa].

Donc les conditions initiales s'écrivent ( $0 \leq x \leq l$ ) :

$$\begin{aligned} C(x=0, t=0) &= \frac{P_{am} \cdot \rho^l}{K_h} \cdot n \\ C(x>0, t=0) &= 0 \\ C(x=L, t=0) &= \frac{P_{av} \cdot \rho^l}{K_h} \cdot n \end{aligned} \quad 3.6$$

Les conditions limites s'expriment par les formules suivantes :

$$\begin{aligned} \frac{\partial P_{am}}{\partial t} &= \frac{A \cdot D_a \cdot M_m}{\rho_{am} \beta V_{am}} \cdot \left( \frac{\partial C}{\partial x} \right)_{x=0} \\ \frac{\partial P_{av}}{\partial t} &= -\frac{A \cdot D_a \cdot M_m}{\rho_{av} \beta V_{av}} \cdot \left( \frac{\partial C}{\partial x} \right)_{x=L} \end{aligned} \quad 3.7$$

avec  $M_m$  masse molaire du gaz [ $\text{g.mol}^{-1}$ ] ;  $\beta$  coefficient de compressibilité du gaz [ $\text{Pa}^{-1}$ ] ;  $\rho$  masse volumique du gaz [ $\text{g.cm}^{-3}$ ],  $A$  section de l'éprouvette [ $\text{m}^2$ ].

### 3.4.4.2 Simulation numérique

Bien que des solutions analytiques exactes ou approchées existent, le modèle développé pour interpréter les essais de perméabilité au gaz a été préféré. Il a été modifié pour prendre en compte la diffusion et permettre la simulation de scénarios de pression imposée aux faces de l'éprouvette complexes

Les valeurs des différents paramètres (géométrie du dispositif, caractéristiques de l'éprouvette, propriétés du gaz et conditions expérimentales) sont groupées dans le *Tableau 3-19*.

A partir de la loi de Henry, il est possible d'estimer la quantité maximale de gaz dissous dans le fluide interstitiel (eau) pour la pression de gaz imposée. Elle est égale à  $0,243 \cdot 10^{-3}$  mol pour les conditions expérimentales définies ci-dessus. En considérant une pression égale dans les deux réservoirs à l'équilibre, ce nombre de molécules de gaz correspond à une diminution relative de la pression dans les réservoirs égale à 0,241 %, soit une diminution absolue de  $1,4375 \cdot 10^{-2}$  MPa.

La simulation du transfert du gaz depuis les réservoirs vers le fluide interstitiel montre que la concentration moyenne en gaz dissous augmente de façon amortie et qu'elle tend vers la valeur maximale calculée ci-dessus. Cette quantité est d'environ 80 % de la quantité maximale après une durée de 80 h de mise en pression des réservoirs pour les conditions au-dessus. Donc la contribution de la dissolution de gaz en eau pendant la phase d'uniformisation est limitée et la diminution de la pression est seulement de  $1,43 \cdot 10^{-2}$  MPa, et sa durée est au maximum d'une semaine.

Il est à noter que la valeur du coefficient de diffusion apparent utilisé ici est largement supérieure à celles établies pour les argilites du site de Meuse-Haute-Marne. Ces dernières sont de l'ordre de  $5 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  pour les anions et  $2,5 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  pour les cations (rapport C.N.E). Rebour (1995) a déterminé, pour une marne argileuse du Callovo-Oxfordien, une valeur du coefficient de diffusion moléculaire apparent de l'hélium, en phase dissoute, égale à  $5 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ . La valeur du coefficient de diffusion ne change que la durée de diffusion du gaz dans le fluide interstitiel, mais pas la quantité totale. Une plus faible valeur du coefficient de diffusion induit seulement une plus longue durée pour atteindre l'équilibre.

*Tableau 3-19 : Valeurs des paramètres pour la simulation numérique de la diffusion du gaz dissous dans le fluide interstitiel.*

$L$ [mm]	$D$ [mm]	n [%]	$V_{am}$ [ $\text{cm}^3$ ]	$V_{av}$ [ $\text{cm}^3$ ]	$P_{am}$ [MPa]	$P_{av}$ [MPa]
38,14	39,74	14	17,2	25,6	5,950	5,950
$D_a$ [ $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ]	$K_h$ [GPa]	$M_m$ [ $\text{g.mol}^{-1}$ ]	$B$ [ $\text{Pa}^{-1}$ ]	$\rho'$ [ $\text{mol.m}^{-3}$ ]	$R$ [ $\text{J.K}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1}$ ]	$T$ [ $^{\circ}\text{C}$ ]
$10^{-9}$	9	39,95	$1,67 \cdot 10^{-7}$	$5,56 \cdot 10^4$	8,314	32

Note :  $L$  longueur de l'éprouvette ;  $D$  diamètre de l'éprouvette ; n porosité ;  $V_{am}$  volume du réservoir amont ;  $V_{av}$  volume du réservoir aval ;  $P_{am}$  pression amont ;  $P_{av}$  pression aval ;  $D_a$  coefficient apparent de diffusion ;  $K_h$  coefficient de Henry ;  $M_m$

masse molaire de l'argon ;  $\beta$  compressibilité de l'argon ;  $\rho^l$  densité molaire du fluide interstitiel ;  $R$  constante des gaz parfaits ;  $T$  température.

La valeur utilisée du coefficient de diffusion apparente égale à  $1.10^{-9} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$  ne résulte pas d'une caractérisation en soi de la diffusion du gaz dans le matériau, mais uniquement d'une évaluation en considérant que la contribution du phénomène de diffusion représentait le flux parasite mis en évidence lors de l'analyse des courbes de pressions mesurées pendant un essai de mesure de la perméabilité par « pulse-test ».

Dans ce but, l'évolution de la pression après l'application d'un incrément de pression a été simulée. Le transfert du gaz dans et à travers l'éprouvette est supposé uniquement lié à la diffusion du gaz dans le fluide interstitiel suite à l'accroissement instantané de la concentration au niveau de la face amont. Les conditions expérimentales choisies reproduisent celles observées lors d'un essai réel à savoir :  $P_{am} = 6,22 \text{ MPa}$  ;  $P_{av} = 5,87 \text{ MPa}$  ;  $T = 32^\circ\text{C}$ .

L'évolution des pressions amont et aval a été simulée pendant 220 h (*Figure 3-44*). Deux régimes peuvent être observés : initialement un régime transitoire, puis un régime quasi-permanent. La nature de ce dernier est bien mise en évidence par l'aspect linéaire du profil de la concentration en gaz dissous dans l'éprouvette en fin de simulation.

La phase transitoire se marque par un début de courbe de la pression amont non linéaire, y compris dans un diagramme  $\log(\Delta C/C_0)$ - $t$ , et un retard au niveau de la croissance de la pression aval. En s'appuyant sur un critère de linéarité de l'évolution des pressions, la durée de cette phase transitoire peut être évaluée à 50 h pour la pression amont et 75 h pour la pression aval. Au-delà de cette durée, l'évolution des pressions peut-être interprétée avec la méthode de Brace pour calculer une valeur de la perméabilité qui générerait la même évolution des pressions amont et aval si le transfert du gaz était lié à un écoulement au travers de l'éprouvette. Bien que diverses hypothèses puissent être retenues pour définir l'incrément de pression (valeur initiale ou valeur au début de la période quasi-stationnaire), celles-ci conduisent à déterminer une valeur de perméabilité équivalente de l'ordre de  $1,5 \cdot 10^{-23} \text{ m}^2$ . La faible amplitude des variations de pressions, inférieures au centibar, rend cette valeur peu sensible à ces hypothèses.

Ces variations de pression amont et aval et donc cette valeur de perméabilité se situent aux limites de détection du banc expérimental alors que la valeur du coefficient de diffusion apparent considérée,  $1.10^{-9} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ , est largement supérieure à celles déterminées pour les argilites du site MHM. Il s'en suit qu'il n'y a pas lieu de prendre en considération la contribution d'un flux diffusif pour corriger la valeur de perméabilité déterminée car sa contribution serait au mieux de l'ordre de l'incertitude expérimentale du banc de mesure.

Inversement, le flux parasite observé ne peut être associé à un phénomène de diffusion du gaz dans le fluide interstitiel.

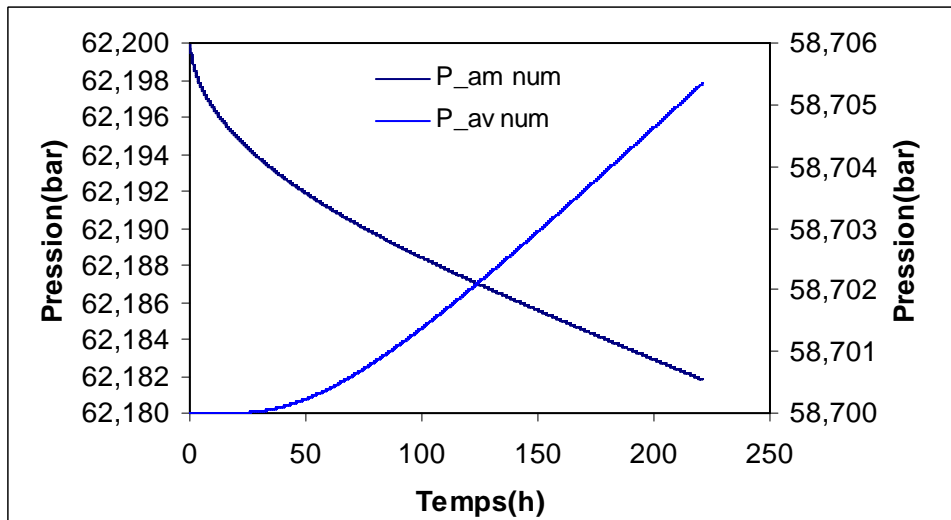


Figure 3-44 : Evolution des pressions amont (gauche) et aval (droite) lors de la simulation d'un essai de perméabilité par la méthode du pulse-test.

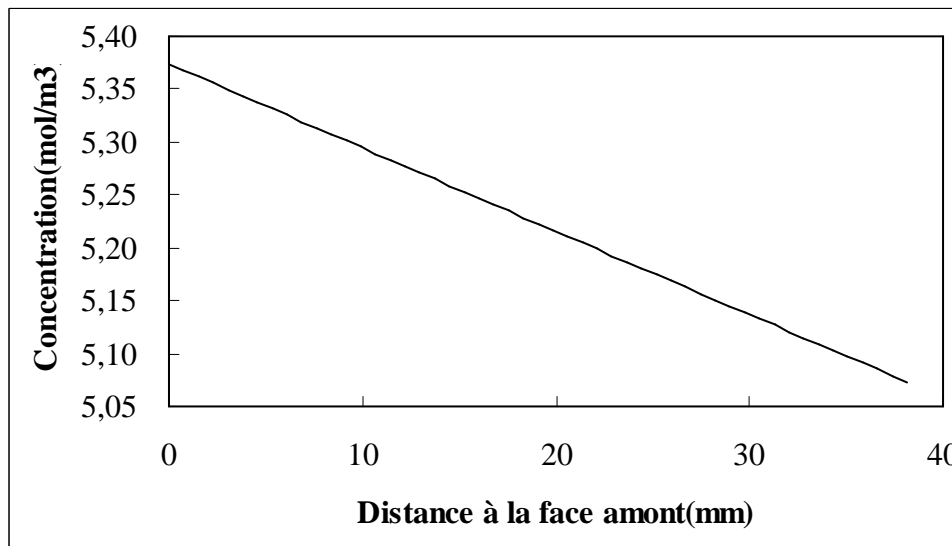


Figure 3-45 : Profil de la concentration en gaz dans l'éprouvette à la fin de pulse test.

#### 4 Caractérisation de la perméabilité sur une éprouvette fracturée (EST12491-2)

La carotte EST12491 provenant du sondage EST212 (passe K14, cote entre 523,07 et 523,27 m) a été choisie pour compléter la mesure sur l'échantillonnage *in situ*. À l'ouverture, cette carotte se présentait sous la forme de 3 tronçons (Figure 3-46).



Figure 3-46 : Vue de la carotte EST12491 après démontage de la cellule de confinement.

Trois éprouvettes ont été préparées suivant la méthode exposée dans le paragraphe 3.2. Parmi ces éprouvettes (Tableau 3-20), l'éprouvette EST12491-2 s'est subdivisée en deux morceaux soit lors du carottage, soit lors de la rectification. Si dans les cas de rupture exposés ci-dessus, tout comme pour les tronçons de la carotte, l'observation visuelle ne permettait pas de détecter une cause à ces surfaces de séparations, dans le cas de cette éprouvette, un fossile, d'une taille de 8 mm environ, semble être à l'origine de la localisation de la rupture. Le contact entre les deux morceaux était quasi-parfait, hormis au niveau de la périphérie où sur un secteur de 15° environ et une étendue de 12 mm il manquait de la matière sur une épaisseur d'environ 1,5 mm. Cette discontinuité se situait à 8 mm de l'extrémité de l'éprouvette.

Bien que fracturée, l'éprouvette EST12941-2 a été choisie pour réaliser des mesures de perméabilité au gaz avec des déviateurs de contraintes croissants, parce que la présence de cette discontinuité pouvait favoriser un endommagement de l'éprouvette.

Tableau 3-20 : Caractéristiques géométriques des éprouvettes réalisées à partir de la carotte EST 12941

Echantillon	Diamètre [mm]	Longueur [mm]	Masse [g]	Cote
EST12941-1	39,70	63,38	188,76g	523,05-523,11
EST12941-2*	39,66	40,78	121,320	523,17-533,21
EST12941-3	39,74	38,14	113,688	523,22-523,26

(\* éprouvette en 2 morceaux)

La teneur en eau a aussi été déterminée après l'essai. Sa valeur est de 5,72 %, ce qui correspond à une porosité estimée de 14,7 % et un degré de saturation de 91 %.

La procédure de la mesure est identique à celle exposée dans le paragraphe 3.3, sauf que la contrainte de confinement était de 12 MPa, ce qui est plus proche de la valeur *in situ* pour cette carotte. Pour obtenir une cinétique plus rapide, il a été décidé d'utiliser de l'hélium en tant que gaz de mesure.

#### 4.1 Mesure de la perméabilité

La Figure 3-47 présente le trajet du chargement mécanique et les pressions de gaz imposés à cette éprouvette. Une mesure de perméabilité au gaz a été effectuée lors du palier de compression isotrope de 12 MPa et quatre mesures ont été réalisées sous différents de déviateur de contraintes (7, 12 et 17 MPa). La phase d'uniformisation de la pression du gaz



dans l'éprouvette a été réalisée en deux étapes. La dernière étape a duré une dizaine de jours et cependant les pressions de gaz n'étaient pas stables, mais les variations, attribuées à un flux parasite, étaient faibles, de l'ordre de  $10^{-4}$  MPa.h<sup>-1</sup>.

La *Figure 3-48* présente l'évolution de la pression de gaz à l'issue du premier incrément de pression sous contraintes isotropes. La perméabilité a été caractérisée en utilisant la méthode exposée dans chapitre 2 ; la valeur déterminée a été de  $3.10^{-21}$ m<sup>2</sup>. En utilisant cette valeur, les courbes d'évolution de la pression du gaz simulées numériquement sont parfaitement en accord avec les courbes expérimentales (*Figure 3-48*), ce qui accroît la confiance en cette valeur.

Le *Tableau 3-21* regroupe les valeurs de perméabilité au gaz mesurées pour l'ensemble des paliers de chargement. Ces valeurs diminuent lorsque le déviateur augmente, ce qui est à mettre en relation avec la diminution de volume et une fermeture de micro-fissures sous l'effet de l'augmentation de la contrainte moyenne et du déviateur.

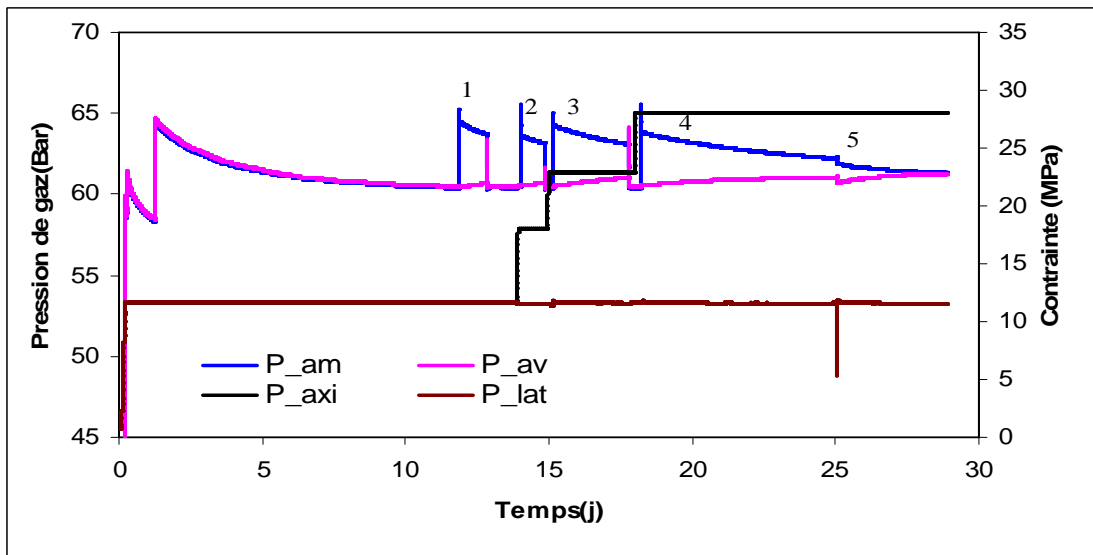


Figure 3-47 : Histoire du chargement et des pressions de gaz de l'éprouvette EST12491-2.

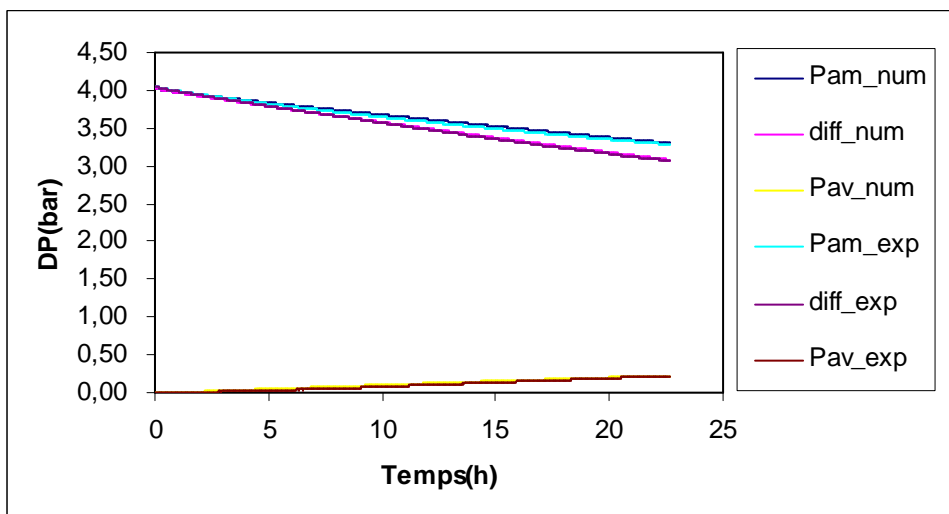


Figure 3-48 : Courbes modélisées et expérimentales des pressions de gaz ( $P_0 = 6,039$  MPa,  $DP_0 = 4,04$  bar  $P_{isotrope} = 12$  MPa,  $k_{gaz} = 3 \cdot 10^{-21}$  m<sup>2</sup>) 1bar = 0,1 MPa.

Tableau 3-21 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée en fonction du déviateur.

Cycle		Chargement				
Contraintes [MPa]	P <sub>axiale</sub>	12	18	23	28	28
	P <sub>confinement</sub>	12	12	12	12	12
	Déviateur	0	6	11	16	16
k <sub>gaz</sub> [10 <sup>-21</sup> m <sup>2</sup> ]		3	2,5	2,3	1,5	6

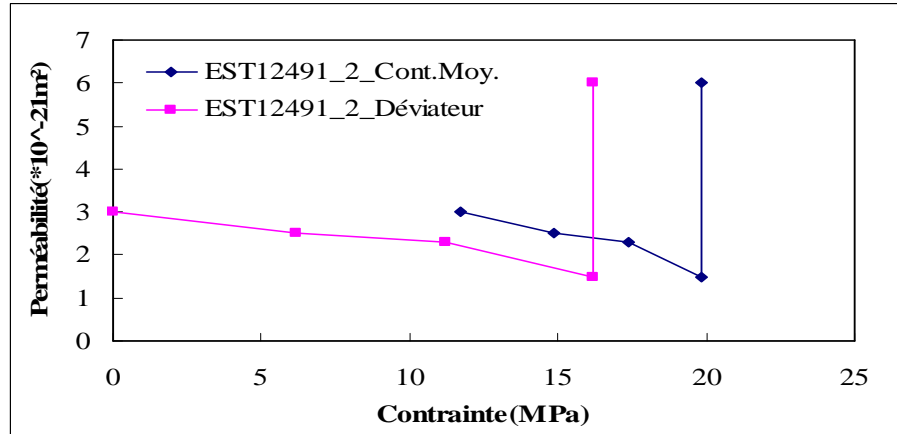


Figure 3-49 : Evolution de la perméabilité en fonction de la contrainte (déviateur ou contrainte moyenne).

Pendant le palier sous la contrainte axiale de 28 MPa, la mesure de perméabilité a été perturbée à cause d'une chute de la pression latérale, qui a provoqué un échange de masse entre le circuit de mesure et le fluide de confinement et qui n'a été identifié que lors du démontage de la cellule. La pression interne du gaz a alors présenté une légère variation similaire à un incrément de pression de 0,03 MPa. L'essai a été poursuivi. L'exploitation de ces données conduit une valeur de perméabilité au gaz égale à  $6 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$ , en considérant que les variations de pression pouvaient être interprétées comme lors d'un essai classique. Cette valeur plus grande peut être attribuée soit à une dégradation du matériau sous l'effet de l'augmentation du déviateur soit à une perturbation par le fluide de confinement des conditions de contact entre l'éprouvette et le dispositif expérimental.

## 4.2 Etude de la déformation

A partir de la courbe contrainte-déformation, les valeurs du module de déformation axiale tangent ont été déterminées (Tableau 3-22). Ce module augmente légèrement lors de chargement. Ceci signifie que l'augmentation du déviateur induit une compaction de l'éprouvette et une réduction de la taille des pores et une fermeture des microfissures, ce qui est en accord avec la diminution des valeurs de perméabilité au gaz mesurée. La valeur moyenne du module est de 7700 MPa, ce qui est relativement élevé et qui ne traduit pas une influence de la discontinuité présente dans cette éprouvette.

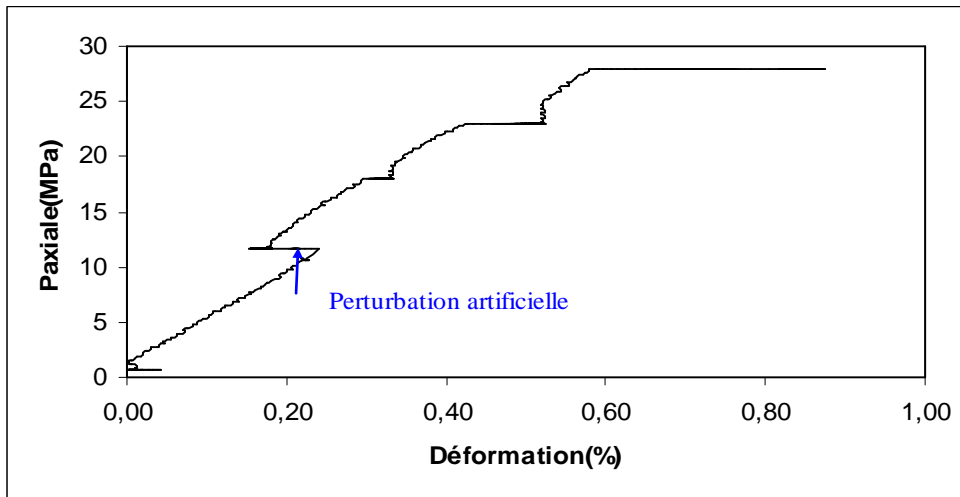


Figure 3-50 : Courbe de la déformation axiale vs la contrainte axiale.

Tableau 3-22 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité au gaz mesurée pour les différents paliers de contraintes imposés.

Cycle		Chargement			
Contraintes [MPa]	P <sub>axiale</sub>	0→12	12→18	18→23	23→28
	P <sub>confinement</sub>	0→12	12	12	12
E [MPa]		6713	7743	7144	9331
k <sub>gaz</sub> [10 <sup>-21</sup> m <sup>2</sup> ]		3	2,5	2,3	1,5

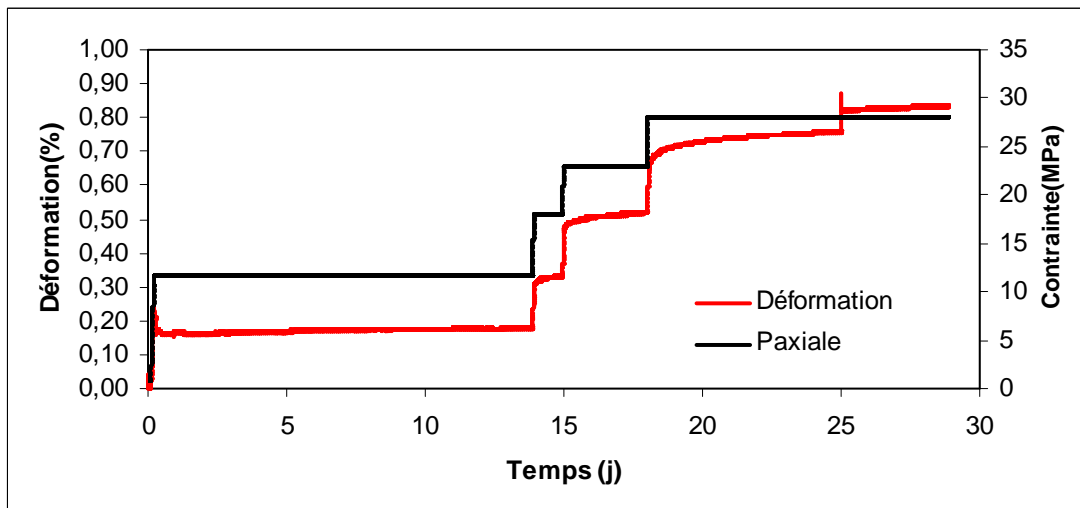


Figure 3-51 : Déformation axiale et contrainte axiale en fonction du temps.

Le fluage est plus significatif pour le palier du déviateur de 16 MPa et la vitesse de la déformation est de  $9,33 \cdot 10^{-10} \text{ s}^{-1}$  à la fin de ce palier.

Après démontage de la cellule, l'observation de la discontinuité n'a pas montré de signe d'endommagement ou de poinçonnement lié à une concentration de contraintes. L'influence de la discontinuité sous un confinement de 12 MPa apparaît donc comme non significatif vis-à-vis d'un flux de gaz normalement à celle-ci.

## 5 Conclusions

Les valeurs de la perméabilité au gaz mesurée pour les différentes éprouvettes sont très faibles, de l'ordre de  $10^{-21}$  m<sup>2</sup>. Il n'y pas de grandes variations entre les différentes éprouvettes, bien qu'elles représentent différentes positions par rapport à la paroi, ce qui signifie qu'il n'existe pas d'endommagement important pour les éprouvettes proches à la paroi. Seule une légère augmentation, en moyenne, à proximité de la paroi peut être mise en évidence. Plus généralement, les valeurs de perméabilité au gaz mesurées diminuent avec une augmentation du déviateur et elles augmentent lors du déchargement, avec une irréversibilité marquée. Ce phénomène peut s'expliquer par une fermeture de microfissures et/ou une compaction des éprouvettes lors du chargement et une réouverture partielle et/ou création de microfissures lors du déchargement. La part d'irréversibilité est liée à une déformation permanente, donc du fluage pendant le cycle de chargement mécanique.

Les valeurs mesurées sont du même ordre de grandeur que celles attribuées au matériau saturé. Les éprouvettes testées étant proches de la saturation, la perméabilité effective au gaz devrait être inférieure à celle du matériau saturé de plusieurs ordres de grandeur. L'existence d'un flux parasite et l'impossibilité d'assurer qu'il n'y avait pas d'écoulement épidermique du gaz au niveau du contact éprouvette-jaquette d'étanchéité ne nous permet pas d'attribuer formellement les valeurs mesurées à une caractéristique intrinsèque des éprouvettes. Elles ne sont donc qu'à considérer en tant qu'indicateur de l'état du matériau et à analyser du point de vue de leur variation.

La valeur moyenne du module des éprouvettes est de l'ordre de 5000 MPa sous une contrainte de confinement comprise entre 9 et 12 MPa. Cette valeur est en accord avec les résultats obtenus *in situ*. Les valeurs lors du chargement sont inférieures à celles déterminées lors du déchargement et s'expliquent par le fait que lors du déchargement la déformation plastique est réduite et la part élastique du comportement plus marquée. La faible variation des valeurs du module lors du chargement ne permet pas de caractériser un endommagement significatif des éprouvettes suite au déviateur imposé (18 MPa maximum) ou un endommagement initial des éprouvettes en relation avec leur position par rapport à la paroi du puits. Un léger endommagement peut être mis en évidence dans la zone 0-0,5 m mais les variations sont du même ordre de grandeur que la dispersion des valeurs.

La légère diminution de la vitesse des ondes ultrasonores entre la carotte de référence (distance à la paroi égale à 12 m) et les carottes plus proches du parement indiquerait un endommagement en fonction de la distance de la paroi, mais en raison de la dispersion des valeurs, de nombreuses mesures complémentaires seraient nécessaires pour le confirmer et le caractériser. La faible variation de la vitesse des ondes avant et après un essai avec chargement mécanique signifie que l'état d'éprouvette (degré de saturation et texture de l'éprouvette) ne change pas significativement pendant la mesure sous déviateur de contraintes, du moins la part irréversible.

La tentative de mesure de la pression d'entrée de gaz avec l'éprouvette EST20567-1 montre que la pression d'entrée devrait être supérieure à 9 MPa pour une contrainte isotrope à 12 MPa sous réserve de la validité du protocole utilisé qui ne permet pas de déterminer la valeur de la pression du fluide interstitiel. Cette valeur serait supérieure à celles retenues dans le référentiel du site.

A l'issue des essais, une distribution non homogène du fluide interstitiel dans l'éprouvette a été confirmée par les faits suivants : diminution de la masse des éprouvettes, la face aval des éprouvettes est plus sombre que la face amont et la surface latérale et enfin la variation de masse du disque poreux aval est plus importante que celle du disque amont.

La variation de masse des éprouvettes est globalement égale à celles des disques poreux. La simple simulation du déplacement du fluide interstitiel par la gradient de pression imposé confirme la possibilité que du fluide interstitiel soit déplacé par le gaz. Mais la faible quantité du transfert de l'eau, de l'ordre de 0,1 g, sur une masse initiale d'environ 7 g, montre que la mise au contact du gaz ne modifie pas l'état de saturation de l'éprouvette.

Pour certains essais, un flux parasite a fortement perturbé les mesures conduisant même à une impossibilité d'interprétation. L'hypothèse d'une contribution de la dissolution du gaz dans le fluide interstitiel a été étudiée. Même si la quantité de gaz pouvant être dissous est non négligeable, la contribution de ce processus pour expliquer le flux parasite est très limitée. De plus la cinétique de la dissolution, liée à la valeur du coefficient de diffusion apparent, n'est pas compatible avec les observations. Ceci a conduit à établir que dans les conditions expérimentales du banc de mesure, la contribution d'un flux par diffusion du gaz est équivalente à un flux par convection du gaz dans un milieu dont la perméabilité serait inférieure de plusieurs ordres de grandeur à la sensibilité du banc de mesure. Donc il est possible de négliger un tel effet dans la mesure de la perméabilité.

Lors des essais, deux éprouvettes ont été rompues. La première avec des fractures normales à son axe et le second avec des fractures recoupant les faces. Dans les deux cas, aucun indice sur les variations des pressions de gaz au niveau des faces de l'éprouvette n'a pu être mis en évidence à l'instant de la rupture. Ceci conduit à remettre en cause les conditions de confinement (11 MPa) qui si, en raison des propriétés du matériau, peuvent occulter l'influence de fractures macroscopiques, elles doivent alors masquer les différences liées aux variations de l'endommagement créé par le creusement du puits. La valeur de perméabilité au gaz mesurée sur une éprouvette fracturée lors de sa préparation est de l'ordre de  $3 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$  et son évolution pendant le chargement est semblable à celle des autres éprouvettes mesurées. Cette faible valeur est à lier à un contact parfait entre les deux sous-éprouvettes et au fait que la discontinuité était normale à la direction d'écoulement du gaz. Néanmoins ces trois exemples permettent de réduire l'influence de discontinuités sur l'écoulement d'un gaz dans le matériau saturé si la contrainte est proche de la contrainte *in situ*.

## **Chapitre 4 Caractérisation de la perméabilité au gaz des argilites en fonction du degré de saturation**

### **Introduction**

Ce chapitre présente les résultats expérimentaux de mesures de perméabilité au gaz sur des éprouvettes d'argilites du Callovo-Oxfordien du site MHM en fonction de leur degré de saturation à l'eau et sous différents niveaux de contraintes isotropes et déviatoriques. Comme cela a déjà été mentionné dans le chapitre 1, une quantité importante de gaz, principalement du gaz d'hydrogène sera générée au sein des alvéoles du stockage en raison de la corrosion des composants métalliques et de la radiolyse. D'après le document TEP<sup>4</sup> du Dossier 2005 de l'ANDRA, entre 2000 et 3000 ans après la fermeture du stockage, la pression du gaz pourrait atteindre 6 à 7 MPa dans la zone de stockage des déchets vitrifiés (déchets C) et jusqu'à 9 MPa dans la zone des combustibles usés. Pour effectuer des simulations hydromécaniques couplées visant à analyser le phénomène de transfert du gaz et les conséquences du couplage pression de gaz - mécanique dans la formation d'argilites, la relation perméabilité au gaz en fonction du degré de saturation est une donnée essentielle.

Les paramètres, quantifiant le transfert hydrique de ces argilites, déterminés sur les éprouvettes pendant leur conditionnement hydrique seront également présentés et analysés dans ce chapitre. Ces paramètres pourront être utilisés comme données d'entrée avec des modèles numériques permettant d'évaluer l'extension de la désaturation du massif autour d'une galerie ventilée.

Ce chapitre est structuré en 3 parties, la première est consacrée à la description du plan des mesures réalisées avec les différentes éprouvettes compte tenu de la longue durée de leur conditionnement et de l'acquisition des mesures. La deuxième partie présente les mesures des paramètres du transfert hydrique. Enfin, la troisième partie concerne les mesures de la perméabilité au gaz des éprouvettes d'argilites avec différents degrés de saturation et sous différents états de contraintes.

---

<sup>4</sup> TEP : Tome évolution phénoménologique du stockage géologique

## 1 Procédure expérimentale

Pour caractériser l'évolution de la perméabilité au gaz des argilites à différents degrés de saturation, une procédure expérimentale a été élaborée à partir du protocole expérimental de la mesure de la perméabilité au gaz déjà présenté aux chapitres 2 et 3. Cette procédure se différencie par les points suivants :

- 1) L'utilisation de quatre solutions salines différentes pour obtenir une ambiance à humidité relative (HR) constante (de 52 % à 98 %) dans laquelle les éprouvettes d'argilites ont été hydriquement conditionnées (désaturation ou resaturation). La désaturation maximale a été effectuée sous une humidité relative de 25 %. Le suivi de la masse des éprouvettes a été réalisé par pesée toutes les 24 à 72 heures et la durée du conditionnement des éprouvettes a été d'une trentaine de jours. Les éprouvettes ont été protégées par un film plastique après leur extraction du dessiccateur et avant leur mise en place dans la cellule de mesure de la perméabilité.
- 2) Un trajet désaturation - resaturation composé de 5 paliers hydriques (HR = 25, 52, 75, 85 et 98 %) a été réalisé avec une série des éprouvettes d'argilites initialement non endommagées. Nous n'avons pas pu réaliser une boucle complète de désaturation et resaturation sur une même éprouvette en raison de la trop longue durée des étapes successives. Le fait d'utiliser plusieurs éprouvettes permet d'effectuer le conditionnement hydrique sur plusieurs éprouvettes en même temps en utilisant différents dessiccateurs. Un vide partiel de l'ordre de 100 à 200 mm Hg, à l'aide d'une pompe à membrane, a été imposé dans les dessiccateurs au début de mesure et après chaque pesée, afin de favoriser les échanges hydriques, en diminuant la pression totale et ainsi augmenter la concentration en vapeur d'eau dans l'atmosphère du dessiccateur.
- 3) Une contrainte isotrope de 5 à 6 MPa a été appliquée pendant les mesures de perméabilité au gaz, contre 11 MPa lors de l'étude de l'endommagement, cf. chapitre 3. Cette valeur moins élevée a été choisie du fait que les mesures du chapitre 3 établissaient qu'un confinement isotrope de 11 MPa pouvait occulter l'influence de fractures ainsi que l'avaient montré les essais avec rupture d'éprouvettes. Le conditionnement hydrique étant effectué sans contraintes, l'endommagement lié à la désaturation aurait pu être totalement masqué. La pression du gaz de mesure, argon (Ar), lors de la phase de la mise en gaz a été aussi réduite à 2-2,5 MPa, afin de conserver un différentiel de pression de 3 MPa pour assurer l'étanchéité latérale. L'incrément de pression de gaz pour la mesure de perméabilité a été de l'ordre de 10 %, soit 0,25 MPa.
- 4) Lors des mesures de la perméabilité au gaz sous des différents états de contraintes déviatoriques, la contrainte latérale a été maintenue constante à 5 MPa. Le chargement axial a consisté en une suite de paliers constituant un cycle chargement - déchargement afin d'évaluer l'effet d'un endommagement mécanique sur la perméabilité au gaz.

Par ailleurs, la masse des éprouvettes a été mesurée avant et après la mise en place dans la cellule de perméabilité, ce qui a permis de juger si la mise sous pression de gaz et le flux du gaz au travers des éprouvettes avaient affecté leur degré de saturation.

Du point de vue pratique, trois étapes de préparation et d'expérimentation ont été réalisées.

## 1.1 La préparation et la caractérisation préalable des éprouvettes

Six éprouvettes cylindriques de diamètre 40 mm ont été fabriqués par carottage à l'air comprimé à partir de la carotte EST20548<sup>5</sup>, qui se situait à 4 m de la paroi du puits d'accès à -467 m de profondeur. L'axe des éprouvettes est parallèle au plan de stratification. Ils ont été numérotés (1, 2, 2f, 3, 4, et 5) du pied vers la tête de la carotte. La longueur des éprouvettes est de 55 à 65 mm. Par ailleurs, une éprouvette supplémentaire (N°6) a été fabriquée à partir de la carotte EST20567 du même forage.

A l'ouverture de la cellule de conservation (cellule T1), la carotte EST20548, prélevée à 4m de la paroi du puits, présentait un très bon état de conservation et aucune trace de fissures ou de fractures apparentes (Figure 4-1), tout comme les autres carottes du même forage utilisées pour l'étude d'endommagement dans le chapitre 3.

Le temps de carottage d'une éprouvette a été de 2 min environ. La partie de la carotte non affectée par le carottage a été maintenue protégée par une gaine en élastomère de la cellule de conservation. L'éprouvette brute obtenue a été immédiatement isolée de l'atmosphère par plusieurs couches de film plastique en prenant soin de chasser l'air entre le film et l'éprouvette. Tout en conservant le film latéral, elle a été ensuite coupée à sec à la scie diamantée pour obtenir la longueur souhaitée. Puis les faces ont été rectifiées à la polisseuse à air comprimé de telle sorte à obtenir des faces planes et parallèles. La durée de réalisation des faces d'une éprouvette a été de l'ordre de 5 minutes. Enfin, les éprouvettes ainsi réalisées ont été enrobées par plusieurs couches de film plastique et paraffinées ensuite en attendant leur conditionnement hydrique.

Les caractéristiques initiales des sept éprouvettes sont présentées dans le *Tableau 4-1*.

La teneur en eau massique initiale des éprouvettes a été déterminée à partir d'un petit morceau taillé dans chaque éprouvette après les mesures et par séchage de ce morceau en étuve, à la température à 105°C, pendant 48h. Les résultats obtenus sont regroupés dans le *Tableau 4-2*. Ils montrent que la teneur en eau varie de 5,28 à 5,53 % sauf pour l'éprouvette N°2f qui présente une teneur en eau plus faible, 5,18 %. Il semble que l'éprouvette au centre de la carotte soit légèrement plus saturée que celles deux extrémités.



*Figure 4-1 : Vue de la carotte EST20548 après ouverture de la cellule de confinement.*

<sup>5</sup> Carottes issue du forage radial PPA0031 réalisé dans le puits principal du LSMHM à - 467 m



En considérant une masse volumique du fluide interstitiel égale à  $1,0 \text{ g.cm}^{-3}$ , le degré de saturation a été évalué par la relation suivante :

$$S_r = \frac{w}{\frac{(1+w) \cdot \rho_e - \rho_e}{\rho} - \frac{\rho_e}{\rho_s}} \quad 4.1$$

où  $\rho_s$  est la densité des grains ;  $w$  est la teneur en l'eau massique ;  $\rho$  est densité naturelle et  $\rho_e$  est la densité du fluide interstitiel.

Quant à la porosité, elle peut être calculée à partir de la relation (4.2) :

$$n = \frac{1+w - \frac{\rho}{\rho_s}}{1+w} \quad 4.2$$

La masse volumique des grains a été déterminée par des mesures au pycnomètre à l'hélium. Les mesures donnent une valeur moyenne de  $2,72 \text{ g.cm}^{-3}$ , qui est en accord avec les références bibliographiques (E.Bemer *et al.*, 2004 ; Zhang, 2006), sauf pour l'éprouvette N°2f dont la masse volumique des grains est de  $2,74 \text{ g.cm}^{-3}$ . Cette valeur plus élevée s'explique par une teneur en pyrite et dolomite plus importante que pour les autres éprouvettes ainsi que l'a montré l'examen des diagrammes de diffraction aux rayons X (Annexe D).

Les valeurs de la porosité et du degré de saturation initiaux des éprouvettes ainsi calculées sont présentées dans le Tableau 4-2. Les éprouvettes présentent une porosité de 14,2 à 14,8 % et un degré de saturation de 84 % à 87 %. Ceci signifie que les éprouvettes de N°1 à N°5 provenant de la carotte EST20548 ont une porosité et un degré de saturation homogènes à l'exception de l'éprouvette N°2f. Pour cette éprouvette, on observe visuellement un filon minéralisé. La plus forte teneur en pyrite et en dolomite identifiées par diffraction des rayons X serait à l'origine d'une moindre porosité et donc de teneur eau du fait du développement d'une minéralisation dans sa porosité. On notera également que l'erreur relative sur le degré de saturation peut atteindre  $\pm 10\%$  liée à sa détermination à partir de la mesure de la teneur en eau et de l'estimation de la porosité, car la porosité ou l'indice des vides varie non seulement naturellement au sein de la formation, mais également à l'échelle de l'éprouvette du fait du retrait induit par la désaturation de l'éprouvette (Kun Su 2005). Ce retrait, qui est faible, n'a pu être très précisément quantifié.

Tableau 4-1 : Masses et caractéristiques géométriques des éprouvettes

Eprouvette	Carotte	Masse [g]	Diamètre [mm]	Longueur [mm]	Cote (par rapport à la paroi du puits)
N°1	EST20548	199,918	39,90	65,40	4,15
N°2	EST20548	163,781	39,92	53,42	4,19
N°2f	EST20548	186,644	39,92	60,04	4,23
N°3	EST20548	192,642	39,98	62,80	4,28
N°4	EST20548	193,030	39,98	62,82	4,34
N°5	EST20548	182,373	39,92	59,32	4,39
N°6	EST20567	148,300	39,92	49,18	12,56

Tableau 4-2 : Porosité et saturation initiales des éprouvettes

Eprouvette	Carotte	Densité naturelle [g.cm <sup>-3</sup> ]	Teneur en eau [%]	Porosité [%]	Saturation [%]
N°1	EST20548	2,44	5,28	14,6	84
N°2	EST20548	2,45	5,28	14,5	85
N°2f	EST20548	2,48	5,18	13,8	89
N°3	EST20548	2,44	5,49	14,8	86
N°4	EST20548	2,45	5,53	14,3	87
N°5	EST20548	2,46	5,30	14,2	87
N°6	EST20567	2,41	6,46	16,8	87

## 1.2 Le conditionnement hydrique

Les éprouvettes ont été placées dans un dessiccateur étanche où l'humidité relative reste constante du fait de la présence d'une solution saline sursaturée. Pour diminuer l'effet de la température sur l'humidité relative, les dessiccateurs ont été immergés aux deux tiers dans un bain d'eau dont la température est contrôlée à +/- 0,1 °C. Le bain a un volume d'environ de 300 litres et sa partie supérieure est isolée par un couvercle en polystyrène. Néanmoins un effet de condensation sur le couvercle non immergé du dessiccateur peut apparaître pour l'humidité relative la plus élevée (HR = 96 – 98 %). Dans ce cas, un couvercle de protection a été mis en place au-dessus des éprouvettes à l'intérieur du dessiccateur pour éviter que des gouttes ne tombent sur les éprouvettes (Figure 4-2).

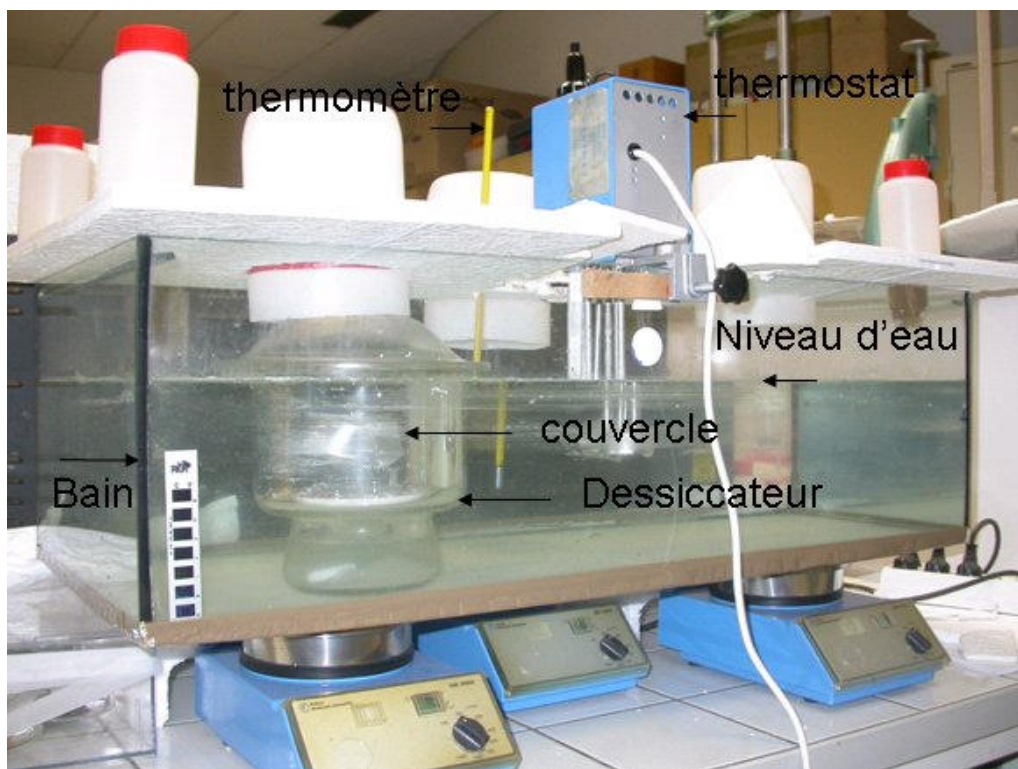


Figure 4-2 : Vue du bain pour le conditionnement hydrique.

Après la fermeture du dessiccateur, on impose un vide partiel de l'ordre de 100 à 200 mm Hg avec une pompe à membrane afin d'accélérer les échanges pour les raisons suivantes :

- la baisse de la pression totale dans le dessiccateur augmente la concentration de la vapeur d'eau en diminuant la pression partielle des autres gaz ;
- la faible pression totale dans le dessiccateur engendre une différence de pression entre l'extérieur et l'intérieur de l'éprouvette et induit un flux convectif de la vapeur d'eau dans la porosité.

Quatre solutions salines différentes ont été choisies ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , KCl, NaCl,  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ ). Elles couvrent une gamme d'humidité relative variant de 98 % à 52 %. Les valeurs des pressions capillaires équivalentes à ces humidités relatives, telles que définies par la loi de Kelvin, sont données dans le *Tableau 4-3*.

*Tableau 4-3 : Correspondance entre pression capillaire et humidité relative sous différentes températures des solutions salines utilisées (Delage et al. 1998).*

Solution saline	Pression capillaire [MPa]		Humidité relative [%]	
	20°C	30°C	20°C	30°C
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	2,77	2,82	98	98
KCl	21,74	23	85,13	85
NaCl	38,12	39	75,41	75
$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	83,30	85	55	52

On notera que la méthode des solutions salines donne une meilleure précision pour des fortes pressions capillaires (supérieures à 10 MPa ou HR inférieures à 93,2 %, Delage 1998). Pour les faibles pressions capillaires, l'incertitude est non négligeable et fortement dépendante du contrôle de la température et de la pureté des produits. De plus les méthodes de mesure directe de l'humidité relative présentent aussi une incertitude de l'ordre de 1 à 2 points HR lorsque l'humidité relative est proche de 100 %.

Pour obtenir un degré de saturation plus faible que celui donné par le sel  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ , sans pour autant imposer un séchage complet et traumatisant pour l'éprouvette, deux éprouvettes ont été mises dans l'enceinte thermo-régulée à 33°C, l'humidité relative, mesurée à l'aide d'un hygromètre, était environ de 25 %.

Afin de déterminer si les échanges étaient stabilisés, leur masse a été mesurée à intervalles réguliers, toutes les 24 à 72 heures. En général, la durée d'un conditionnement hydrique a été de l'ordre de trois à quatre semaines.

L'éprouvette N°5 a été conservé à l'état naturel afin de constituer un état de référence et une valeur de perméabilité au gaz à l'état initial de la carotte EST20548.

Les étapes des sollicitations hydriques imposées à ces éprouvettes sont données dans le *Tableau 4.4* ci-après. L'ensemble des trajets hydriques que les différentes éprouvettes ont subi (*Figure 4-3*) permet de reconstituer une boucle complète de désaturation-resaturation, en supposant que les différentes éprouvettes sont jumelles.

Tableau 4-4 : Conditionnement hydrique des différentes éprouvettes.

Eprouvette	Etat initial	Palier d'humidité relative (%)				Sens
		Palier 1	Palier 2	Palier 3	Palier 4	
N°1	naturel	98				Resaturation
N°2	naturel	25	52	75		Resaturation
N°2f	naturel	98	85			Désaturation
N°3	naturel	25	75	85	25	Resaturation
N°4	naturel	85	52			Désaturation
N°5	naturel					
N°6	naturel	98				Resaturation

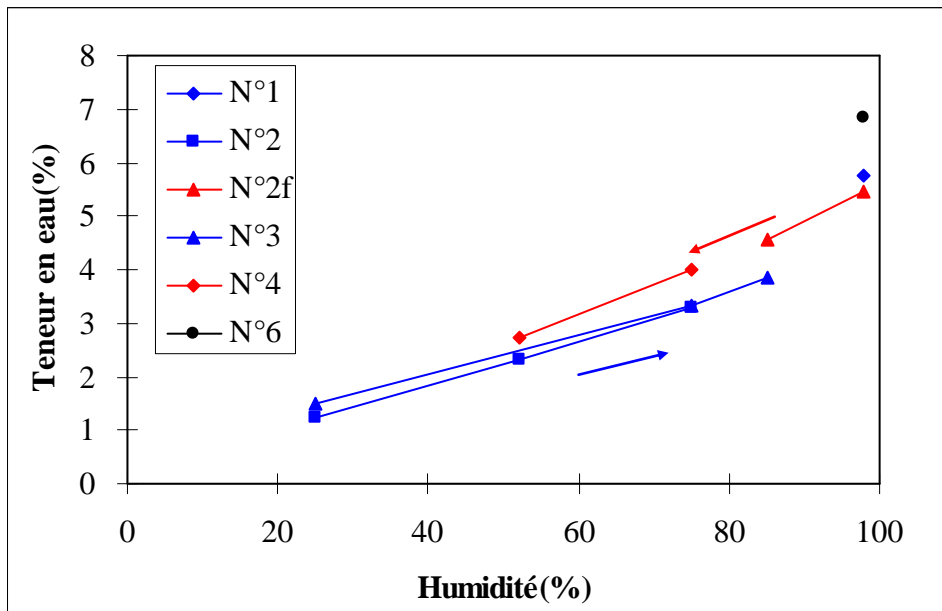


Figure 4-3 : Courbe de rétention construite à partir des différentes éprouvettes suite à leur conditionnement hydrique (désaturation en rouge, resaturation en bleu).

### 1.3 Mesure de la perméabilité

Quand une éprouvette a atteint un état de saturation stable, caractérisé par une stabilisation de sa masse, il a été ensuite procédé à la mesure de la perméabilité au gaz en utilisant la méthode présentée dans les chapitres 2 et 3.

Avant le montage de la cellule, une mesure de ses paramètres physiques de l'éprouvette est réalisée : masse, diamètre, longueur et vitesse des ondes ultrasonores longitudinale, soit au total une durée de 2 minutes environ. Pendant ce laps de temps, une faible variation de masse (environ 0,02 g) a été constatée pour toutes les éprouvettes. Elle représente moins d'un demi-point de degré de saturation.

Dès que la cellule bi-axiale est placée dans l'enceinte thermo-régulée à 33°C et qu'elle est connectée aux réservoirs de gaz, l'éprouvette ne sera alors en contact qu'avec le gaz de mesure, de l'argon en l'occurrence.

Concernant les contraintes et les pressions de gaz imposées, la méthodologie et les sollicitations appliquées lors de la mesure de la perméabilité elles ont été semblables à celles présentées dans le chapitre 3. Seules les différences vont être détaillées.

Pour l'étude de la perméabilité en fonction du degré de saturation sous une contrainte isotrope constante, celles-ci sont :

- Dès que la température de l'enceinte est stabilisée à la valeur de consigne, un cycle chargement-déchargement sous contrainte isotrope est réalisé avec le chemin de chargement suivant : 0,5 → 4 → 1 → 5 MPa. Ce cycle permet d'une part de déterminer la valeur du module de Young lors du déchargement et d'autre part d'atteindre la contrainte maximale de 5 MPa. Cette valeur, sous laquelle la perméabilité sera évaluée, a été choisie relativement faible pour limiter ainsi l'effet de la compression isotrope sur la contribution des micro-fissures à la perméabilité. Par ailleurs, avec l'hypothèse d'un comportement élastique du massif, cette valeur correspond à celle de la contrainte radiale à 4 m de la paroi du puits qui est de 4,8 MPa pour une contrainte initiale de 11 MPa (à -467 m de profondeur).
- La pression de gaz appliquée,  $P_0$ , est comprise entre 2 et 3 MPa, soit un écart de 3 à 2 MPa par rapport à la pression de confinement. Cette condition est nécessaire, par expérience, pour assurer l'étanchéité latérale des éprouvettes et pour une durée de mesure « raisonnable ». L'amplitude de l'incrément de pression,  $\Delta P_0$ , pour réaliser la mesure de perméabilité a été de 0,15 à 0,3 MPa suivant les mesures.

Les mesures de perméabilité en fonction du déviateur de contraintes et pour un degré de saturation donné ont été réalisées après la mesure sous contraintes isotropes. Certaines éprouvettes ont été remises dans le dessiccateur afin de s'assurer de leur degré de saturation. Tout en maintenant la contrainte latérale constante à la valeur de 5 MPa, la contrainte axiale a suivi un cycle chargement – déchargement avec les paliers suivants : 5, 18, 23, 28, 18 et 5 MPa. A chaque palier de contraintes, une mesure de perméabilité au gaz a été réalisée.

## **2 Résultats des mesures des éprouvettes pendant le conditionnement hydrique**

L'ensemble des résultats concernant la masse des éprouvettes après leur conditionnement hydrique sera analysé afin de déterminer la courbe de rétention du matériau. Puis, à partir de la variation de la masse pendant le conditionnement hydrique, le coefficient de diffusivité hydrique des éprouvettes sera déterminé à l'aide d'une solution numérique (cf. Annexe B). Enfin, des observations sur la déformation et la fissuration lors de la désaturation et la resaturation seront présentées à la fin de ce paragraphe.

### **2.1 Courbe de sorption- désorption et de rétention**

En utilisant la relation 4.1 de la présente section, la valeur du degré de saturation pour chaque palier hydrique a été calculée à partir de celle de la masse volumique apparente des éprouvettes. Les résultats obtenus sont regroupés dans le *Tableau 4-5*. On notera que le calcul du degré de saturation se fonde sur l'hypothèse que le volume de l'éprouvette est constant.

Cette hypothèse est simplificatrice car en fait le volume d'éprouvette varie lors de la désaturation et de la resaturation, mais elle a été admise car les mesures des dimensions des éprouvettes avec un pied à coulisse présentaient une incertitude trop importante.

La *Figure 4-4* présente les mesures obtenues dans un diagramme humidité relative - degré de saturation en distinguant le trajet en désaturation de celui en resaturation. Le cycle désaturation - resaturation présente une hystérésis qui est croissante avec l'humidité relative et qui est significative que lorsque celle-ci est supérieure à 50 %.

Cette hystérésis de la courbe de rétention peut s'expliquer par :

- l'hétérogénéité de la distribution de la taille des pores et leur topologie qui peut provoquer l'effet « bouteille d'encre » où lors de resaturation l'eau peut entrer dans le plus grand pore connecté avec deux petits pores, tandis que l'eau peut rester en place lors de désaturation ;
- le retrait de l'éprouvette aux faibles degrés d'humidité relative qui peut diminuer la porosité et donc provoquer une réduction du volume poreux occupable par l'eau. De même, le gonflement lors de resaturation peut permettre l'invasion d'une plus grande quantité de porosité.

*Tableau 4-5 : Caractéristiques des éprouvettes pendant les paliers hydriques*

Eprouvette	Carotte	Palier	Masse [g]	Teneur en eau [%]	Degré de saturation [%]	Durée [j]
N°1	EST20548	état initial	199,918	5,28	84	
		HR = 98%	200,833	5,76	91	30
N°2	EST20548	état initial	163,781	5,28	85	
		HR = 25%	157,467	1,23	20	20
		HR = 52%	159,180	2,33	37	28
		HR = 75%	160,662	3,28	52	35
		HR = 75%	160,722	3,32	53	9
N°2f	EST20548	état initial	186,644	5,18	89	
		HR = 98%	186,924	5,34	91	9
		HR = 98%	187,139	5,46	93	25
		HR = 85%	185,550	4,57	78	23
		HR = 85%	185,678	4,64	79	18
N°3	EST20548	état initial	192,642	5,49	86	
		HR = 25%	185,331	1,50	23	7
		HR = 75%	188,692	3,34	52	35
		HR = 85%	189,639	3,85	60	19
		HR = 85%	189,644	3,86	60	17
		HR = 25%	185,272	1,46	23	33
N°4	EST20548	état initial	193,030	5,53	87	
		HR = 75%	190,247	4,01	63	23
		HR = 52%	187,934	2,75	43	39
N°5	EST20548	état initial	182,373	5,30	87	
N°6	EST20567	état initial	148,300	6,46	87	
		HR = 98%	148,815	6,83	92	81

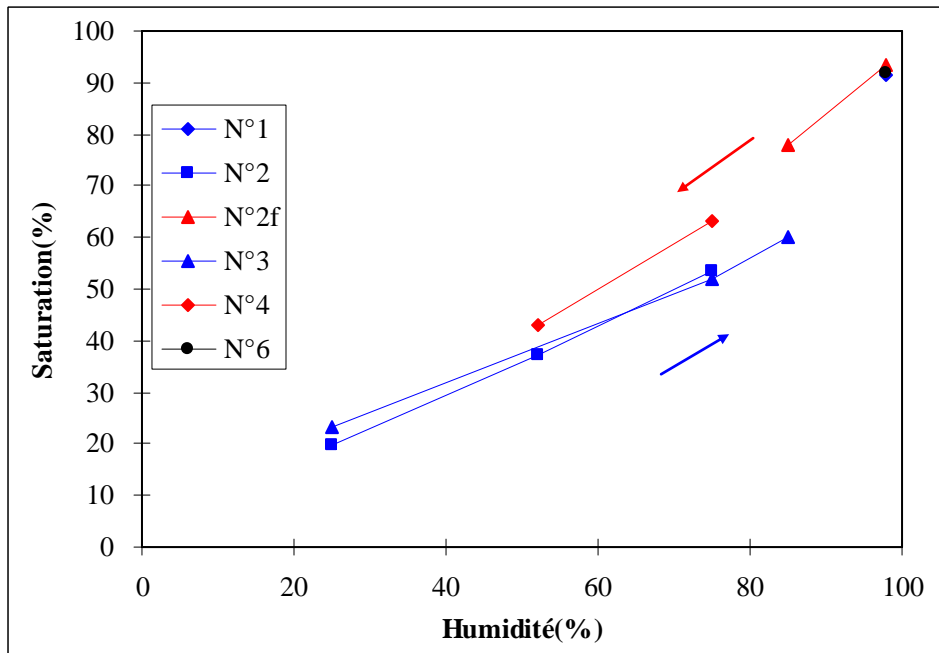


Figure 4-4 : Courbe de sorption-désorption.

En utilisant la loi de Kelvin qui relie la pression capillaire et l'humidité relative, la courbe de rétention caractérisant le degré de saturation en fonction de la pression capillaire peut être déterminée. Cette courbe peut être utilisée lors de simulations hydriques-mécaniques couplées en considérant la pression capillaire comme une contrainte interne homogénéisée (suction).

Les données expérimentales des couples degré de saturation – pression capillaire (Tableau 4-5 et Tableau 4-3), ont été comparées dans la Figure 4-5 avec la loi analytique de type Vaucelin-Vachaud proposée dans le référentiel du Dossier ANDRA 2005, dont les paramètres avaient été calés sur les résultats d'une dizaine d'éprouvettes d'argilites en désaturation.

$$S = \frac{100a}{a + (100Pc)^b} \quad 4.3$$

avec  $a$  et  $b$  coefficients ( $a = 3302$  et  $b = 0,957$ ),  $Pc$  est la pression capillaire en MPa.

La courbe correspondante à la loi de type Vaucelin-Vachaud avec les paramètres conseillés semble globalement représenter l'évolution expérimentale du degré de saturation en fonction de la pression capillaire pour les éprouvettes étudiées dans ce mémoire. La relation expérimentale établie distingue deux branches suivant le sens de variation du degré de saturation. La relation analytique présente un bon accord avec la branche en désaturation. La différence de degrés de saturation pour une même pression capillaire entre les deux branches, s'explique généralement par une hystérésis liée d'une part à l'angle de contact et d'autre part à la topologie de l'espace poral. Elle peut être prise en compte dans une relation de type Vaucelin-Vachaud en considérant deux jeux de valeurs pour les coefficients  $a$  et  $b$ . Cependant une telle approche ne permet de décrire que les branches extrêmes d'un cycle désaturation – resaturation. Dans le cas de cycles partiels ou de faible amplitude, tels ceux créés par des variations journalières de l'humidité de l'air de la ventilation d'une galerie cette approche serait insuffisante. Il conviendrait de disposer de valeurs expérimentales pour de tels cycles pour affiner la relation analytique ou pour choisir un modèle spécifique, tel que le modèle des domaines indépendants (Aissaoui, 1983) pour décrire finement ces cycles de second ordre.

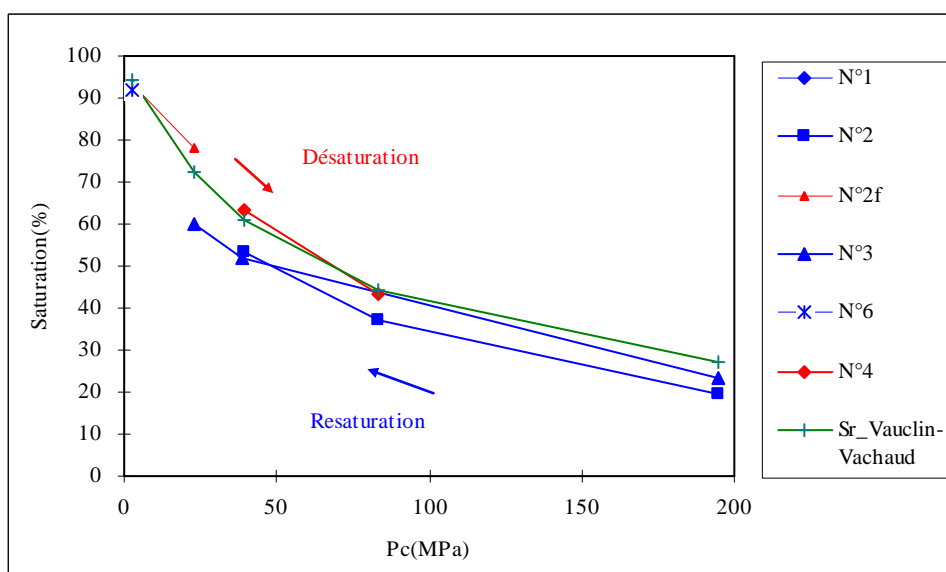


Figure 4-5 : Courbe de rétention pression capillaire équivalente (suction) – degré de saturation.

La courbe de rétention obtenue nécessite des précautions en raison des incertitudes sur les valeurs des degrés de saturation liées à l'hypothèse d'un volume total constant.

## 2.2 Le coefficient de diffusivité hydrique

La solution numérique de l'évolution de la masse d'une éprouvette cylindrique soumise à un échange hydrique avec une atmosphère à humidité relative constante à la fois par sa surface latérale et ses deux extrémités est présentée dans l'annexe B.

A partir de cette solution, la valeur de la diffusivité hydrique des éprouvettes peut être déterminée par l'intermédiaire d'un abaque construit numériquement en exploitant la courbe expérimentale de l'évolution de leur masse en fonction du temps.

Globalement, les courbes expérimentales sont bien simulées par la solution numérique avec l'hypothèse d'une diffusivité constante (annexe C). Les valeurs de la diffusivité ainsi calculées pour les différents paliers sont présentées sur la Figure 4-6. On constate que :

- la valeur moyenne du coefficient de diffusivité hydrique pour la carotte EST20548 est de  $5.10^{-10} \text{m}^2.\text{s}^{-1}$ , ce qui est proche de celle déterminée par Pham en 2004 sur une éprouvette provenant de la carotte EST5659 à la profondeur de 481m ;
- Elle diminue aux faibles pressions capillaires (HR élevées). La diminution de la diffusivité avec l'augmentation de l'humidité relative a été observé par plusieurs auteurs (Baroghel-Bouny, 1994 ; Lemaire et al, 2004 ; Ranjniak, 1993 et Pham, 2006) et illustrée dans le chapitre 1 (Figure 1-17). Cette diminution peut s'expliquer par le fait que l'eau remplit d'abord les plus grands pores, puis les plus fins, et pour ce dernier cas la capacité de transport est plus faible. Cette diminution peut aussi être liée au phénomène de gonflement avec une augmentation de la teneur en eau et parce que le gonflement peut modifier la connectivité des pores en augmentant le nombre des méso-pores ;



- En comparant les éprouvettes N°4 et N°2f, il semble que le coefficient de diffusivité hydrique diminue lors de la désaturation. Cette diminution peut être liée au fait que l'échange entre le fluide interstitiel et la vapeur s'établit d'abord dans les pores plus grands puis dans les pores plus fins qui présentent une faible capacité de transport de masse. Des essais complémentaires sur la branche de désaturation seraient nécessaires pour déterminer une relation analytique de l'évolution de diffusivité hydrique en fonction de l'humidité relative.

Sur certaines courbes, en particulier la courbe obtenue sur l'éprouvette N°2 (Figure 4-7) pour le palier d'humidité relative HR = 25 % en trajet de désaturation, on remarque que la courbe numérique atteint plus rapidement l'équilibre que la courbe expérimentale et que l'ajustement est très bon aux petits temps. Ceci traduit un changement de la valeur du coefficient de diffusivité hydrique pendant le palier en fonction du degré de saturation.

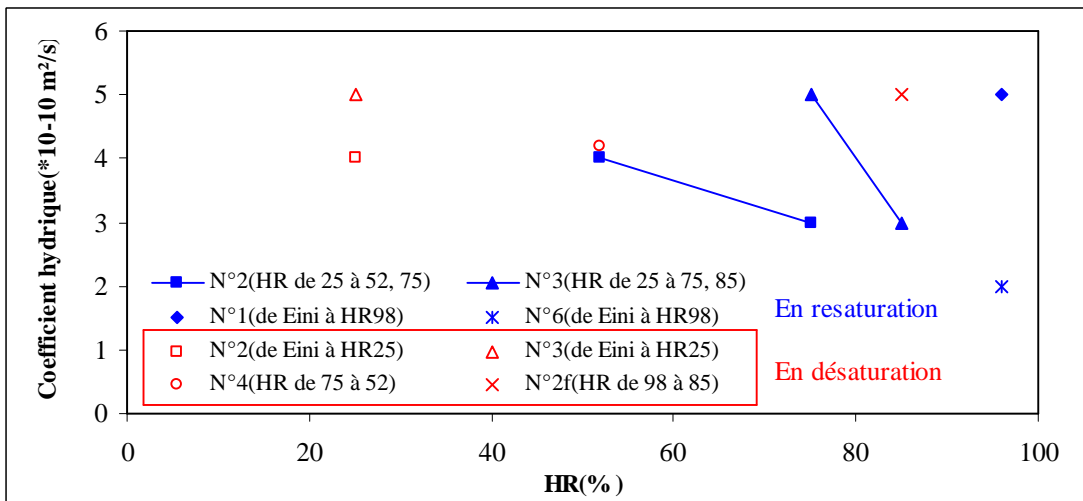


Figure 4-6 : Evolution du coefficient de diffusivité hydrique en fonction de l'humidité relative (désaturation –resaturation, et  $E_{ini}$  : état naturel).

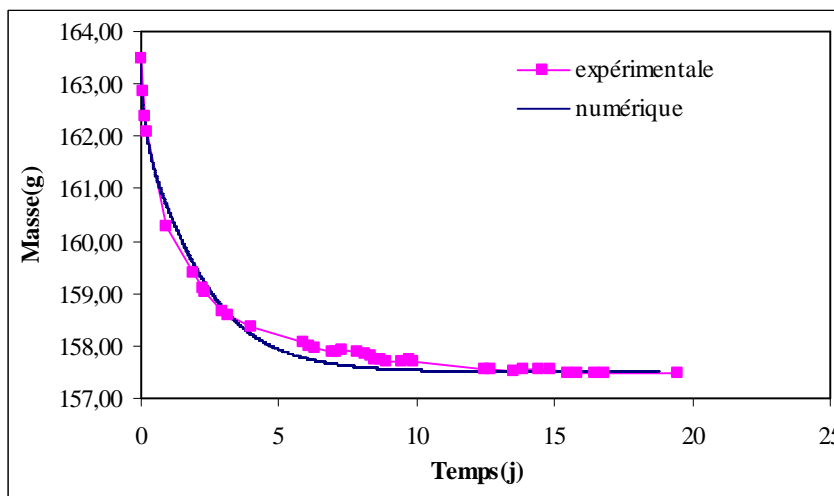


Figure 4-7 : Courbes expérimentale et modélisée de l'évolution de la masse de l'éprouvette N°2 lors du séchage dans l'étuve (coefficient de diffusion hydrique égal à  $4 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ).

### 2.3 Retrait et fissuration

Le retrait a été suivi pour l'éprouvette N°2 pendant sa désaturation sous une humidité relative égale à 25 % depuis son état naturel. Pour cela, ses dimensions ont été mesurées lors de chaque pesée avec un pied à coulisse ayant une précision 20  $\mu\text{m}$ .

Entre le début et la fin du séchage, sa hauteur est passée de 53,60 à 53,22 mm (*Figure 4-8*), et son diamètre de 39,96 à 39,72 mm, soit une déformation axiale d'environ 0,7 %, et une déformation volumique de 2 % environ. Ce retrait résulte de trois types de forces : la pression capillaire, la tension superficielle et la pression de disjonction ainsi qu'il l'a été mentionné dans le chapitre 1 et qui toutes induisent un réarrangement des particules argileuses.

Pendant la réhumidification sous humidité relative élevée de l'éprouvette N°6 (de l'état naturel à HR = 98 %), deux fissures ont été observées : la première fissure est apparue au 46<sup>ème</sup> jour et la seconde au 49<sup>ème</sup> jour. La photographie prise à 56<sup>ème</sup> jour montre que l'éprouvette est cassé en deux au niveau de la première fissure et que la deuxième fissure non traversante devient de plus en plus visible avec le temps (*Figure 4-9*). Le conditionnement hydrique de cette éprouvette a duré plus de deux mois et à la fin de cette durée, cette éprouvette était disquée en 3 morceaux.

Un examen visuel a permis d'identifier la présence d'un filonnet de pyrite (*Figure 4-10*) sur le plan de la première fissure. La fissuration serait donc liée à une oxydation de la pyrite et au gonflement associé (*Figure 4-11*). Ce phénomène peut donc induire de la fissuration, mais il contribue aussi à une augmentation de la pression de gonflement qui peut en retour réduire l'ouverture d'autres fissures.

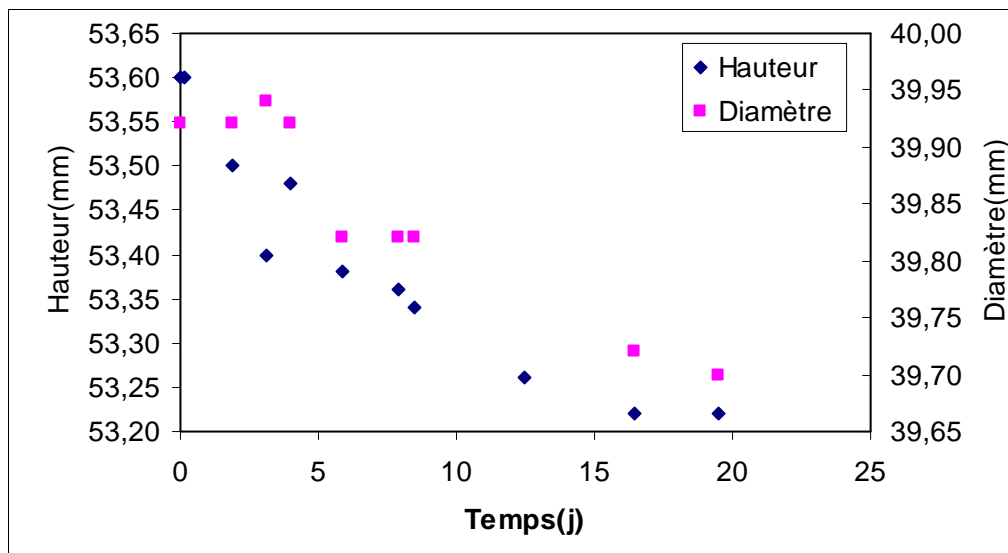


Figure 4-8 : Evolution de la hauteur et du diamètre d'éprouvette N°2 pour le palier de séchage sous humidité relative à 25 %

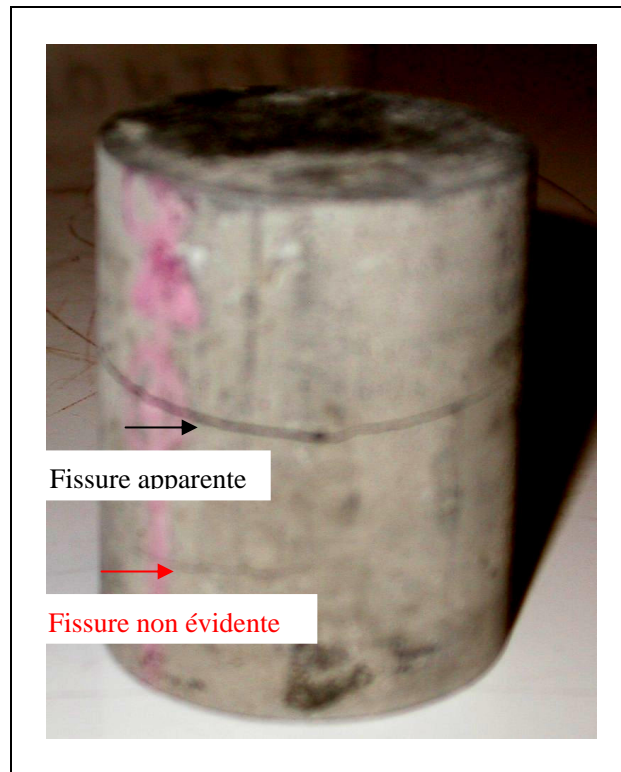


Figure 4-9 : Vue de l'éprouvette N°6 après 56 jours de conditionnement hydrique.



Figure 4-10 : Vue de trois morceaux de l'éprouvette N°6.



Figure 4-11 : Vue du morceau intermédiaire de l'éprouvette N°6 après séchage.

### **3 Résultats des mesures de perméabilité au gaz en fonction du degré de saturation sous contraintes isotropes**

Dans ce paragraphe, les mesures de perméabilité au gaz, sous une contrainte isotrope égale à 5 MPa, effectuées avec des éprouvettes à différents degrés de saturation seront analysées, ainsi que les valeurs de leur module de Young et les mesures de vitesse des ondes ultrasonores.

#### **3.1 Eprouvette à l'état naturel (N°5)**

Cette éprouvette dite à l'état naturel est une éprouvette taillée dans la carotte EST20548 qui n'a subi aucun conditionnement hydrique et son degré de saturation est de 87 %. La valeur de la perméabilité au gaz mesurée sous la contrainte isotrope de 5 MPa est de  $4,9 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$ . Cette valeur est supérieure à celles obtenues pour les autres éprouvettes (N°1, N°4) dans la même gamme de saturation. Cet écart sera expliqué dans le paragraphe suivant (3.4).

#### **3.2 Eprouvettes ayant subi une désaturation (épreuves N°2f, 4 et 2)**

L'éprouvette N°2f a été désaturée avec HR passant de 98 à 85 %. Pour sa part l'éprouvette N°4 a subi un palier avec HR passant de 75 à 52 % et l'éprouvette N°2 a désaturé de l'état naturel à HR 25 %.

- Chemin hydrique HR = 98 à 85 % (épreuve N°2f)

Pour ce trajet, la valeur de la perméabilité au gaz passe de  $1,6 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$  à  $8 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$ , soit une augmentation d'un facteur 5. Cette augmentation serait cohérente avec l'augmentation de l'espace poral occupé par le gaz du fait de la baisse du degré de saturation de 93 % à 79 %.

- Chemin hydrique HR = 75 à 52 % (épreuve N°4)

La diminution de l'humidité relative, passant de 75 à 52 %, a induit une augmentation de la perméabilité au gaz dont la valeur passe de  $2 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$  à  $4,9 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$ . Le degré de saturation de l'éprouvette a varié de 62 à 43 %.

- Chemin hydrique de l'état naturel à 25 % (épreuve N°2)

Après le séchage avec HR = 25 %, le degré de saturation de l'éprouvette N°2 diminue de 85 % à 19 % et la perméabilité au gaz mesurée de cette éprouvette fortement désaturée est de  $1,8 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2$ .

Entre les paliers de 98 % à 85 %, le module d'Young déterminé sur la courbe contrainte – déformation (4034 MPa) a augmenté de 15 %. Son augmentation est de 7 % pour les paliers Hr de 75 % à 52 % (3276 MPa). Ces mesures confirment le raidissement des argilites avec la désaturation, comme déjà observé par les autres auteurs (Dossier ANDRA 2005, chapitre 25).

#### **3.3 Eprouvettes ayant subi une résaturation (épreuves N°1, 2, 3 et 6)**

Six mesures de la perméabilité au gaz le long de la branche de résaturation ont été réalisées sur les quatre éprouvettes suivantes :

- trois mesures sur l'éprouvette N°2, qui a subi les paliers HR suivants : 25 % (faible), 52 % (intermédiaire) et 75 % (élevée) ;
- une mesure sur éprouvette N°3 lors du dernier palier de son conditionnement hydrique : état naturel → HR 25 % → 52 % → 85 % ;
- deux mesures sur les éprouvettes N°1 et N°6 à la même humidité relative de 98 %.

- Chemin hydrique HR 25 → 52 → 75 % (éprouvette N°2)

Pour cette suite de paliers hydriques, les valeurs de la perméabilité au gaz sont de  $1,8 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2$  (HR = 25 %),  $6,1 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$  (HR = 52 %) et  $2,1 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$  (HR = 75 %), auxquelles correspondent respectivement les degrés de saturation suivants : 19, 37 et 53 %. La perméabilité au gaz diminue, approximativement d'un facteur 3 pour chaque augmentation de 25 points de l'humidité relative.

- Chemin hydrique HR = 25 à 85 % (éprouvette 3)

Une seule mesure de perméabilité a été effectuée pour cette éprouvette dont le chemin hydrique de 25 à 85 % a comporté plusieurs paliers. Cette mesure effectuée pour le dernier palier (HR = 85 %) l'a été sous une contrainte isotrope de 6 MPa. La valeur mesurée est de  $1,9 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$  et celle du degré de saturation de l'éprouvette égale à 60 %.

- Palier hydrique HR = 98 % (éprouvette 1)

La perméabilité au gaz de cette éprouvette N°1 a été mesurée sous une contrainte isotrope de 6 MPa et la valeur estimée est de  $0,9 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$ . En considérant que le conditionnement hydrique a été effectué sous la plus élevée des humidités relatives, cette valeur de perméabilité peut sembler élevée. Néanmoins elle est cohérente avec le fait que cette éprouvette n'est pas totalement saturée, son degré de saturation étant égal à 91 %.

- Palier hydrique HR = 98 % (éprouvette 6)

La perméabilité au gaz mesurée pour cette éprouvette N°6 a été estimée inférieure à  $10^{-21} \text{ m}^2$ . Cette très faible perméabilité au gaz est cohérente avec le fait que cette éprouvette est issue de la carotte la plus éloignée de la paroi et pour laquelle les mesures effectuées avec d'autres éprouvettes (cf. Chapitre 3) avaient donné des valeurs proches de  $10^{-21} \text{ m}^2$ . La teneur en eau de cette carotte était supérieure à celle de la carotte (EST20548). A l'issue de plus de deux mois de conditionnement hydrique sous une humidité relative de 98 %, la teneur en eau de cette éprouvette était de 6,38 % et son degré de saturation a été estimé à 92 %.

On notera aussi que cette éprouvette était affectée par deux fissures perpendiculaires à son axe, le découpant en trois morceaux. Apparemment, ces fissures normales à l'écoulement du gaz n'influencent pas la valeur de la perméabilité au gaz qui est très faible et conditionnée par l'état de quasi-saturation de l'éprouvette. Il n'a pas été possible d'évaluer précisément la valeur de la perméabilité car elle a été mesurée avec une configuration du banc de mesure avec un réservoir amont de grand volume ( $2250 \text{ cm}^3$ ) et un flux parasite important et égal à  $2 \text{ mbar} \cdot \text{h}^{-1}$ .

Pour ces chemins hydriques en resaturation, les valeurs du module d'Young diminuent avec l'augmentation de l'humidité relative imposée et donc celle du degré de saturation. Ainsi pour l'éprouvette N°2 la valeur du module de Young est de 4705 MPa pour le palier d'humidité

relative égale à 25 %. Elle diminue de 11 % lorsque que l'humidité relative augmente de 17 points et de 18 % lorsqu'elle passe de 52 % à 75 %. Les mesures sont trop ponctuelles pour en déduire une relation analytique entre le module de Young et le degré de saturation ou l'humidité relative.

Pour chacun des éprouvettes, la vitesse de propagation des ondes ultrasonores a été mesurée avant la mise en cellule triaxiale et après le démontage de celle-ci. La mesure de la vitesse des ondes n'a été réalisée que suivant l'axe des éprouvettes pour limiter le temps de contact avec l'atmosphère ambiante du laboratoire avant le placement dans la cellule de la mesure. Le *Tableau 4-6* regroupe l'ensemble des mesures obtenues.

Initialement, la valeur de la vitesse des ondes ultrasonores varie entre 3653 et 4082 m.s<sup>-1</sup> (*Tableau 4-6*). La diminution de la vitesse des ondes suite à une désaturation ne dépasse pas 15 %.

La variation des vitesses des ondes suivant un chemin hydrique en resaturation ou en desaturation est illustrée par la *Figure 4-12*. Elle montre que la vitesse des ondes diminue toujours aussi bien en desaturation qu'en resaturation, par rapport à une valeur initiale correspondante à l'état naturel de l'éprouvette. Les résultats semblent montrer que la diminution est plus importante en resaturation qu'en desaturation.

Pour un chemin en desaturation, cette diminution s'explique principalement par l'augmentation de la phase d'air dans la porosité, car la vitesse des ondes dans l'air est 4 fois moins importante que celle dans l'eau. La micro-fissuration qui serait induite par la desaturation a un rôle secondaire sur la valeur de la vitesse des ondes par rapport à l'effet dû au remplacement de l'eau par l'air dans l'espace poral.

En revanche, la diminution observée lors de la resaturation peut s'expliquer par une microfissuration induite. Ces microfissures se présentent comme des barrières ralentissant la propagation des ondes puisque il y a alors propagation dans le fluide interstitiel au lieu d'une propagation dans le squelette minéral et d'autre part l'ouverture de ces microfissures est supérieure à celles des pores initiaux. Ces microfissures sont créées par le gonflement des minéraux argileux lors de la resaturation qui en raison des forces répulsives entre particules argileuses liées à l'augmentation locale de la quantité d'eau conduisent à des phénomènes de localisation du gonflement avec une ouverture de microfissures. Ce phénomène de localisation est l'inverse de celui observé macroscopiquement lors du retrait de matériaux argileux, et il a été très souvent observé, à l'échelle microscopique, pour des matériaux argileux gonflants.

On notera que la variation observée pour l'éprouvette N°2f est faible (1 à 2), ce qui est proche de l'incertitude des mesures et que cette éprouvette présente à nouveau un comportement singulier qui laisse à penser que naturellement elle est déjà affectée par des microfissures.

La comparaison des résultats mesurés avant et après les mesures de la perméabilité montre qu'il y a globalement une très faible variation de la vitesse des ondes ultrasonores (< 1 %) entre les deux états. Ceci confirme que d'une part l'état de saturation de l'éprouvette n'a pas modifié suite à la mise sous pression de gaz et à son écoulement pendant la mesure de perméabilité et que d'autre part la contrainte isotrope imposée n'induit pas d'endommagement.

Tableau 4-6 : Vitesse des ondes ultrasonores,  $V_p$ , et sa variation avant et après la mesure de la perméabilité.

Chemin hydrique	Eprouvette	Etat	Vitesse des ondes $V_p$ [m.s <sup>-1</sup> ]		Variation $\Delta V_p/V_p$ [%]	
			Avant essai	Après essai	Avant essai	Après essai
Désaturation	N°2f	Etat initial	3925			
		HR = 98%	3877	3962	-1,2	+0,9
		HR = 85%	3853	3780	-1,8	-3,7
	N°4	Etat initial	4082			
		HR = 75%	3916	3484	-4,0	-14,6
		HR = 52%	3484	3502	-14,6	-14,2
Resaturation	N°2	Etat initial	4094			
		HR ≈ 25%	3501	3936	-14,5	-3,9
		HR = 52%	3530	3553	-13,8	-13,2
		HR = 75%	3327	3302	-18,7	
	N°3	Etat initial	3995			
		HR = 75%	3853		-3,5	
		HR = 85%	3188	3376	-20,2	-15,5
	N°1	Etat initial	3680			
		HR = 98%	3188	3376	-13,4	-8,3

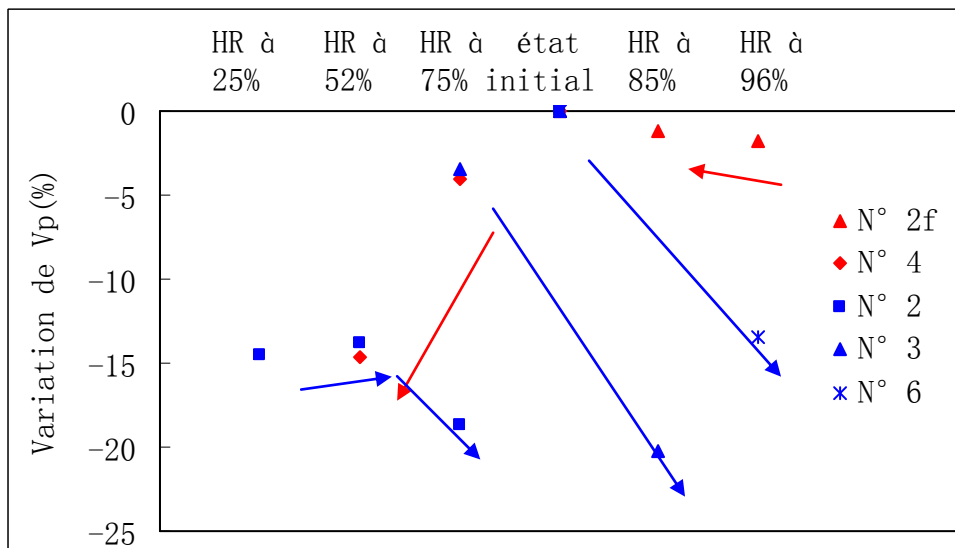


Figure 4-12 : Variation relative de la vitesse des ondes ultrasonores suivant le chemin hydrique (désaturation en rouge, resaturation en bleu).

### 3.4 Synthèse

Les valeurs de la perméabilité au gaz mesurée pour ces éprouvettes de la carotte EST20548 sous différents degrés de saturation se situent dans l'intervalle  $10^{-18}$ - $10^{-20}$  m<sup>2</sup>. Ces valeurs sont beaucoup plus importantes que celles mesurées sur les éprouvettes de la carotte EST20567 située à 12 m de la paroi du puits en conditions naturelles avec une valeur moyenne égale à  $10^{-21}$  m<sup>2</sup> et celle de l'éprouvette N°6 provenant de cette dernière carotte dont la perméabilité

au gaz mesurée est inférieure à  $10^{-21}$  m<sup>2</sup> après un conditionnement hydrique sous très forte humidité relative (HR = 98 %) pendant une longue durée.

Trois facteurs diffèrent entre cette série de mesures et celles présentées dans le chapitre 3 :

- le niveau de contraintes isotropes imposées, 5 MPa contre 11 MPa pour la carotte EST20567 ;
- la pression initiale du gaz, 2,5 à 3 MPa contre 6 MPa ;
- la teneur en eau moyenne des éprouvettes 5 % contre 7 %.

Le niveau moindre des contraintes isotropes imposées peut influencer sur la valeur de perméabilité au gaz mesurée en liaison avec une modification du réseau poreux, d'autant plus que les pores les plus déformables sont a priori les plus gros et que ce sont ceux contribuant le plus à la valeur de la perméabilité au gaz en raison de leur plus faible potentiel capillaire. L'effet Klinkenberg peut induire une augmentation de la perméabilité apparente lorsque la pression moyenne du gaz diminue. Dans le cas présent en raison de la faible importance des incréments de pression appliqués, la pression moyenne peut être assimilée à la pression de ligne du gaz. Entre les deux séries de mesures, la pression moyenne du gaz a donc été divisée par un facteur 2, mais en raison des valeurs élevées, 2,5 à 3 MPa, ces conditions correspondent à des points très proches de l'origine dans le diagramme de Klinkenberg : Perméabilité – Inverse de la pression moyenne. La valeur exacte du coefficient  $b$  de la relation de Klinkenberg n'a pas été déterminée expérimentalement, mais elle ne peut expliquer à elle seule la variation de perméabilité observée car si c'était le cas la valeur de  $b$  serait de l'ordre de 17,5 MPa ce qui est au-delà des valeurs usuelles.

La moindre teneur en eau des éprouvettes serait plus en accord avec les valeurs plus élevées de la perméabilité au gaz mesurées. En supposant que les deux carottes ont la même texture, nécessairement les éprouvettes de la carotte EST20548 n'étaient pas saturées et donc elles doivent présenter à l'état « naturel » une perméabilité effective au gaz plus élevée.

Cet état « naturel » de non saturation des éprouvettes n'est pas représentatif de l'état de saturation du matériau dans le massif. Il est uniquement lié au conditionnement et à la conservation de la carotte dans la cellule T1 et à la phase de préparation des éprouvettes. De même, un état non saturé de la carotte à l'instant du carottage des éprouvettes peut être plus propice à la création d'un endommagement, au moins superficiel, lors de la confection des éprouvettes en raison de la plus grande rigidité du matériau.

L'ensemble des valeurs mesurées permet de tracer une relation entre la perméabilité au gaz mesurée et le degré de saturation (*Figure 4-13*) ou entre la perméabilité au gaz et la teneur en eau des éprouvettes (*Figure 4-15*). Hormis les points correspondant à l'éprouvette 5 (état naturel) et à l'éprouvette 2f pour le palier hydrique HR = 85 %, les autres valeurs se répartissent sur une courbe continue. La *Figure 4-14* montre que la perméabilité au gaz augmente quasi-linéairement avec la pression capillaire déduite des humidités relatives imposées avec la loi de Kelvin.

La présence, dans le cas de l'éprouvette N°5, ou le développement, pour l'éprouvette 2f, d'éléments texturaux (microfissures liées à la préparation et au conditionnement hydrique, macroéléments (fossile) ou filon de pyrite oxydé) modifient fortement la valeur de la perméabilité au gaz mesurée quand bien même les différences de degré de saturation avec les autres éprouvettes sont faibles.



La plus faible des valeurs mesurées est de  $0,9 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$ , mais elle est associée à un degré de saturation égal à 89 % qui est relativement éloigné de la saturation. Des mesures antérieures de déformation en fonction de l'humidité relative (H. Freissmuth, 2002) avaient montré que la variation de déformation était la plus importante lorsque l'humidité relative était supérieure à 90 %. Ceci laisse donc supposer qu'une variation de perméabilité importante est possible au-delà du point de mesure pour un degré de saturation de 90 % et que la perméabilité au gaz pourrait décroître jusqu'à des valeurs similaires à celles mesurées sur la carotte EST20567 qui sont de l'ordre de  $1 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2$ . La faible perméabilité au gaz mesurée avec l'éprouvette N°6 issue de cette carotte confirme cette hypothèse.

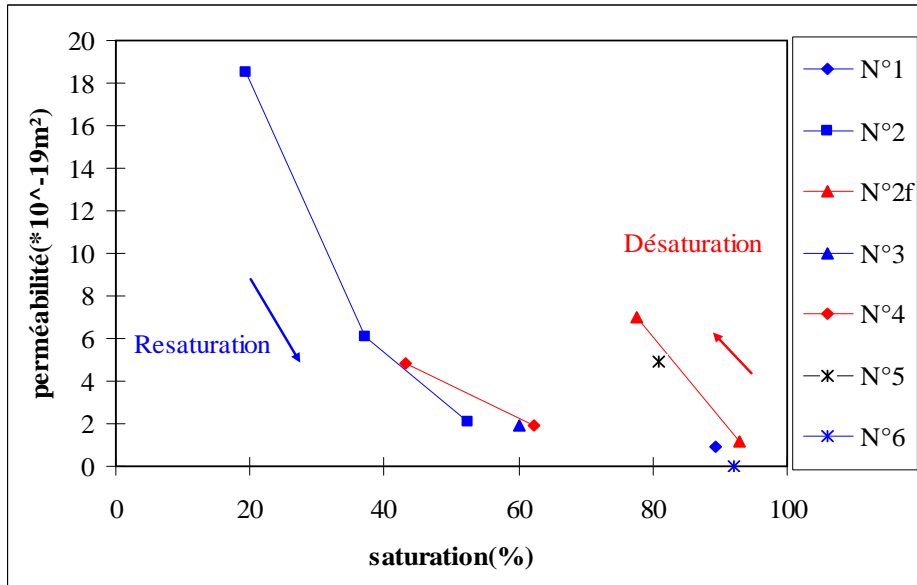


Figure 4-13 : Perméabilité au gaz mesurée en fonction du degré de saturation.

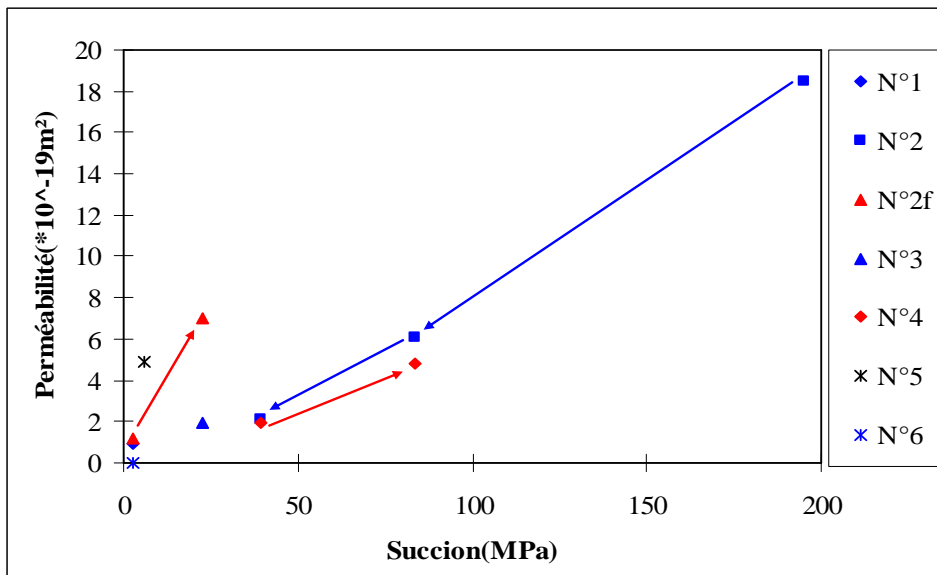


Figure 4-14 : Perméabilité au gaz mesurée en fonction de la pression capillaire équivalente.

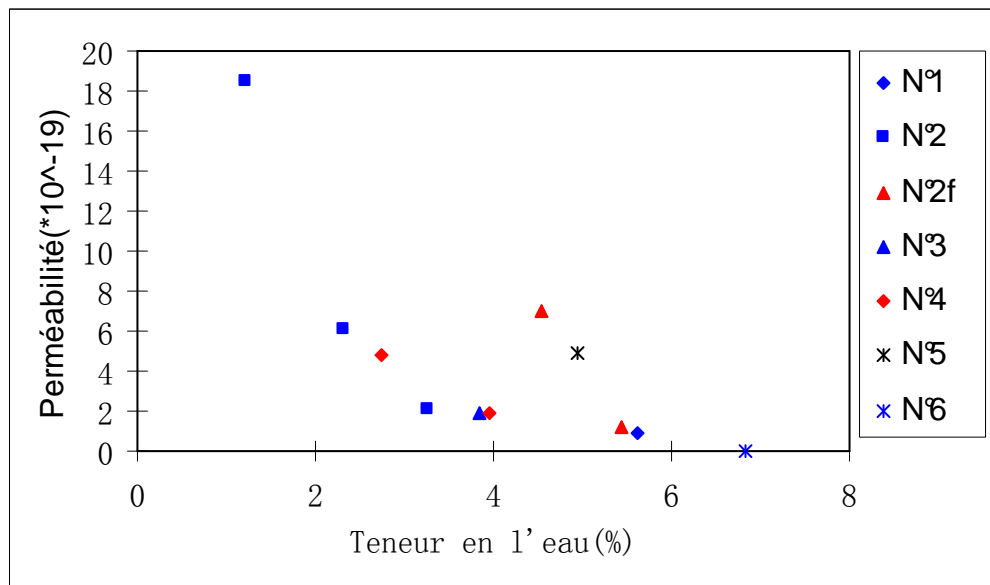


Figure 4-15 : Perméabilité au gaz mesurée en fonction de la teneur en eau des éprouvettes.

### 3.5 Discussions

#### 3.5.1 Variations de masse des éprouvettes d'argilites pendant les mesures de la perméabilité au gaz

Une attention particulière a été portée à la variation de la masse des éprouvettes, donc de la variation de leur degré de saturation, pendant les mesures en raison de la mise sous pression de gaz et de son écoulement dans la porosité des éprouvettes. Cette variation peut être due à deux phénomènes, soit à une vaporisation du fluide interstitiel, soit à un déplacement du fluide interstitiel par le gaz.

Une mesure de la masse de l'éprouvette et des pierres poreuses en contact avec ses extrémités a été effectuée avant la mise en place dans la cellule de mesure et après démontage de celle-ci. Les résultats confirment ceux déjà présentés et discutés dans le chapitre 3, à savoir que la variation de masse est négative, donc il y a une perte de masse, à priori d'eau, des éprouvettes pendant la mesure de perméabilité au gaz, mais qu'elle est inférieure à 0,07 g, soit une variation inférieure à un point de degré de saturation.

Il faut noter que dans deux cas des traces d'huile ont été détectées ponctuellement sur une face de l'éprouvette. Il s'agit de l'huile utilisée pour le confinement des éprouvettes. Le contact avec l'éprouvette a, dans les deux cas, eu lieu lors du démontage et non pas pendant l'essai. Donc la présence de cette huile n'a pu perturber les mesures de perméabilité. Pour ces deux cas, il est évident que la variation de la masse est positive.

#### 3.5.2 Influence de la contrainte appliquée sur le degré de saturation

Du fait de la mise sous contraintes, le volume poreux et le volume total des éprouvettes subissent une variation de volume. Hors le conditionnement hydrique a été réalisé dans les

conditions du laboratoire, nous examinons ici la variation du degré de saturation induite par le chargement mécanique isotrope imposé afin d'évaluer si il y a lieu de corriger les valeurs du degré de saturation.

Pour évaluer cette influence, un modèle poroélastique linéaire sera utilisé et dont l'équation mécanique en compression isotrope s'écrit, à partir du modèle de Biot, de la manière suivante :

$$-\frac{\Delta V_p}{V_p} = \frac{1}{n} \left[ \frac{1}{K} - \frac{1}{K_s} \right] (\Delta \sigma_m - \Delta p) + \frac{1}{K_s} \Delta p \quad 4.4$$

Où  $V_p$  est le volume des pores,  $n$  est la porosité,

$K_s$  est le module d'incompressibilité de la phase solide,

$\Delta P$  est la variation de la pression interstitielle

$\Delta \sigma_m$  est la variation de la contrainte hydrostatique

$K$  est le module d'incompressibilité du matériau, qui peut être évalué à partir du module de déformation du matériau à partir de la relation :

$$K = E / (3*(1-2\nu)) \quad 4.5$$

En choisissant une valeur du coefficient de Poisson égale à 0,3, on aboutit à la relation :

$$K \approx 0,83 E \quad 4.6$$

Les valeurs de module de Young pour les argilites MHM sont, en moyenne, de l'ordre de 5 GPa, soit une valeur de 4,2 GPa pour le module  $K$ . Ceci permet d'utiliser l'hypothèse simplificatrice que le module d'incompressibilité de la phase solide du matériau,  $K_s$ , est beaucoup plus important que celui du matériau,  $K$ , soit  $K_s \gg K$ . L'équation (4.4) peut se simplifier et s'écrire :

$$-\frac{\Delta V_p}{V_p} = \frac{1}{n} \frac{1}{K} (\Delta \sigma_m - \Delta p) \quad 4.7$$

Enfin si l'on suppose que le volume de l'eau est invariant suite aux mises sous contraintes et en pression de gaz, on a :

$$\frac{\Delta \text{Sat}}{\text{Sat}} = -\frac{\Delta V_p}{V_p} = \frac{1}{n} \frac{1}{K} \Delta \sigma = \frac{1}{0,83n E} \Delta \sigma \quad 4.8$$

$\Delta \sigma$  représentant une variation de contraintes, en toute rigueur  $\sigma_{\text{isotrope}} - P_0$ , mais dans une approche majorante, l'influence de la pression du gaz sera négligée et donc  $\Delta \sigma$  sera pris égal à 6 MPa pour les essais présentés.

En considérant une porosité égale à 15 %, l'augmentation relative du degré de saturation serait de 1 %, soit moins d'un point et donc inférieure à celle induite par la perte de masse pendant la mesure.

De même, toutes les évaluations du degré de saturation ont été conduites en considérant un volume global des éprouvettes constant. Les mesures dimensionnelles effectuées lors du conditionnement dans l'étuve de l'éprouvette N°2 montrent que le retrait volumique global de cette éprouvette d'environ 2 %. Or les incertitudes sur les degrés de saturation rapportés dans ce mémoire sont au moins égales aux variations induites par la mise sous contraintes des

échantillons. Il n'est donc pas nécessaire de tenir compte de la variation de porosité avec les contraintes appliquées et de corriger les valeurs du degré de saturation issues du conditionnement hydrique pour les associer aux valeurs de perméabilité mesurées sous contraintes isotropes.

### 3.5.3 Vérification de la porosité estimée expérimentale

Les valeurs du degré de saturation déterminées à partir de la masse des échantillons, de leur volume géométrique et la masse volumique du squelette solide présentent de fortes incertitudes que l'on s'est efforcé de réduire en procédant aux diverses mesures avec la plus grande précision possible.

Pour évaluer la fiabilité des valeurs du volume des pores déduites de ces mesures, les courbes de variations de pression pendant les mesures de perméabilité au gaz ont été utilisées. En effet, parmi les paramètres nécessaires pour la modélisation de ces courbes de pression de gaz lors de la détermination de la perméabilité au gaz mesurée, intervient la part de la porosité occupée par le gaz dans l'échantillon,  $n_{\text{gaz}}$ . Cette valeur influence légèrement la cinétique de la dissipation de l'incrément de pression, mais elle influe très fortement sur la valeur finale de la pression d'équilibre entre les deux réservoirs. Or pour l'ensemble des mesures effectuées avec ces échantillons et en raison des valeurs relativement importantes de la perméabilité au gaz mesurée, cette pression finale d'équilibre a été atteinte. Donc les valeurs de la porosité occupée par le gaz déterminées à partir de la modélisation des courbes de dissipation de l'incrément de pression doivent être significatives des valeurs réelles. Cette confiance est renforcée par le fait que dans tous les cas les accords entre les pressions modélisées et les pressions expérimentales sont excellents, sur l'ensemble de la durée de la dissipation.

Les valeurs de la porosité occupée par le gaz déterminées par la modélisation des pressions ont été reportées en fonction des valeurs déterminées expérimentalement. Hormis le cas d'échantillon 2f, qui est toujours singulier, l'accord entre les deux jeux de valeurs est très bon (Figure 4-16), ce qui conforte les valeurs de porosité initiale estimées.

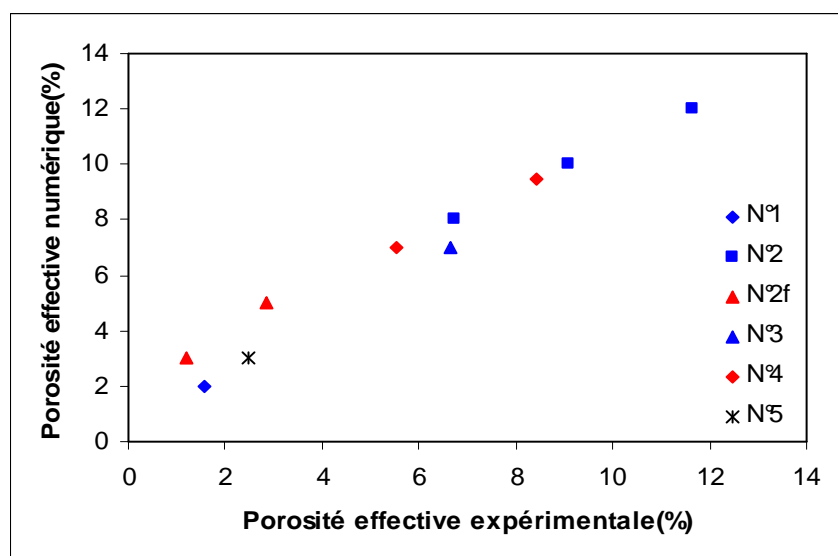


Figure 4-16 : Relation entre les valeurs de porosité effective déterminées par modélisation et celles issues des mesures expérimentales.

## 4 Mesures de la perméabilité au gaz en fonction du déviateur de contraintes et pour différents degrés de saturation

A l'issue de l'étude de la perméabilité au gaz en fonction du degré de la saturation sous une contrainte isotrope, les éprouvettes ont été reprises pour réaliser des nouvelles mesures de perméabilité au gaz mais cette fois-ci sous un déviateur de contraintes afin d'évaluer l'impact d'un endommagement mécanique des argilites du Callovo-Oxfordien pour un degré de saturation donnée.

### 4.1 La perméabilité au gaz en fonction de la contrainte déviatorique

Comme pour la mesure de la perméabilité au gaz avec différents degrés de saturation (cf. paragraphe 3), la mesure de la perméabilité au gaz sous contraintes déviatoriques a été réalisée suivant le protocole expérimental présenté dans le paragraphe 2. Les résultats obtenus sont présentés ci-après suivant le degré de saturation : de l'état presque saturé vers l'état le moins saturé.

#### 4.1.1 Mesures pour un degré de saturation de 91 % (éprouvette N°1)

Cet essai a été réalisé avec l'éprouvette N°1 qui a subi un confinement hydrique sous une humidité relative de 98 % en resaturation. Son degré de saturation est de 91 %.

Sous un confinement constant de 5 MPa, les mesures de perméabilité au gaz ont été effectuées pour 2 niveaux du déviateur de contraintes : 13 et 18 MPa. L'éprouvette s'est rompue quand la contrainte axiale a atteint 28,5 MPa, suite à une chute de la pression axiale et à son rétablissement. Les mesures présentées dans le Tableau 4-7 ne montrent qu'une diminution peu significative de perméabilité avec l'augmentation de la contrainte axiale. La baisse entre la contrainte isotrope et le déviateur à 18 MPa n'est que  $0,25 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$ , soit 28 %.

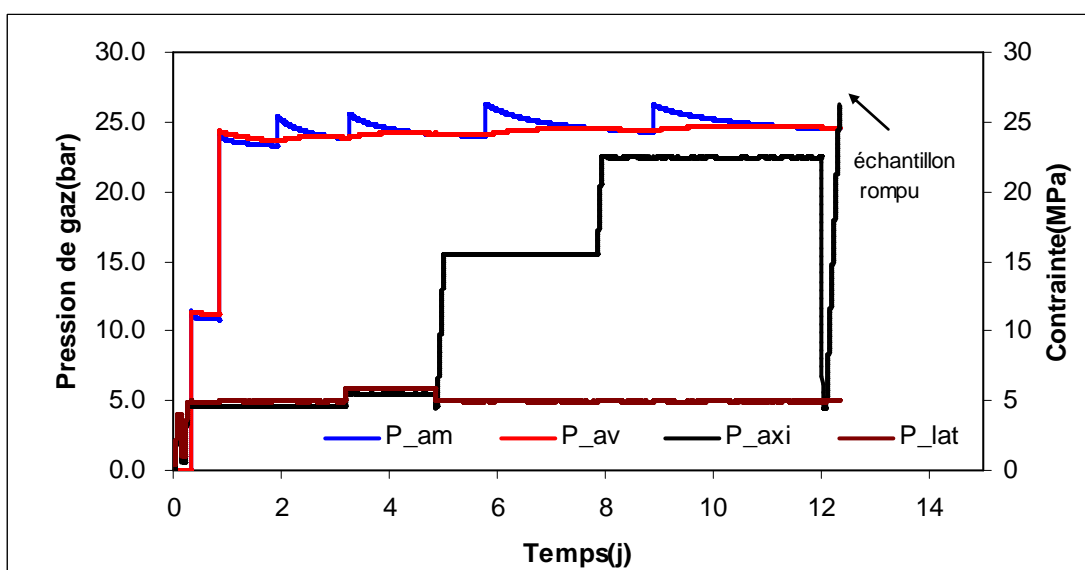


Figure 4- 17 : Historique des contraintes et des pressions de gaz pour l'éprouvette N°1.

Tableau 4-7 : Valeurs de la perméabilité au gaz mesurée pour l'éprouvette N°1 en fonction des contraintes appliquées.

Cycle		Chargement			
Contraintes [MPa]	P <sub>axiale</sub>	5	6	18	23
	P <sub>confinement</sub>	5	6	5	5
	Déviateur	0	0	13	18
k <sub>gaz</sub> [10 <sup>-21</sup> m <sup>2</sup> ]		2	0,9	0,85	0,65

#### 4.1.2 Mesures pour un degré de saturation de 81 % (éprouvette N°5)

Il s'agit l'éprouvette n°5, qui n'a pas subi de conditionnement hydrique et qui représente l'état naturel des éprouvettes. Néanmoins son état de saturation n'est pas parfait, puisque son degré de saturation est de 81 %.

Le déroulement de cet essai a été conforme au protocole présenté dans le paragraphe 1.3 de ce chapitre, c'est-à-dire avec 3 niveaux de déviateur de contraintes : 13, 18 et 23 MPa et un cycle de chargement - déchargement, le tout avec une contrainte de confinement égale à 5 MPa.

Les valeurs de la perméabilité au gaz mesurée sous ces déviateurs et sous la contrainte isotrope au début et à la fin du chemin de chargement axial sont présentées dans le *Tableau 4-8*. La valeur de la perméabilité au gaz mesurée sous la contrainte isotrope de 5 MPa est de  $12,5 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$ . Elle est plus importante que celle mesurée lors de l'étude de la perméabilité au gaz en fonction de la saturation ( $4,88 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$ ), avec un degré de saturation égal à 87 %. Cette forte augmentation de perméabilité ne peut s'expliquer par une légère désaturation de l'éprouvette entre les deux mesures. L'observation post essai n'a pas permis non plus de déceler de signes d'éléments texturaux pour expliquer cette forte perméabilité. On peut aussi envisager que la perte de masse résulte d'un flux en phase vapeur au travers des défauts de l'emballage. Il en résulterait une désaturation préférentielle de la surface de l'éprouvette qui permettrait un flux de gaz plus important que dans la masse de l'éprouvette. De ce fait, il en résulte que cette éprouvette ne peut servir de référence pour l'évolution de la perméabilité sous déviateur de contraintes des éprouvettes dans un « état naturel ».

La valeur de la perméabilité au gaz mesurée diminue avec l'augmentation du déviateur et elle présente une augmentation moins importante lorsque le déviateur diminue. Une hystérésis est observée pendant le cycle chargement-déchargement (*Figure 4-19*). La décroissance de la perméabilité est quasi-linéaire avec l'accroissement du déviateur, de l'ordre de  $0,7 \text{ \%} \cdot \text{MPa}^{-1}$ . La recouvrance de la perméabilité est partielle, 88 %, et elle n'intervient que pour le premier palier de déchargement.

Tableau 4-8 : Valeurs de la perméabilité au gaz mesurée pour l'éprouvette N°5 en fonction des contraintes appliquées.

Cycle		Chargement				Déchargement	
Contraintes [MPa]	P <sub>axiale</sub>	5	18	23	28	18	5
	P <sub>confinement</sub>	5	5	5	5	5	5
	Déviateur	0	13	18	23	13	0
k <sub>gaz</sub> [10 <sup>-19</sup> m <sup>2</sup> ]		12,5	11,5	11,0	10,05	11,0	11,0

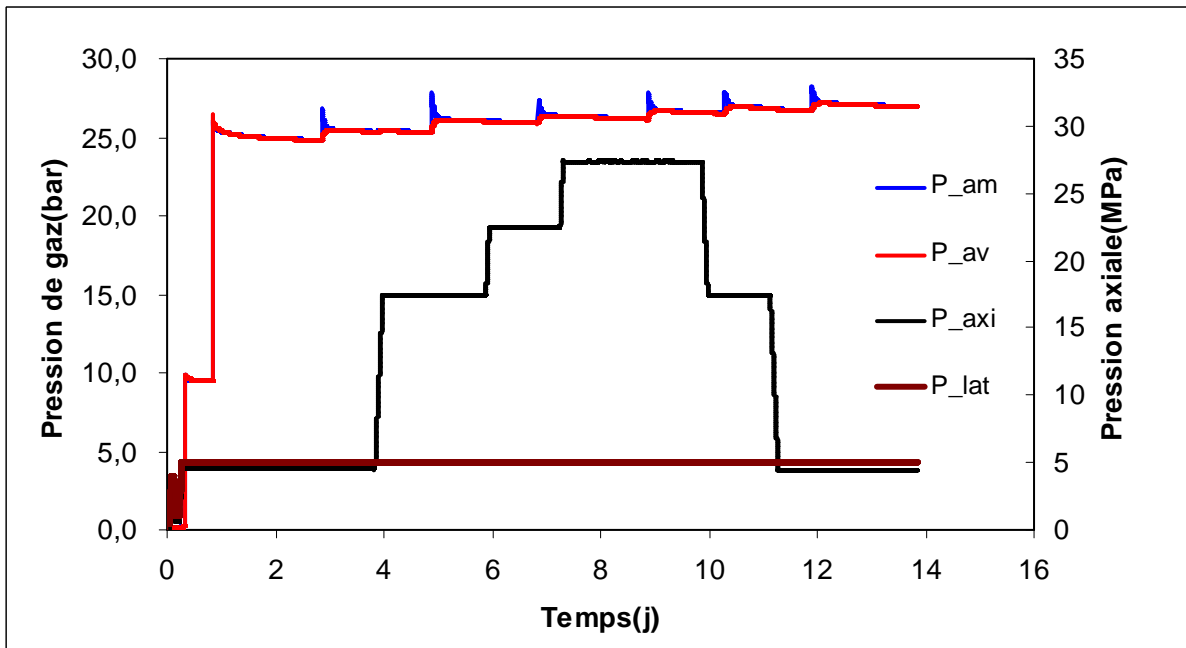


Figure 4-18 : Historique des contraintes et des pressions de gaz pour l'éprouvette N°5.

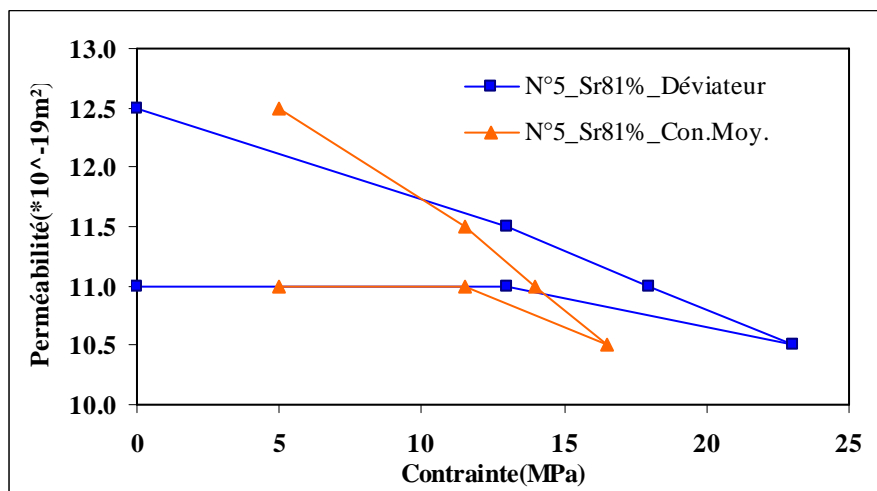


Figure 4-19 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée pendant le cycle de chargement-déchargement axial pour l'éprouvette N°5.

#### 4.1.3 Mesures pour un degré de saturation de 79 % (éprouvette N° 2f)

Il s'agit l'éprouvette 2f qui a subi un conditionnement hydrique avec une humidité relative de 85 % en désaturation. Son degré de saturation était de 79 %, mais rappelons que cette éprouvette a des réponses singulières.

Les mesures de la perméabilité au gaz ont été réalisées pour trois déviateurs de contraintes : 7, 12 et 17 MPa avec un cycle de chargement-déchargement. La contrainte de confinement imposée a été de 11 MPa afin d'obtenir un meilleur contact entre l'éprouvette et la jaquette et en espérant ainsi obtenir une valeur de perméabilité au gaz plus faible que celle mesurée sous

la contrainte isotrope de 5 MPa, qui était singulière élevée, dans l'hypothèse où cette valeur singulière était liée à un écoulement entre la jaquette et l'éprouvette.

Toutes les valeurs de la perméabilité au gaz obtenues pour les différentes étapes de chargement sont regroupées dans le *Tableau 4-9*. La valeur de perméabilité au gaz mesurée sous la contrainte isotrope de 11 MPa est de  $8.10^{-19} \text{ m}^2$  qui est globalement très élevée compte tenu des résultats des autres éprouvettes et de son degré de saturation. Ceci ne confirme donc pas l'hypothèse d'un écoulement au contact de la jaquette et valide que la réponse singulière de cette éprouvette est liée à ses caractéristiques propres. Sous déviateur de contraintes les valeurs mesurées diminuent linéairement avec l'augmentation du déviateur,  $3,3 \text{ \%} \cdot \text{MPa}^{-1}$  et il n'y a pas de recouvrement de la perméabilité lors de la diminution du déviateur (*Figure 4-21*). Ce taux de diminution est beaucoup plus important que pour les autres éprouvettes, ce qui témoignerait d'une microfissuration initiale de cette éprouvette qui se refermerait sous l'effet de la contrainte axiale qui ne serait pas compensée par la création d'autres microfissures dues à un endommagement mécanique.

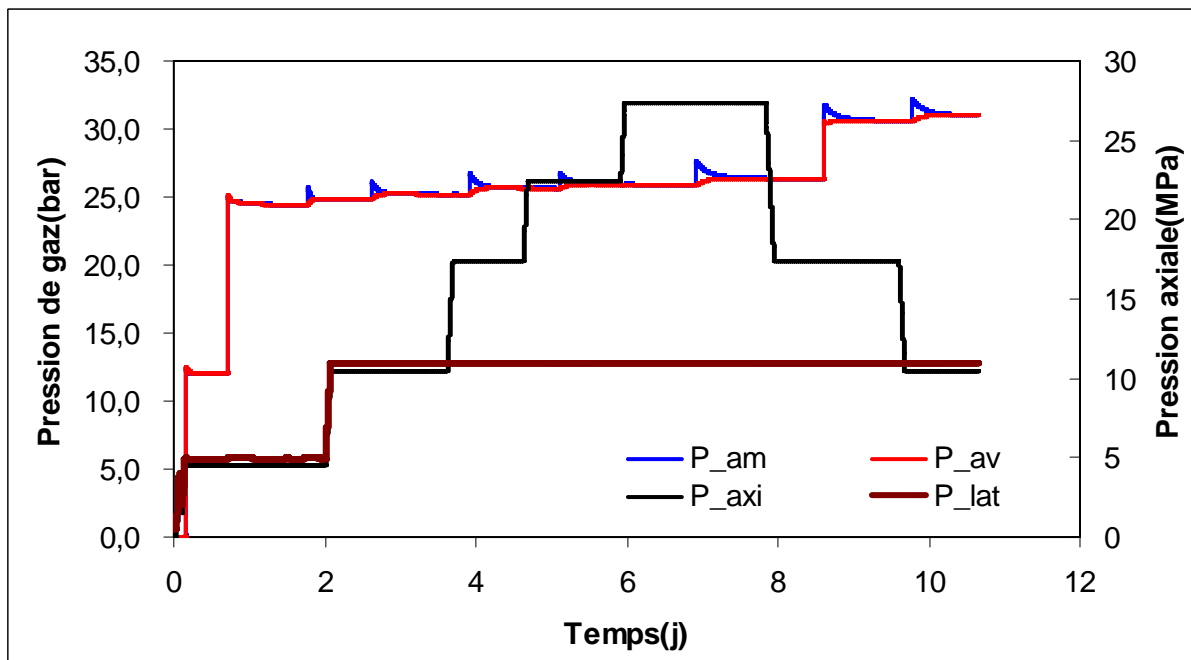


Figure 4-20 : Historique des contraintes et des pressions de gaz de l'éprouvette 2f.

Tableau 4-9 : Valeurs de la perméabilité au gaz mesurée de l'éprouvette N°2f en fonction des contraintes appliquées.

Cycle		Chargement				Déchargement	
Contraintes [MPa]	P <sub>axiale</sub>	11	18	23	28	18	11
	P <sub>confinement</sub>	11	11	11	11	11	11
	Déviateur	0	7	12	17	7	0
k <sub>gaz</sub> [ $10^{-19} \text{ m}^2$ ]		8	6	4,75	3,5	3,9	3,5



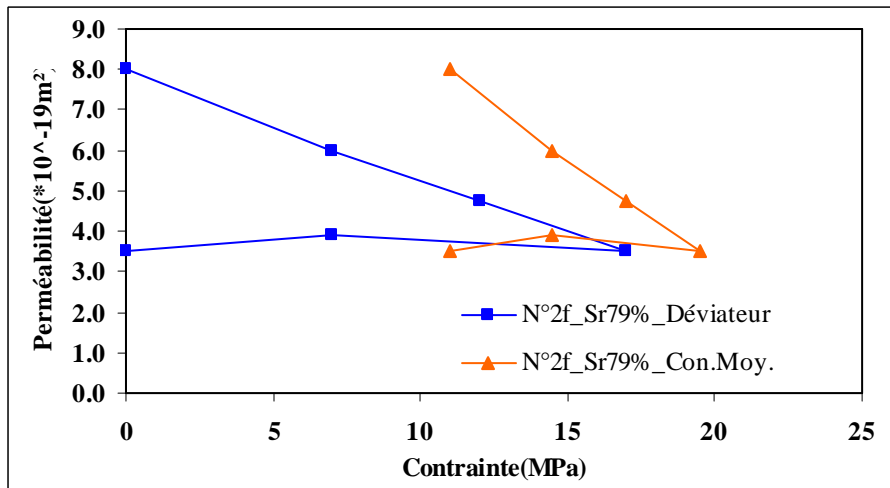


Figure 4-21 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée pendant le cycle de chargement-déchargement pour l'éprouvette N°2f.

On notera que lors de cet essai, un palier du déchargement de la pression axiale a été perturbé suite à un changement de la nature du gaz de mesure consécutivement à une pression insuffisante pour générer l'incrément de pression. De l'azote a donc été utilisé pour les deux dernières mesures de perméabilité. Ceci induit donc une plus grande incertitude sur ces valeurs de perméabilité au gaz mesurées en raison de la modification de l'équation d'état du gaz de mesure, même si les valeurs des constantes ont été recalculées par composition de celles de chacun des deux gaz, argon et azote, et de la concentration estimée en chacun des deux gaz.

A l'issue du cycle de mesure sous déviateur de contraintes, l'éprouvette a été examinée (Figure 4-22). A part une tâche d'huile antérieure au cycle de mesure, il apparaît, sur la surface latérale, la trace d'un filonnet de pyrite orienté suivant l'axe de l'éprouvette, et sur la face latérale, on a pu distinguer un plan de sédimentation blanchâtre. Ces éléments laissent à penser que les fortes valeurs de perméabilités mesurées sous contraintes isotropes sont liées soit à ce filonnet de pyrite associé à de la fissuration, soit à l'ouverture du plan de sédimentation. Par contre la faible valeur mesurée au palier à HR = 98 %,  $1,6 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$ , traduisait une saturation partielle de cette fissuration qui occultait son rôle conducteur lors de cette mesure.

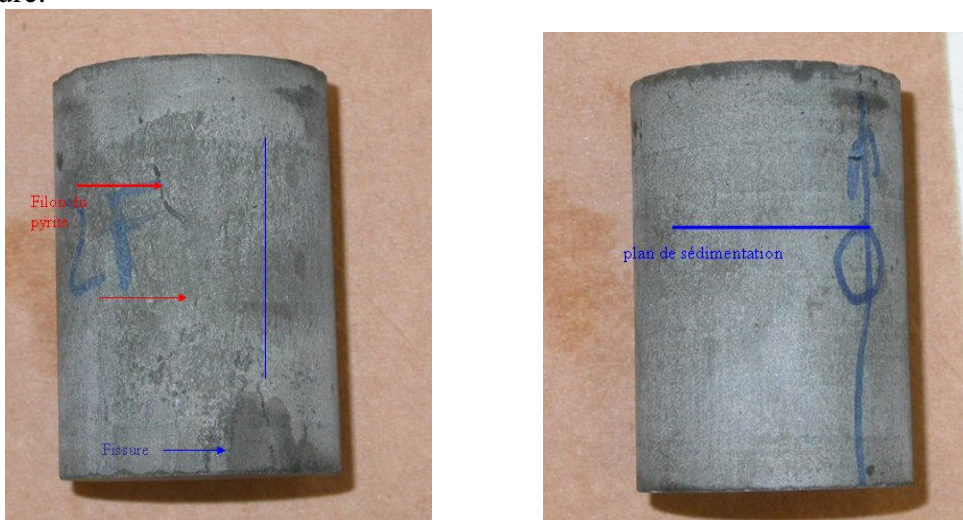


Figure 4-22 : Vue de l'éprouvette n° 2f après essai

#### 4.1.4 Mesures pour un degré de saturation de 60 % (éprouvette N°3)

Ces mesures ont été acquises avec l'éprouvette N°3 qui a subi un conditionnement hydrique sous une humidité relative égale à 85 %, tout comme l'éprouvette 2f, mais suivant un chemin en resaturation depuis l'état désaturé sous humidité relative égale à 25 %. La resaturation a été effectuée en plusieurs paliers, mais seul le dernier a fait l'objet de mesures de perméabilité au gaz. Son degré de saturation est de 60 % contre 79 % pour l'éprouvette 2f. La différence entre ces deux valeurs est liée à l'hystérésis entre les chemins en désaturation et resaturation, mais aussi au comportement singulier de l'éprouvette 2f.

Au début de chargement, deux états de contraintes isotropes ont été imposés (5 et 6 MPa), puis ensuite trois niveaux de déviateur des contraintes (13, 18 et 23 MPa) ont été appliqués, puis enfin un nouvel état de contraintes isotropes (5 MPa).

La valeur de la perméabilité au gaz mesurée sous la contrainte isotrope de 5 MPa est de  $2,1 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$  et de  $1,9 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$  sous la contrainte isotrope de 6 MPa. Puis elle diminue avec l'augmentation du déviateur et elle reste constante lors du déchargement et du retour à une contrainte isotrope de 5 MPa (Tableau 4-10).

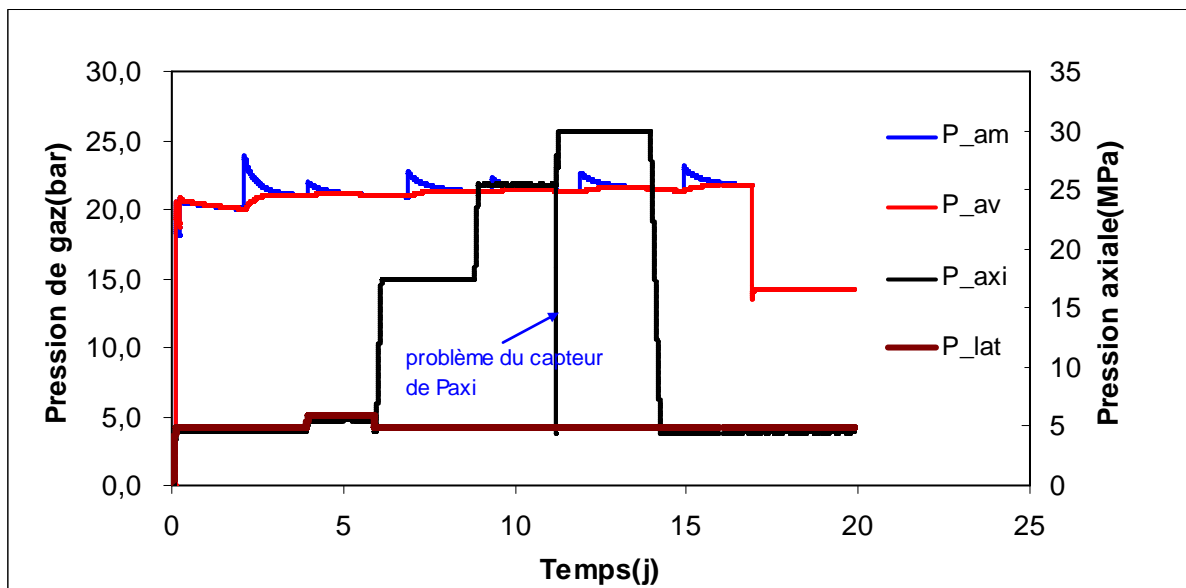


Figure 4-23 : Historique des contraintes et des pressions de gaz pour l'éprouvette N°3.

Tableau 4-10 : Valeurs de la perméabilité au gaz mesurée de l'éprouvette N°3 en fonction des contraintes appliquées.

Cycle		Chargement					Déchargement
Contraintes [MPa]	P <sub>axiale</sub>	5	6	18	23	28	5
	P <sub>confinement</sub>	5	6	5	5	5	5
	Déviateur	0	0	13	18	23	0
k <sub>gaz</sub> [10 <sup>-19</sup> m <sup>2</sup> ]		2,1	1,9	1,5	1,35	1,3	1,3

Cet essai montre une légère sensibilité de la perméabilité au gaz mesurée avec le niveau de contraintes isotropes appliquées, avec une diminution de près de 10 % quand la contrainte isotrope est passée de 5 à 6 MPa. La décroissance de la perméabilité au gaz mesurée avec le

déviateur de contraintes n'est pas régulière. Lors du retour à la contrainte isotrope de 5 MPa, le recouvreance de la perméabilité au gaz mesurée est nulle.

#### 4.1.5 Mesures pour un degré de saturation de 51 % (éprouvette N°2)

Il s'agit de l'éprouvette N°2 qui a subi un conditionnement hydrique sous une humidité relative de 75 % suivant un chemin en resaturation depuis l'état désaturé dans l'étuve à 33°C en plusieurs paliers. Son degré de la saturation était de 51 %

Le chargement a été conforme au protocole expérimental présenté : à l'issue de la phase d'uniformisation, des incréments de pression de gaz ont été appliqués pour le palier sous contraintes isotropes (5 MPa) puis pour chacun des paliers d'un cycle de chargement-déchargement avec un déviateur de contraintes (13, 18 et 23 MPa) avant un retour à la contraintes isotrope.

La valeur de la perméabilité au gaz mesurée sous la contrainte isotrope de 5 MPa est de  $2,05 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$ . Elle présente une légère diminution avec l'augmentation du déviateur. Cette évolution est quasi-linéaire,  $-0,78 \text{ \%} \cdot \text{MPa}^{-1}$  par rapport à la valeur initiale. Lors du retour aux conditions isotropes initiales, la perméabilité au gaz mesurée augmente très légèrement pour le dernier palier de 18 à 5 MPa, (Figure 4-25) et sa valeur est  $1,7 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$ . Il y a donc une hystérésis de la perméabilité au gaz mesurée pour ce cycle. Cette hystérésis peut s'expliquer par une évolution irréversible du matériau induite par le chargement déviatorique.

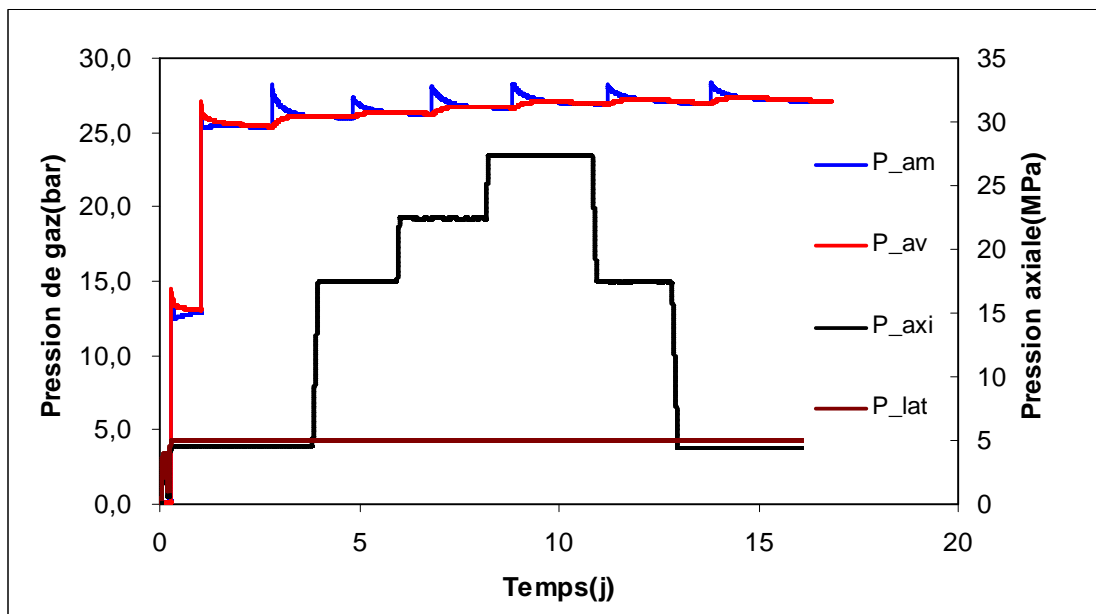


Figure 4-24 : Historique des contraintes et des pressions de gaz pour l'éprouvette N°2.

Tableau 4-11 : Valeurs de la perméabilité au gaz mesurée de l'éprouvette N°2 en fonction des contraintes appliquées.

Cycle		Chargement				Déchargement	
Contraintes [MPa]	P <sub>axiale</sub>	5	18	23	28	18	5
	P <sub>confinement</sub>	5	5	5	5	5	5
	Déviateur	0	13	18	23	13	0
k <sub>gaz</sub> [10 <sup>-19</sup> m <sup>2</sup> ]		2,05	1,8	1,7	1,6	1,6	1,7

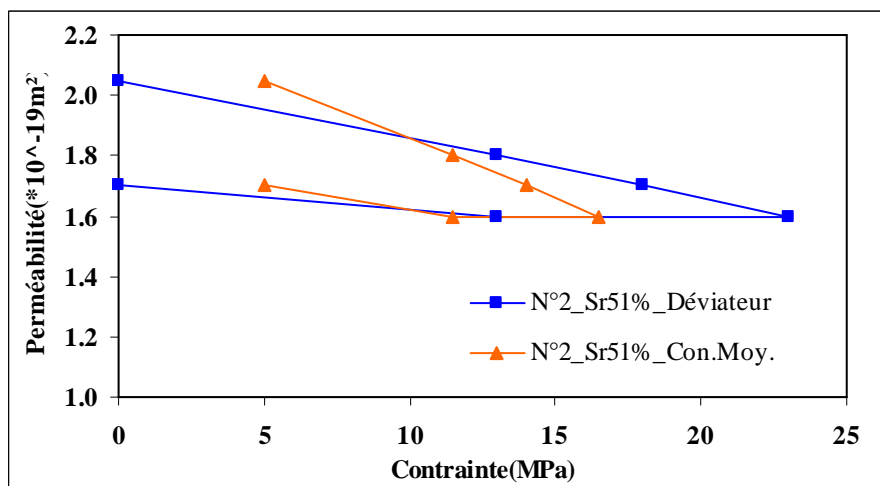


Figure 4-25 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée pendant le cycle de chargement-déchargement pour l'éprouvette N°2.

#### 4.1.6 Mesures pour un degré de saturation de 43 % (éprouvette N° 4)

L'éprouvette N°4 a subi un conditionnement hydrique sous une humidité relative de 52 % suivant un chemin en désaturation depuis l'état naturel. Son degré de la saturation était de 43 %.

Les mesures de perméabilité au gaz ont été réalisées conformément au protocole expérimental et suivant les mêmes paliers de chargement que l'éprouvette précédente : paliers de déviateur de contraintes (13, 18 et 23 MPa) avec un cycle chargement-déchargement et avec un état de contraintes isotropes (5 MPa) avant et après ce cycle.

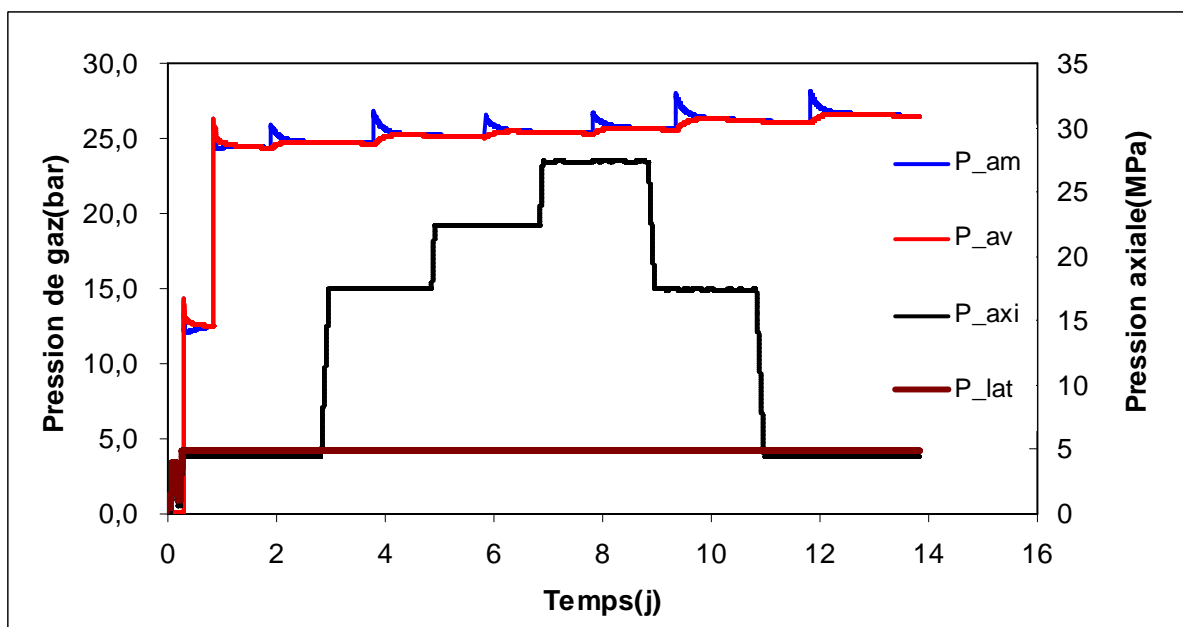


Figure 4-26 : Historique des contraintes et des pressions de gaz pour l'éprouvette N°4.

Tableau 4-12 : Valeurs de la perméabilité au gaz mesurée de l'éprouvette N°4 en fonction des contraintes appliquées.

Cycle		Chargement				Déchargement	
Contraintes [MPa]	P <sub>axiale</sub>	5	18	23	28	18	5
	P <sub>confinement</sub>	5	5	5	5	5	5
	Déviateur	0	13	18	23	13	0
k <sub>gaz</sub> [10 <sup>-19</sup> m <sup>2</sup> ]		4,3	4,0	3,8	3,7	3,7	3,85

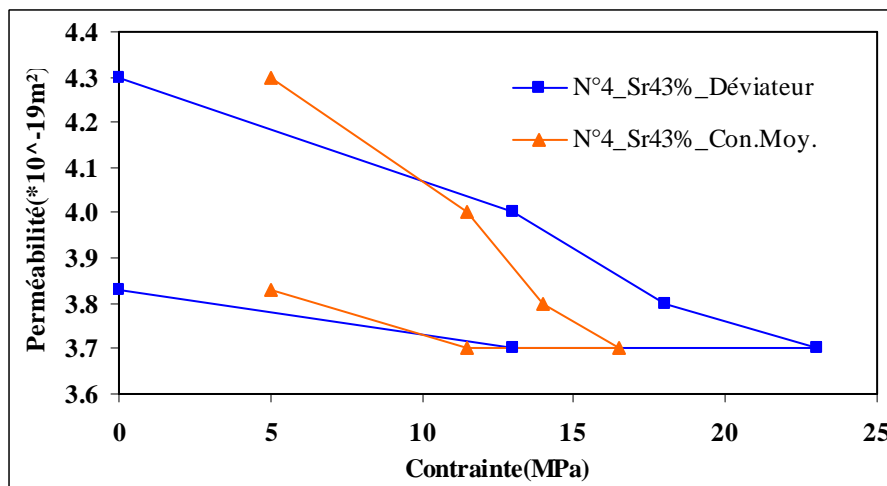


Figure 4-27 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée pendant le cycle de chargement-déchargement pour l'éprouvette N°4

La valeur de la perméabilité au gaz mesurée sous la contrainte isotrope de 5 MPa est de  $4,3 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$ . Globalement, elle diminue linéairement avec l'augmentation du déviateur des contraintes,  $- 0,5 \text{ \%} \cdot \text{MPa}^{-1}$  (Figure 4-27). Lors du déchargement, la valeur de la perméabilité au gaz mesurée varie très peu, ce qui témoigne d'une irréversibilité quasi-totale.

#### 4.1.7 Mesures pour un degré de saturation de 23 % (éprouvette N°3)

Ces mesures ont été réalisées avec l'éprouvette N°3, qui a été mise dans l'enceinte thermo-régulée à 33°C après un conditionnement hydrique initial sous l'humidité relative de 85 %. Son degré de saturation final était de 23 %. Cette éprouvette représente l'état le plus désaturé.

Deux cycles de chargement et déchargement correspondant respectivement à la contrainte latérale constante de 5 MPa et 11 MPa ont été réalisés dans le but d'apprécier l'influence du déviateur de contraintes, tout en sachant que pour cette éprouvette, à priori le plus rigide, cette augmentation de contraintes isotropes ne devrait pas induire un endommagement significatif, mais surtout une compaction. Les déviateurs de contraintes imposés pour le premier cycle ont été les suivants : 13, 18, 23 et 13 MPa et pour le deuxième cycle ils ont été : 7, 12, 17 et 7 MPa. Un palier de contraintes isotropes a été imposé au début et à la fin de chaque cycle chargement-déchargement. La perméabilité au gaz a été mesurée pour chaque palier de contraintes. Le gaz de mesure utilisé a été de l'azote.

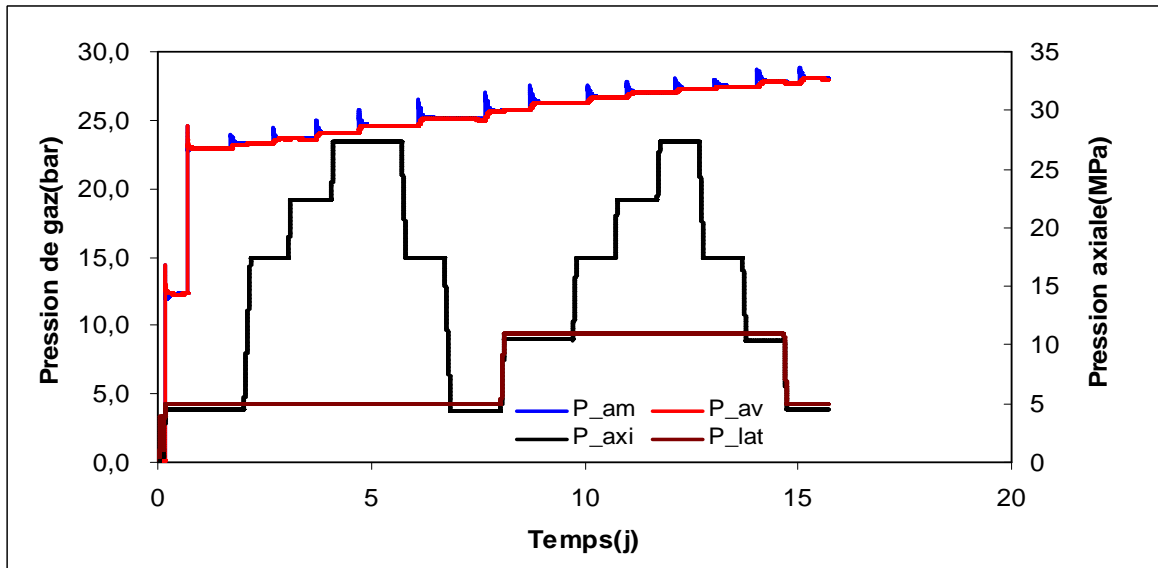


Figure 4-28 : Historique des contraintes et des pressions de gaz pour l'éprouvette N°3.

Toutes les valeurs de la perméabilité au gaz mesurées sont regroupées dans le *Tableau 4-13*. La valeur de la perméabilité au gaz mesurée sous la première contrainte isotrope de 5 MPa est de  $1,35 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2$  et les autres mesures du premier cycle chargement-déchargement sont supérieures à  $10^{-18} \text{ m}^2$ . La valeur de la perméabilité au gaz mesurée pour le premier palier de contraintes isotropes à 11 MPa est de  $8 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$  et les autres mesures de ce second cycle chargement-déchargement sont supérieures à  $7 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$ . Globalement pour le premier cycle, les valeurs de perméabilité au gaz mesurée diminuent de façon linéaire avec l'augmentation du déviateur,  $-0,5 \% \cdot \text{MPa}^{-1}$ . Lors du déchargement, la perméabilité au gaz mesurée augmente légèrement, mais elle ne recouvre pas sa valeur initiale. L'augmentation de la contrainte isotrope jusqu'à 11 MPa induit une forte diminution de la perméabilité au gaz mesurée, de près de 35 %. Pour le second cycle chargement-déchargement, le comportement est similaire à celui du premier cycle mais les variations de perméabilité au gaz mesurée sont beaucoup plus faibles en valeurs absolues et la diminution de la perméabilité au gaz mesurée a un aspect amorti lors de la phase de chargement. La perméabilité au gaz mesurée est donc beaucoup plus sensible à l'augmentation de la contrainte isotrope qu'à celle de la contrainte déviatorique. Ceci témoignerait d'un effet d'interface important entre l'éprouvette et le dispositif de mesure (jaquette et pierres poreuses), si l'on considère que la déformation induite par l'augmentation de contrainte isotrope est très faible.

Tableau 4-13 : Valeurs de la perméabilité au gaz mesurée de l'éprouvette N°3 en fonction des contraintes appliquées.

Cycle		Chargement				Déchargement		
Contraintes [MPa]	P <sub>axiale</sub>	5	18	23	28	18	5	
	P <sub>confinement</sub>	5	5	5	5	5	5	
	Déviateur	0	13	18	23	13	0	
k <sub>gaz</sub> [ $10^{-19} \text{ m}^2$ ]		13,5	12,5	12,2	12,0	12,0	12,5	
Contraintes [MPa]	P <sub>axiale</sub>	11	18	23	28	18	11	5
	P <sub>confinement</sub>	11	11	11	11	11	11	5
	Déviateur	0	7	12	17	7	0	0
k <sub>gaz</sub> [ $10^{-19} \text{ m}^2$ ]		8	7,5	7,3	7,2	7,25	7,3	8,6

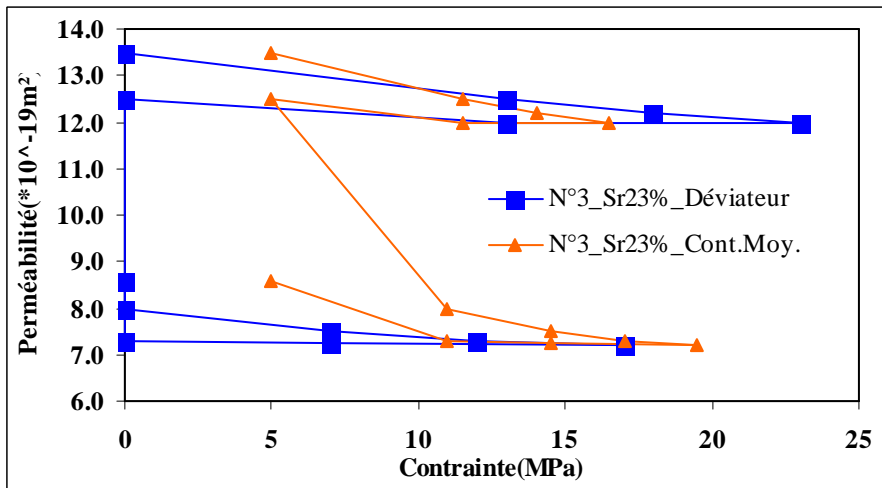


Figure 4-29 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée pendant les cycles de chargement-déchargement pour l'éprouvette N°3.

#### 4.1.8 Synthèse

L'ensemble des valeurs de perméabilité au gaz mesurées varient dans la gamme  $10^{-18}$  -  $10^{-20}$  m<sup>2</sup> (Figure 4-30). La plus forte perméabilité est associée à l'éprouvette présentant le plus faible degré de saturation (éprouvette N°3, Sr = 23 %). La valeur la plus faible est associée à l'éprouvette présentant le plus fort degré de saturation (éprouvette N°1, Sr = 91 %). Les valeurs de perméabilité au gaz mesurée sont fonction du conditionnement hydrique des éprouvettes, mais aussi comme nous venons de l'exposer, des spécificités et des artefacts des éprouvettes (cf. éprouvettes 2f et 5).

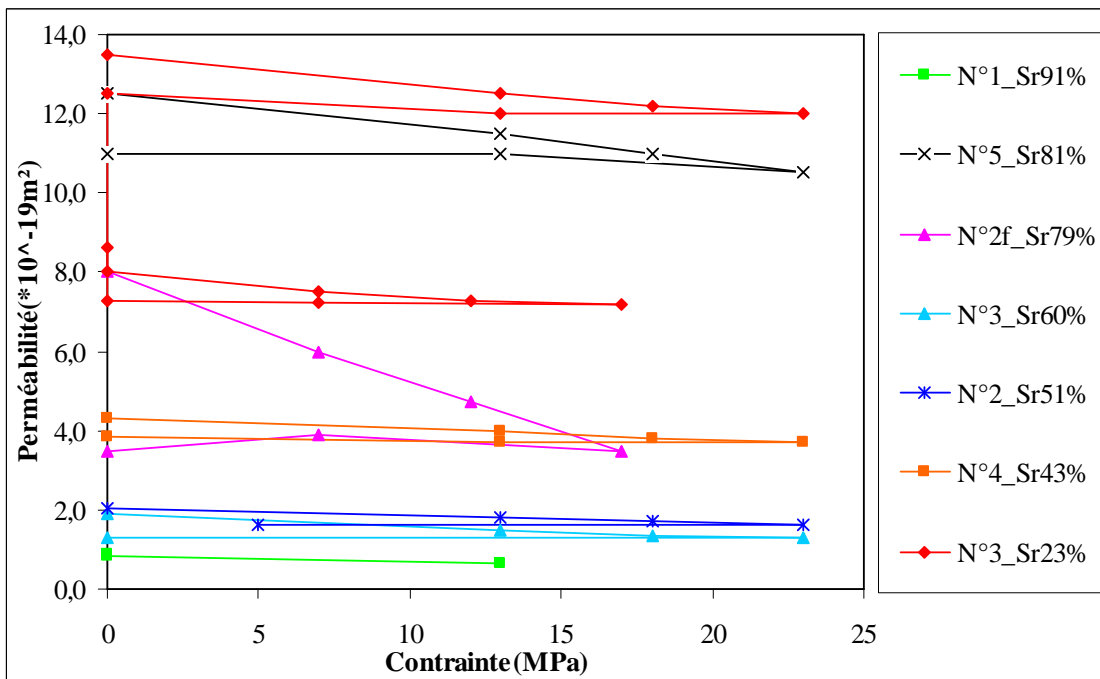
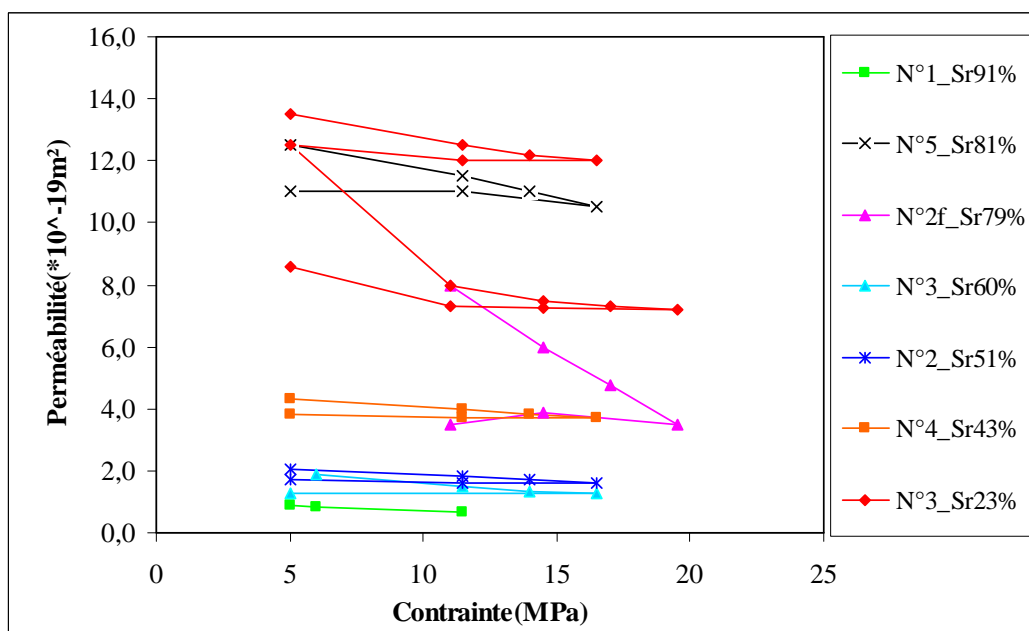


Figure 4-30 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée en fonction du déviateur de contraintes.

L'ensemble des résultats montre une diminution de la perméabilité au gaz mesurée avec une augmentation du déviateur de contraintes. Cette diminution est quasi-linéaire et son ordre de grandeur est d'environ  $-0,5 \text{ \%} \cdot \text{MPa}^{-1}$  ; elle semble être plus élevée pour le plus faible degré de saturation. Lors du déchargement, il n'y a quasiment pas de recouvrance de la perméabilité au gaz mesurée et l'irréversibilité est quasi-totale.

L'évolution linéaire de la perméabilité avec le déviateur implique aussi que la perméabilité varie linéairement avec la contrainte moyenne (*Figure 4-31*). Cette évolution résulte plus d'une composition de relations linéaires que d'une relation physique entre contrainte moyenne et perméabilité au gaz mesurée.

Les variations des valeurs mesurées sur l'éprouvette 3 et l'éprouvette 2f suite à une modification de la contrainte isotrope montre que la contrainte de confinement influence significativement la perméabilité au gaz mesurée (*Figure 4-30* et *Figure 4-31*).



*Figure 4-31 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée en fonction de la contrainte moyenne.*

La diminution observée de la perméabilité avec le déviateur peut sembler paradoxale alors qu'une augmentation du déviateur tendrait à induire un endommagement des éprouvettes puisque les valeurs utilisées sont au moins supérieures au seuil d'endommagement défini pour les argilites du site de Meuse/Haute-Marne (cf. paragraphe suivant 4.2). Le positionnement exact par rapport à la contrainte de rupture n'a pas été établi car ceci aurait nécessité de rompre une éprouvette qui aurait alors fait défaut pour les expériences, mais par comparaison avec les données d'autres travaux, les déviateurs imposés n'étaient pas proches de la rupture (cf. paragraphe 4.2).

Ce résultat est à rapprocher des travaux de Zhang & Rothfuchs (2007) qui montraient pour du matériau du même site que la perméabilité au gaz lors d'un chargement jusqu'à la rupture restait quasiment constante et qu'elle n'augmentait que juste avant la rupture (*Figure 4-32*). Ceci a été mis en relation avec le fait que la microfissuration créée par l'endommagement n'est, par définition, que très locale et qu'elle n'influence la perméabilité globale de l'éprouvette qu'en phase de coalescence, c'est-à-dire juste avant la rupture.



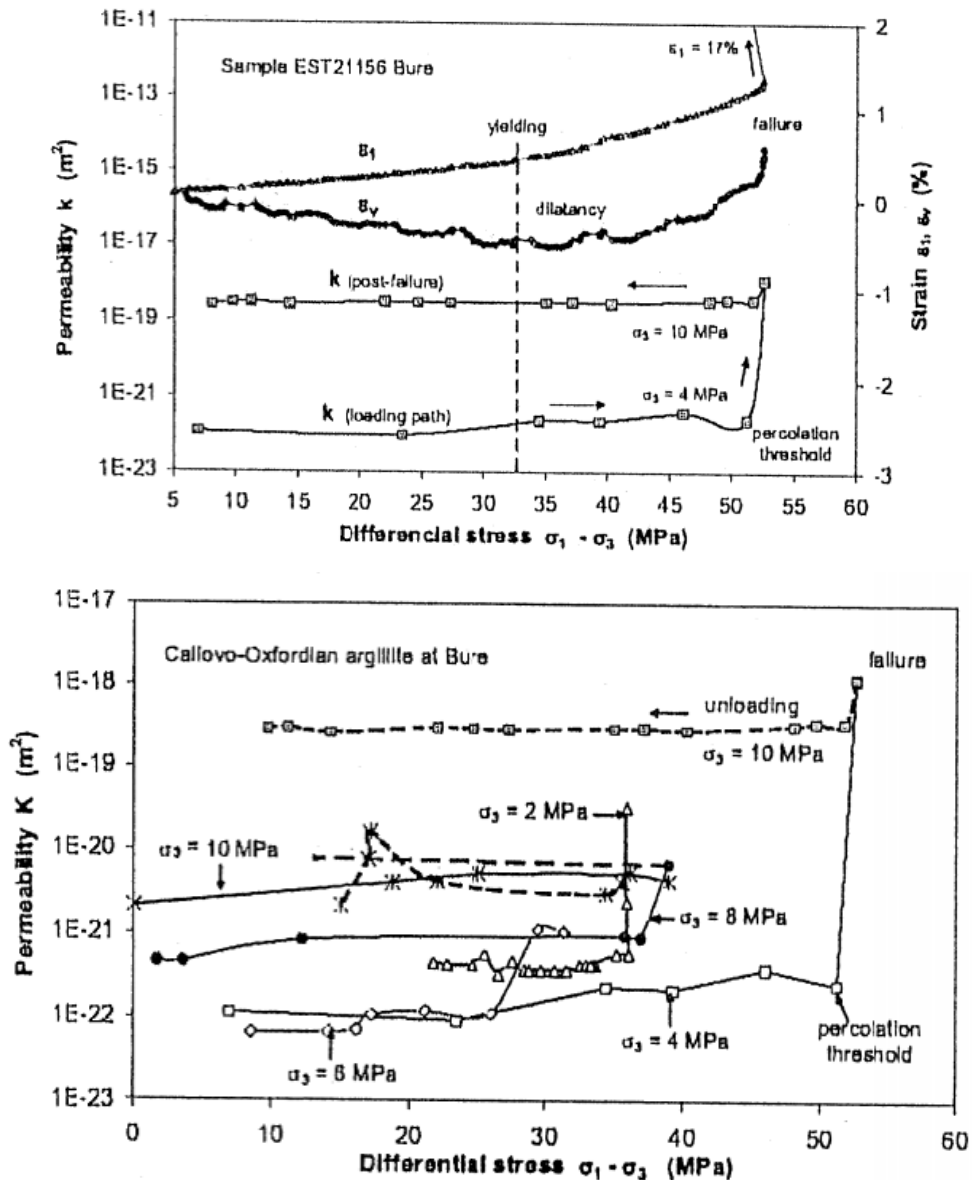


Figure 4-32 : Evolution de la perméabilité au gaz en fonction du déviateur pour des chargements jusqu'à la rupture (Zhang & Rothfuchs, 2007).

La diminution observée de la perméabilité au gaz mesurée avec un chargement déviatorique ou isotrope ne traduit pas nécessairement des conditions globales d'évolution de la perméabilité au gaz du matériau. Elle peut être aussi liée à une modification de la texture du matériau au contact des pierres poreuses faisant office de répartiteurs de la pression du gaz au niveau des extrémités de l'éprouvette. L'augmentation de la pression axiale induirait une compression locale du matériau, voire un poinçonnement, qui serait à l'origine de la diminution de la perméabilité au gaz observée. Ce même comportement expliquerait aussi l'irréversibilité totale de la perméabilité au gaz lors du déchargement. Cette hypothèse aurait pu être confirmée en procédant à une nouvelle mesure en retaillant les extrémités des éprouvettes, mais en raison du plan de charge du banc de mesure de la perméabilité, ceci n'a pu être réalisé. Il n'est pas certain que la réalisation de nouvelles extrémités n'apporte pas aussi une perturbation à la mesure de la perméabilité au gaz du matériau.

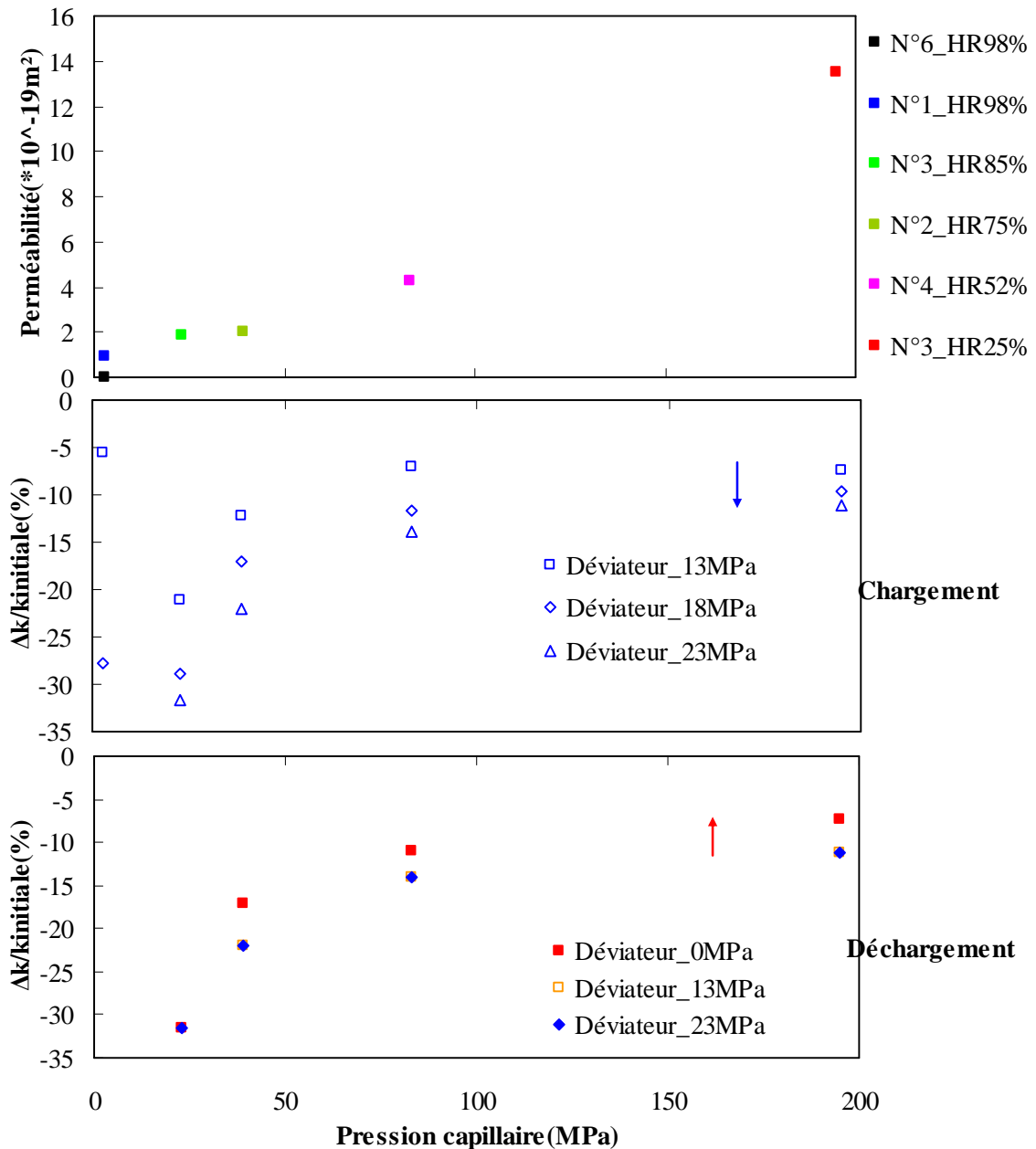


Figure 4-33 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée en fonction de la pression capillaire équivalente.

L'ensemble des valeurs de la perméabilité au gaz mesurée et leurs variations, avec ou sans déviateur des contraintes, a été placé dans un graphe perméabilité au gaz mesurée – pression capillaire équivalente (Figure 4-33).

Globalement dans ce diagramme, la perméabilité au gaz mesurée varie linéairement avec la pression capillaire équivalente. Il apparaît que l'amplitude des variations de la perméabilité au gaz mesurée suite aux variations du déviateur de contraintes est relativement indépendante de la pression capillaire. Ceci est lié au fait que la pente de la relation linéaire liant le taux de variation de la perméabilité et la valeur du déviateur des contraintes est relativement constante. A l'opposé, l'amplitude de la variation de la perméabilité au gaz mesurée liée au déviateur de contraintes est faible par rapport à celle induite par les modifications de saturation liées à la pression capillaire.

Cette dépendance peut s'exprimer en traçant les valeurs de la perméabilité au gaz mesurée en fonction du degré de saturation (*Figure 4-34*). L'ensemble des points se répartit le long d'une courbe présentant l'aspect d'une relation de perméabilité relative. Les déviateurs de contraintes imposés ne modifient pas significativement cette relation. Il semble que la variation de la perméabilité au gaz mesurée lors du cycle de chargement et déchargement pour le degré élevé de saturation le plus élevé est plus importante que celle pour l'état désaturé. Ceci peut être lié à la distribution de l'eau, qui change lors du chargement et du déchargement. Pour un niveau élevé du degré de saturation, ce changement est plus significatif.

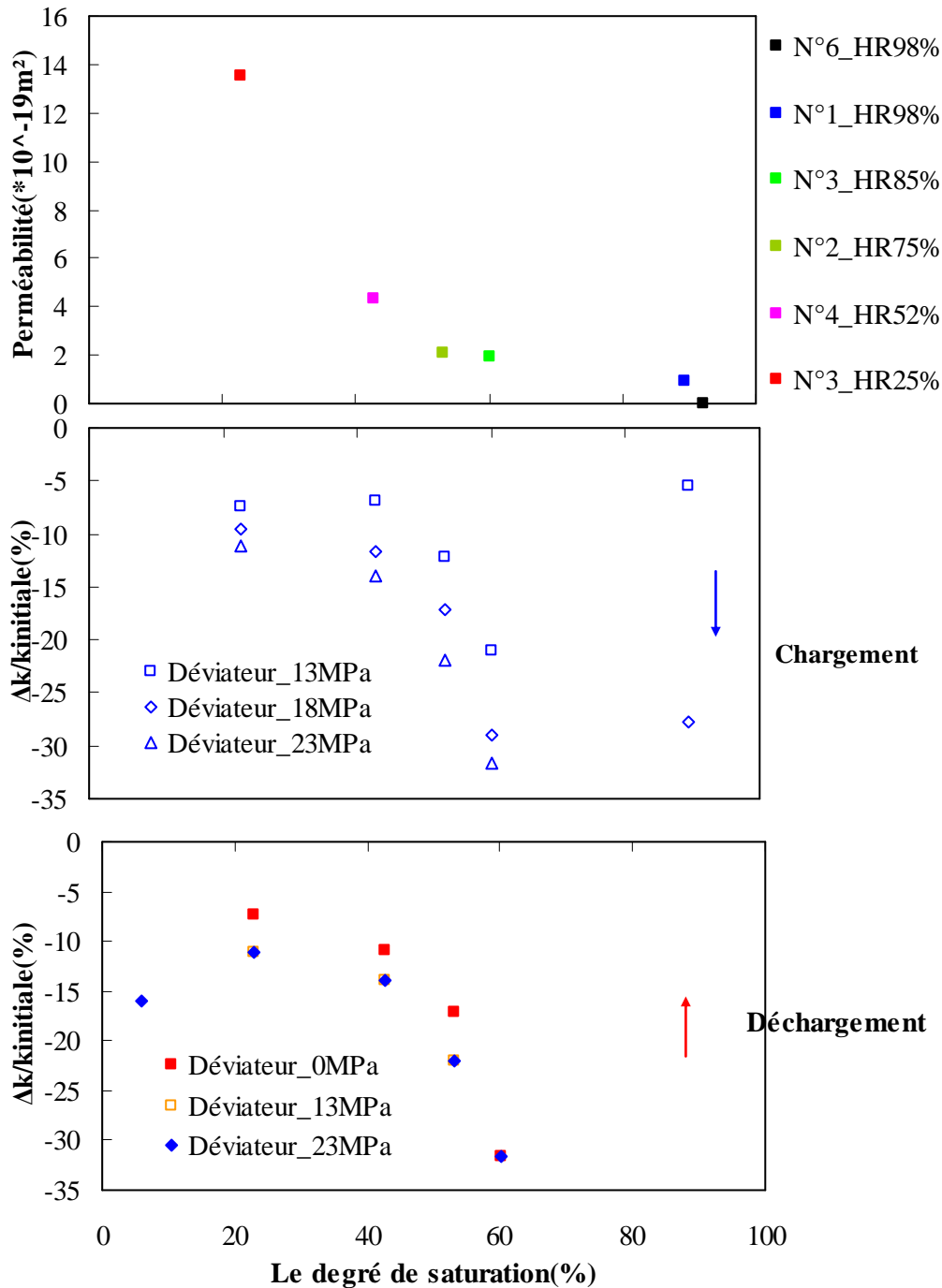


Figure 4-34 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée en fonction du degré de saturation.

Cette même relation, perméabilité au gaz mesurée en fonction du degré de saturation peut-être représentée dans un diagramme  $\log(k_e)$  - degré de saturation (Figure 4-35). Cette représentation est classiquement utilisée en pétrophysique pétrolière. Il apparaît une relation linéaire de bonne qualité lorsque le degré de saturation est inférieur à 80%. Ceci traduit bien un blocage de l'écoulement en raison de l'absence d'une désaturation de la porosité. Les deux régimes peuvent être séparés par la pression d'entrée de gaz estimée à 7 MPa pour ce matériau. Cette linéaire relation a été explicitée analytiquement sous la forme :

$$\log(k_e) = aSr + b \quad 4.9$$

où  $k_e$  est la perméabilité effective au gaz, en  $\text{m}^2$  et  $S_r$  est le degré de saturation, en %.

Les valeurs des paramètres  $a$  et  $b$  ont été déterminées :  $a = 0,0256$  et  $b = -17,32$ .

De même l'évolution de la perméabilité au gaz en fonction de la teneur en eau du matériau présente les mêmes caractéristiques (Figure 4-36) que la relation perméabilité au gaz – degré de saturation, puisqu'en l'absence d'un retrait significatif teneur en eau et degré de saturation sont proportionnels.

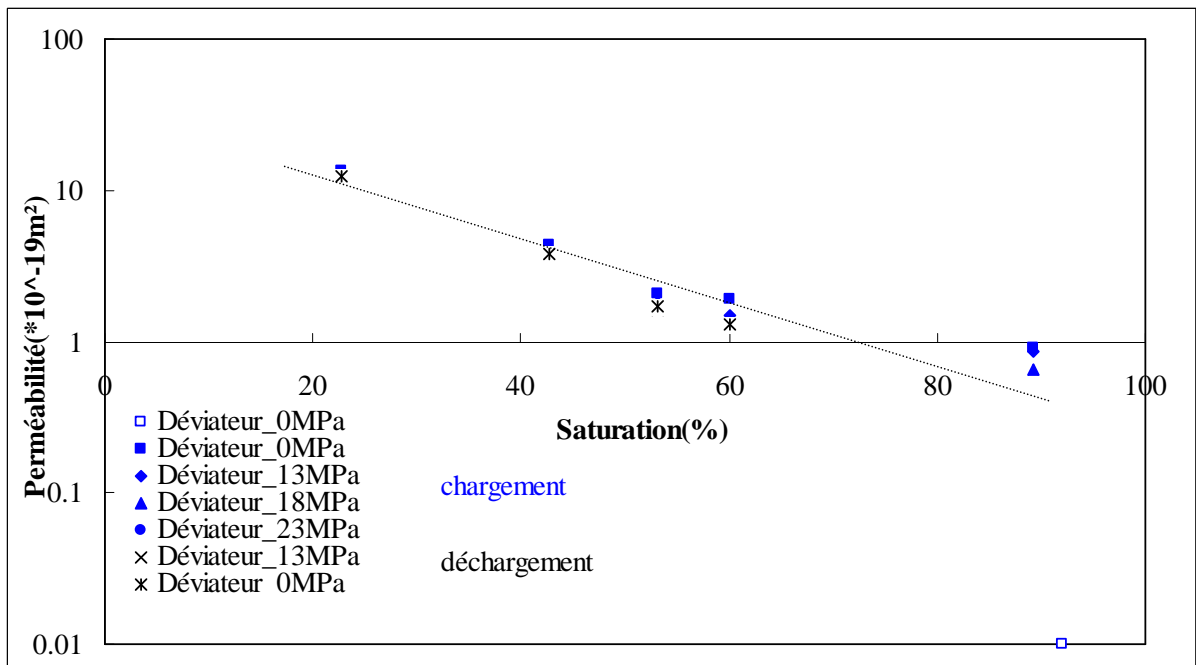


Figure 4-35 : Evolution du logarithme de la perméabilité au gaz mesurée en fonction du logarithme du degré de saturation.

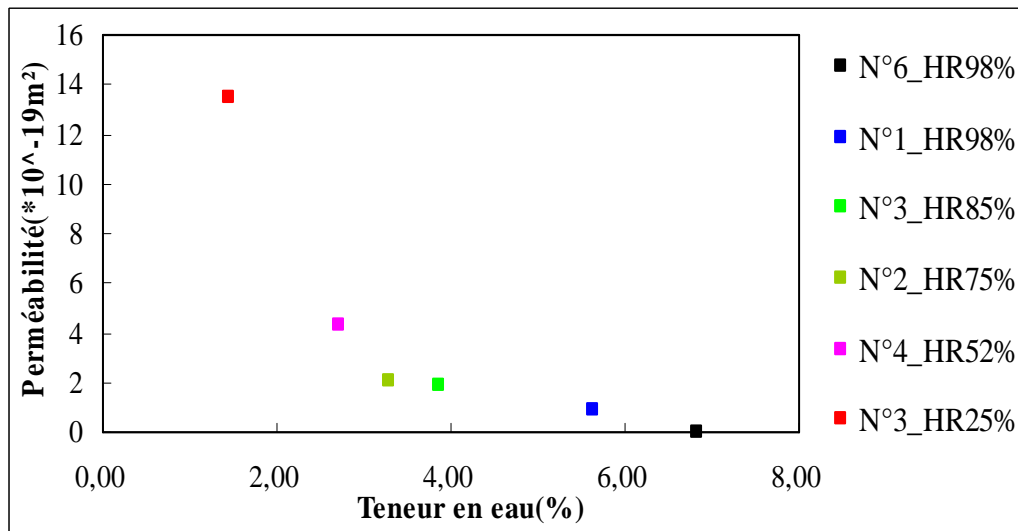


Figure 4-36 : Evolution de la perméabilité au gaz mesurée en fonction de la teneur en l'eau.

#### 4.2 Analyse de la déformabilité en fonction de la contrainte déviatorique

Le déviateur imposé par augmentation de la contrainte axiale tout en maintenant la contrainte latérale constante à 5 ou 11 MPa peut engendrer un endommagement, si l'amplitude du déviateur est supérieure au seuil d'endommagement ou une rupture si il est supérieur au seuil rupture des éprouvettes. Ces seuils peuvent être définies par le critère de Hoek&Brown qui s'exprime par :

$$\sigma_1 = \sigma_3 + (\sigma_3 \cdot \sigma_c \cdot m + S \cdot \sigma_c^2)^{1/2} \quad 4.10$$

où  $\sigma_1$  et  $\sigma_3$  sont les contraintes principales majeure et mineure ;

$S$  est un paramètre prenant en compte l'état d'altération de la roche ;

$m$  est un paramètre du calage du modèle ;

$\sigma_c$  est la résistance en compression uniaxiale moyenne de la roche.

Les valeurs de ces différents paramètres ont été établies à partir des résultats de nombreux essais effectués sur les argilites du site Meuse-Haute-Marne en laboratoire. Il a ainsi été défini un critère moyen prenant en compte 50 % des données de rupture pour définir ce critère. En raison de la variabilité de la formation, un critère faible a été aussi défini à partir du premier décile des valeurs de rupture (Tableau 4-14).

Un critère du même type, mais avec des valeurs différentes des paramètres a aussi été déterminé pour définir le seuil d'endommagement. Ces deux critères sont illustrés sur la Figure 4-37 issue des travaux de Zhang & Rothfuchs (2007).

Avec ces valeurs, on a calculé pour chacun des critères et chacun des seuils, les valeurs correspondantes de la contrainte majeure en fonction de la valeur des contraintes de confinement utilisées dans ce mémoire, 5 ou 11 MPa (Tableau 4-14).

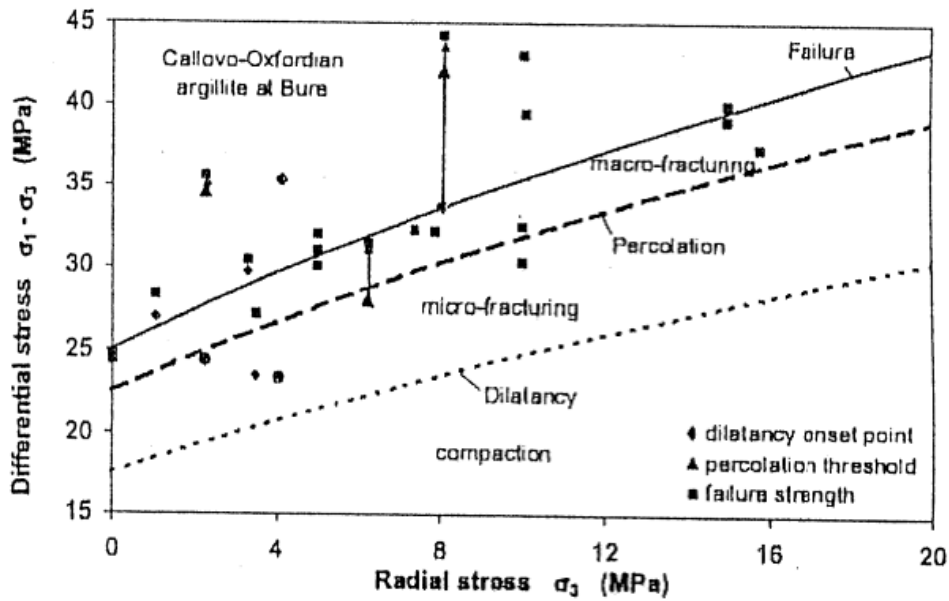


Figure 4-37 : Critères de rupture, percolation et fissuration des argilites du site Meuse-Haute-Marne (Zhang, Rothfuchs, 2007)

Tableau 4-14 : Valeurs de la contrainte axiale en fonction des paramètres des critères de rupture pour les argilites du site Meuse-Haute-Marne pour les contraintes de confinement utilisées

Seuil	Critère	S	m	$\sigma_c$ [MPa]	$\sigma_3$ [MPa]	$\sigma_1$ [MPa]
Seuil de rupture	fragile à 10% (critère inférieur)	0,343	3,145	21,3	5	27,2
					11	34,9
	fragile à 50% (critère moyen)	1	3,932	21,3	5	34,5
					11	42,1
Seuil d'endommagement	fragile à 10% (critère inférieur)	0,338	1,15	14,8	5	17,6
					11	21,2
	fragile à 50% (critère moyen)	1	1,05	14,8	5	22,2
					11	24,7

La valeur maximale de la pression axiale imposée, 28 MPa est légèrement supérieure à la contrainte à la rupture pour le critère faible et elle est égale à 82 % de la contrainte à la rupture pour le critère moyen si la pression latérale est égale à 5 MPa. Pour un confinement de 11 MPa, une pression axiale de 28 MPa représente 80 ou 66 % de la contrainte à la rupture suivant le critère pris en compte. De même, la valeur de la contrainte axiale de 28 MPa, avec la contrainte de confinement de 5 MPa est supérieure aux valeurs calculées pour le seuil d'endommagement (17,6 à 24,7 MPa suivant le critère).

Donc sous réserve que les caractéristiques mécaniques des éprouvettes testées soient conformes à au moins un de ces critères, lors du cycle de déviateur imposé, il devrait y avoir un endommagement des éprouvettes, d'autant plus important que le critère de rupture effectif des éprouvettes est proche du critère faible.

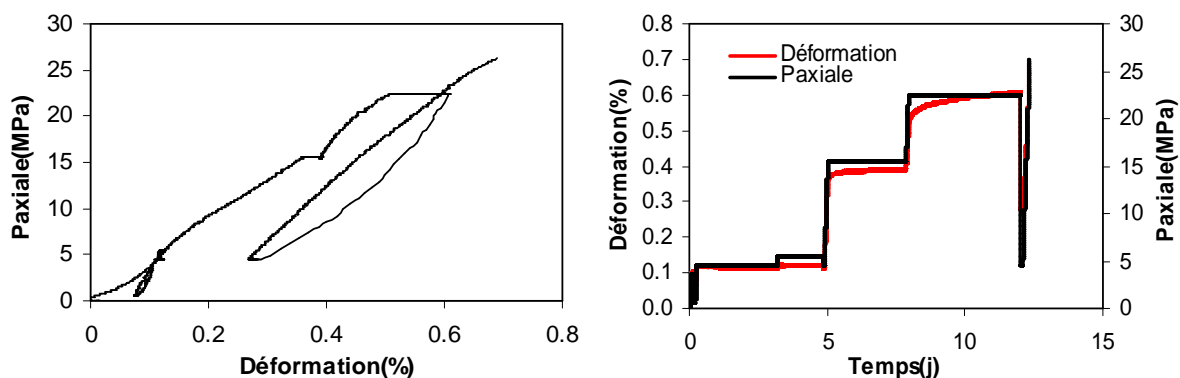
Aussi dans les paragraphes suivants, a-t-on essayé de caractériser le développement d'un endommagement par l'analyse de la déformabilité des éprouvettes à partir des courbes déformations-contraintes et déformations-temps enregistrées. Cette analyse sera présentée par ordre décroissant du degré de la saturation comme pour la présentation de l'analyse de la perméabilité au gaz mesurée.

#### 4.2.1 Mesures pour un degré de saturation de 91 % (éprouvette N°1)

La déformation lors du cycle chargement-déchargement est représentée sur la *Figure 4-38* ci-après. La déformation axiale est de 0,68 % à la fin du palier de 23 MPa où il apparaît un fluage significatif et non amorti sur la durée du palier. Ce fluage pourrait créer des microfissures mais aussi induire une réorientation des particules argileuses. La diminution observée de la perméabilité au gaz mesurée, si elle n'est pas due à un effet d'interaction au niveau des faces avec le dispositif expérimental serait à lier à une modification de la microstructure du matériau.

La valeur du module de déformation tangent déterminée à partir de la courbe de contrainte et déformation (*Tableau 4-15*) augmente lors du cycle de chargement.

Cette éprouvette s'est rompue quand la contrainte axiale atteint 28,5 MPa, qui est supérieur au seuil de la contrainte rupture pour le faible critère présenté ci-dessus. L'état de l'éprouvette (*Figure 4-39*) n'a pas permis d'identifier un défaut de géométrie ou un élément textural qui aurait été à l'origine de la rupture. Le chargement rapide de 5 MPa vers 30 MPa à la suite de la baisse de la pression axiale de 23 à 5 MPa à la fin du palier à 23 MPa a sans doute contribué à la rupture. On peut aussi supposer que cette éprouvette présentait une résistance à la rupture moyenne à faible. En tout état de cause, le palier à 23 MPa devrait se situer au-delà du seuil d'endommagement et aucune augmentation de la perméabilité au gaz n'a été observée. Il faut cependant noter que le degré de saturation de cette éprouvette était très élevé et que des modifications de la part de la porosité saturée par le fluide interstitiel peuvent ne pas influencer la perméabilité au gaz mesurée.



*Figure 4-38 : Courbe contrainte - déformation axiale et courbes de la déformation et de la contrainte axiale en fonction du temps pour l'éprouvette N°1 avant rupture.*

Tableau 4-15 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité au gaz mesurée pour les différents paliers de contraintes.

Cycle		Chargement			
Contraintes [MPa]	P <sub>axiale</sub>	0→5	5→6	5→18	18→23
	P <sub>confinement</sub>	0→5	5→6	5	5
E [MPa]		4442		4213	5646
k <sub>gaz</sub> [10 <sup>-19</sup> m <sup>2</sup> ]		2	0,9	0,85	0,65



Figure 4-39 : Vues l'éprouvette N°1 après rupture.

#### 4.2.2 Mesures pour un degré de saturation de 81 % (éprouvette N°5)

La déformation axiale mesurée lors du cycle chargement-déchargement est représentée en fonction de la contrainte axiale sur la *Figure 4-40* ci-après. La déformation maximale est de 0,66 %. Les valeurs du module de déformation tangent déterminées à partir de ces courbes sont reportées dans le *Tableau 4-16*. On note la valeur très faible, comparativement aux autres éprouvettes, déterminée pour le palier isotrope initial. Ceci conforte la présence d'un élément textural perturbateur pour cette éprouvette N°5 à l'origine des très fortes valeurs de perméabilité au gaz mesurées. Comme l'éprouvette 3 conditionné sous une humidité relative égale à 85 %, le module de déformation axiale diminue pour le palier de déviateur de 23 MPa, ce qui indiquerait un dépassement sur seuil d'endommagement.

Tableau 4-16 : Valeurs du module de déformation axiale et de la perméabilité au gaz mesurée pour les différents paliers de contraintes.

Cycle		Chargement				Déchargement	
Contraintes [MPa]	P <sub>axiale</sub>	0→5	5→18	18→23	23→28	28→18	18→5
	P <sub>confinement</sub>	0→5	5	5	5	5	5
E [MPa]		2479	4739	8567	8075	15442	5948
k <sub>gaz</sub> [10 <sup>-19</sup> m <sup>2</sup> ]		12,5	11,5	11,0	10,05	11,0	11,0



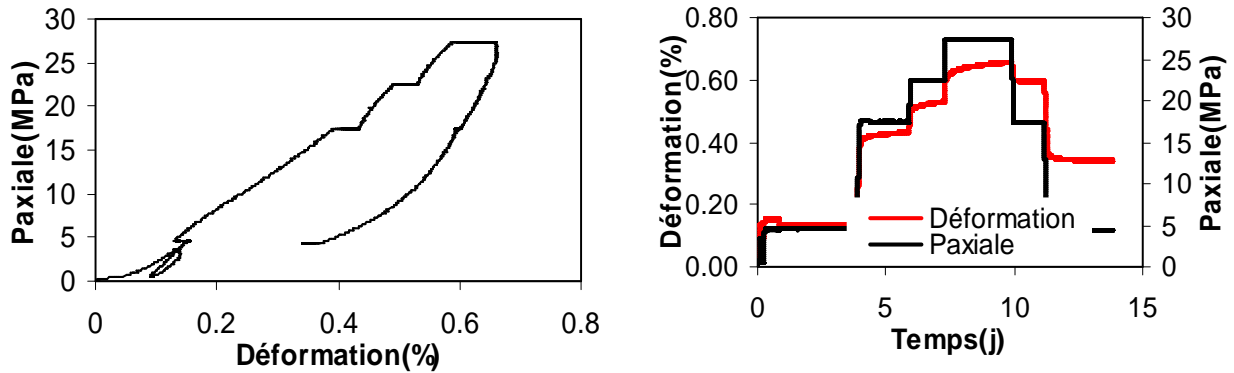


Figure 4-40 : Courbe contrainte-déformation axiales et courbes de la déformation et de la pression axiale en fonction du temps pour l'éprouvette N°5

Sur la courbe de la déformation en fonction du temps on notera qu'un fluage se développe pour chacun des paliers de déviateur imposé.

#### 4.2.3 Mesures pour un degré de saturation de 79 % (éprouvette N°2f)

Les déformations axiales enregistrées lors du cycle chargement-déchargement sont représentées sur la Figure 4-41 ci-après. Pour cette éprouvette N°2f, la déformation axiale maximale est faible et elle ne dépasse pas 0,48 %.

Les valeurs du module de déformation tangent déterminées à partir de ces courbes sont regroupées dans le Tableau 4-17. La même évolution des valeurs du module a été observée : elles augmentent lors du cycle de chargement et elles diminuent lors du cycle de déchargement. La valeur moyenne du module est d'environ 9000 MPa et elle est plus grande que pour les autres éprouvettes bien que les valeurs de la perméabilité au gaz mesurée laissent penser à une microfissuration initiale du fait qu'elles étaient plus importantes. Une microfissuration associée à une recristallisation partielle d'un minéral accessoire tel que de la pyrite serait cohérente avec ces deux observations.

Bien que la rigidité de cette éprouvette soit importante, l'évolution de la déformation (Figure 4-42) montre qu'au-delà du palier de la contrainte axiale à 18 MPa la phase de fluage observée n'est pas stabilisée pour les durées courtes des paliers (2 à 3 jours).

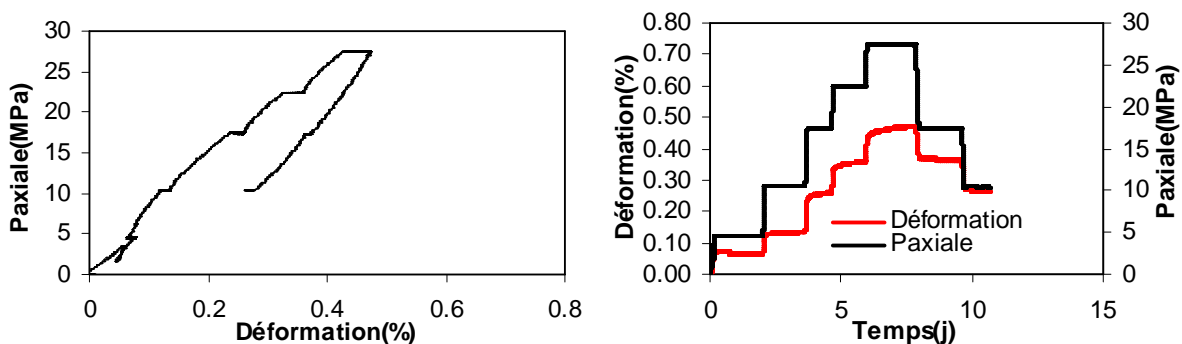


Figure 4-41 : Courbe contrainte - déformation axiales et courbes de la déformation et de la contrainte axiale en fonction du temps pour l'éprouvette N°2f.

Tableau 4-17 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité au gaz mesurée pour les différents paliers de contraintes.

Cycle		Chargement					Déchargement	
Contraintes [MPa]	P <sub>axiale</sub>	0→5	5→11	11→18	18→23	23→28	28→18	18→11
	P <sub>confinement</sub>	0→5	5→11	11	11	11	11	11
E [MPa]		7172		8731	9280	9595	14738	10669
k <sub>gaz</sub> [10 <sup>-19</sup> m <sup>2</sup> ]		50	8	6	4,75	3,5	3,9	3,5

Les caractéristiques pour cette éprouvette sont singulières par rapport aux autres éprouvettes. Ceci semble lié à une minéralisation plus importante pour cette éprouvette et à la présence d'éléments texturaux (filonnets de pyrite et plan de sédimentation minéralisé).

#### 4.2.4 Mesures pour un degré de saturation de 60 % (éprouvette N°3)

Les déformations mesurées lors du cycle chargement-déchargement de l'éprouvette N°3 sont représentées sur la *Figure 4-42* ci-après. A partir de celles-ci, les valeurs du module de déformation tangent ont pu être déterminées. Ces valeurs du module tangent ainsi que celles de la perméabilité au gaz mesurée sont regroupées dans le *Tableau 4-18*. On peut ainsi remarquer que la déformation maximale est faible; elle ne dépasse pas 0,5 %.

Par contre la valeur de module de déformation augmente avec le déviateur de contraintes, mais elle diminue pour le dernier palier de déviateur de 23 MPa. Ceci témoignerait d'un dépassement du seuil d'endommagement qui peut aussi influencer la non stabilisation du fluage pour ce même palier (*Figure 4-42*). Ce dernier point n'est cependant pas caractéristique puisque le matériau ne semble pas présenter de seuil vis-à-vis du fluage. Néanmoins la perméabilité au gaz mesurée est faible, elle varie très peu et elle décroît sur l'ensemble des paliers de chargement.

Tableau 4-18 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité au gaz mesurée pour les différents paliers de contraintes.

Cycle		Chargement				Déchargement
Contraintes [MPa]	P <sub>axiale</sub>	0→5	5→18	18→23	23→28	28→5
	P <sub>confinement</sub>	0→5	5	5	5	5
E [MPa]		5400	7706	9500	7870	5400
k <sub>gaz</sub> [10 <sup>-19</sup> m <sup>2</sup> ]		2,1	1,5	1,35	1,3	1,3

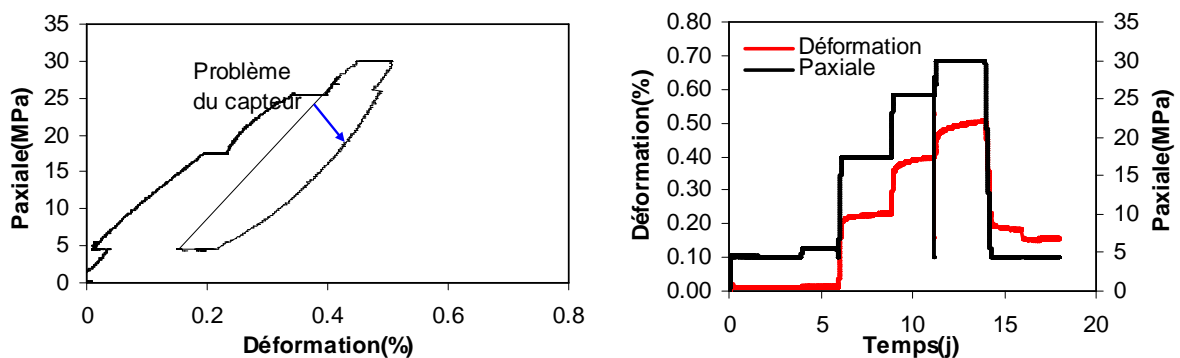


Figure 4-42: Courbe pression - déformation axiales et courbes de la déformation et de la pression axiale en fonction du temps pour l'éprouvette N°3

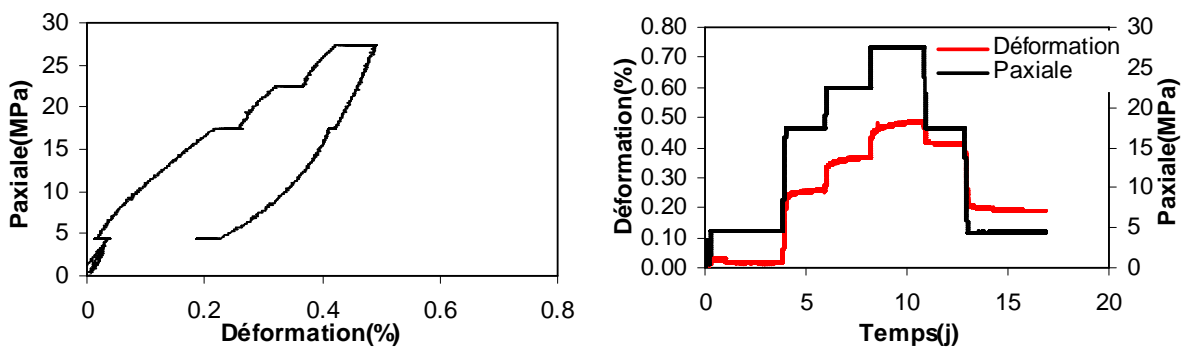
#### 4.2.5 Mesures pour un degré de saturation de 51 %(éprouvette N°2)

La déformation enregistrée pour l'éprouvette N°2 lors du cycle chargement-déchargement est présentée sur la *Figure 4-43*. Les valeurs du module de déformation tangent déterminées à partir de cette courbe sont regroupées dans le *Tableau 4-19*. On y observe une augmentation des valeurs avec le chargement et une très forte hystérésis lors de l'inversion du chargement avec une évolution non linéaire. Lors du palier de retour au chargement isotrope initial, la valeur obtenue est proche de celle déterminée au début du chargement.

*Tableau 4-19 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité au gaz mesurée pour les différents paliers de contraintes.*

Cycle		Chargement				Déchargement	
Contraintes [MPa]	P <sub>axiale</sub>	0→5	5→18	18→23	23→28	28→18	18→5
	P <sub>confinement</sub>	0→5	5	5	5	5	5
E [MPa]		5438	5632	7821	8352	14416	6893
k <sub>gaz</sub> [10 <sup>-19</sup> m <sup>2</sup> ]		2,05	1,8	1,7	1,6	1,6	1,7

Sur la courbe de l'évolution de la déformation en fonction du temps (*Figure 4-43-b*), on peut observer le développement d'un fluage pour tous les paliers de déviateur, mais seul pour le palier de charge axiale à 28 MPa, le fluage ne présente pas de stabilisation pour la durée du chargement, 4 jours environ. Cependant la déformation maximale reste peu importante, elle est seulement de 0,54 %.



*Figure 4-43 : Courbe contrainte - déformation axiales et courbes de la déformation et de la contrainte axiale en fonction du temps pour l'éprouvette N°2.*

#### 4.2.6 Mesures pour un degré de saturation de 43 % (éprouvette N°4)

Les déformations axiales mesurées lors du cycle chargement-déchargement sont représentées sur la *Figure 4-44* ci-après et les valeurs du module de déformation tangent déterminées à partir de la courbe contrainte – déformation axiale sont regroupées dans le *Tableau 4- 20*. Elles augmentent lors du chargement et diminuent lors du déchargement comme observé pour les autres éprouvettes.

Sur la courbe de l'évolution de la déformation (*Figure 4-44*), une déformation différée est observée pour tous les paliers du déviateur, mais seul pour le palier de charge axiale de 28 MPa le fluage n'apparaît pas stabilisé sur la période d'observation (3 jours). Lors du déchargement, une légère réponse différée est aussi observée. La déformation axiale maximale est de 0,42 % et elle est du même ordre de grandeur que pour les autres éprouvettes.

Tableau 4- 20 : Valeurs du module de déformation et de la perméabilité au gaz mesurée pour les différents paliers de contraintes.

Cycle		Chargement				Déchargement	
Contraintes [MPa]	P <sub>axiale</sub>	0→5	5→18	18→23	23→28	28→18	18→5
	P <sub>confinement</sub>	0→5	5	5	5	5	5
E [MPa]		5654	7601	8369	9464	15441	9686
k <sub>gaz</sub> [10 <sup>-19</sup> m <sup>2</sup> ]		4,3	4,0	3,8	3,7	3,7	3,85

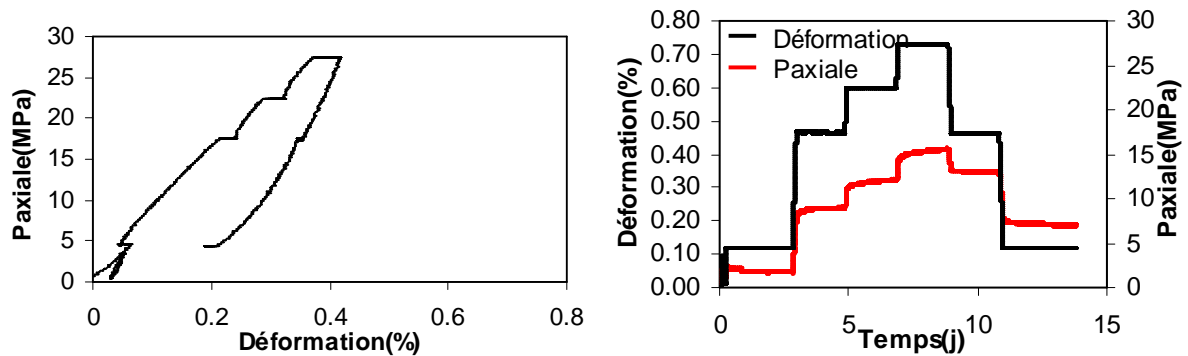


Figure 4-44 : Courbe pression - déformation axiales et courbes de la déformation et de la pression axiale en fonction du temps pour l'éprouvette N°4

#### 4.2.7 Mesures pour un degré de saturation de 23 % (éprouvette N°3)

Il s'agit des mesures acquises avec l'éprouvette N°3 qui présente le degré de saturation le plus faible. Les déformations axiales mesurées lors des deux cycles chargement-déchargement sont représentées sur la Figure 4-45. Les valeurs du module de déformation tangent déterminées à partir de cette courbe sont regroupées dans le Tableau 4-21.

Tableau 4-21 : Evolution du module de déformation axiale et de la perméabilité au gaz mesurée pendant les cycles de chargement et déchargement.

Cycle		Chargement				Déchargement		
Contraintes [MPa]	P <sub>axiale</sub>	0→5	5→18	18→23	23→28	28→18	18→5	
	P <sub>confinement</sub>	0→5	5	5	5	5	5	
E [MPa]		3071	9221	13092	13415	19206	13268	
k <sub>gaz</sub> [10 <sup>-19</sup> m <sup>2</sup> ]		13,5	12,5	12,2	12,0	12,0	12,5	
Contraintes [MPa]	P <sub>axiale</sub>	5→11	11→18	18→23	23→28	28→18	18→11	11→5
	P <sub>confinement</sub>	5→11	11	11	11	11	11	11→5
E [MPa]		9140	16648	16358	16762	20389	16808	9449
k <sub>gaz</sub> [10 <sup>-19</sup> m <sup>2</sup> ]		8	7,5	7,3	7,2	7,25	7,3	8,6

Du fait de son faible degré de saturation, cette éprouvette présente une rigidité beaucoup plus importante que les autres éprouvettes, avec une hystérésis peu marquée lors du cycle chargement-déchargement. Pour la contrainte de confinement de 11 MPa, cette rigidité est accentuée et lors du cycle chargement-déchargement, à nouveau l'écart entre les paliers de chargement et de déchargement est faible. L'évolution de la déformation axiale avec le temps, Figure 4-45, met en évidence une déformation différée pour chacun des paliers de déviateur et qui n'est pas stabilisée pour le plus fort déviateur avec une contrainte de confinement de 5 MPa. Pour la contrainte de confinement de 11 MPa, les déformations différées sont faibles et

elles sont toujours stabilisées pour la durée des paliers qui est de quelques jours, y compris pour le plus fort déviateur. La déformation axiale maximale est seulement de 0,34 %.

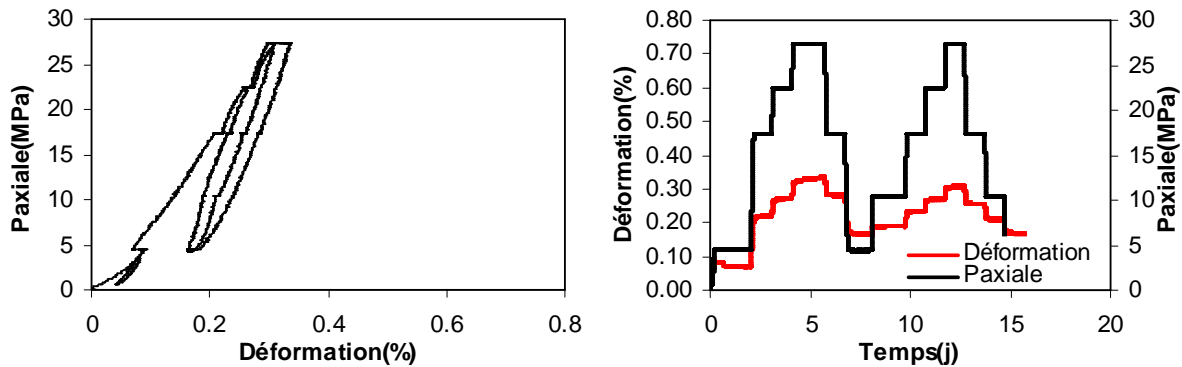


Figure 4-45 : Courbe pression - déformation axiales et courbes de la déformation et de la pression axiale en fonction du temps pour l'éprouvette N°3

Ces comportements montrent que la réponse de cette éprouvette est très fortement liée à son état de désaturation.

#### 4.2.8 Synthèse

En général, la courbe de contrainte - déformation des argilites lors d'un chargement comporte les quatre phases suivantes :

- la phase de serrage, qui est présentée par la partie concave de courbe avant sa portion linéaire. La compaction d'éprouvette s'associe à une fermeture des microfissures préexistantes, mais aussi une part de la déformation enregistrée est liée à la mise en place de l'éprouvette dans la cellule ;
- La phase linéaire, qui suit cette phase de serrage, est constituée par la partie présentant une relation linéaire entre la déformation et la contrainte. Cette relation est liée à une déformation des pores et des grains ;
- la phase de la création des nouvelles microfissures, qui se caractérise par une nouvelle partie non linéaire de la courbe avec l'augmentation du déviateur. Ceci est lié à une dilatance des argilites suite à une augmentation du déviateur, qui dépasse alors le seuil d'endommagement lequel, d'après une approche empirique, est quantifié par un critère de type de Hoek&Brown ;
- la phase du fluage, qui est représenté par l'évolution de la déformation sous une contrainte constante. La déformation différée est de plus en plus significative avec l'augmentation du déviateur, tant en amplitude qu'en durée. Ce fluage résulte d'un réarrangement des particules et de la matière qui se traduit à la fois par le développement de microfissures mais aussi une évolution des liaisons entre particules, voire de la cicatrisation.

La déformation axiale mesurée lors des chargements appliqués sur ces éprouvettes est faible. Elle ne dépasse pas la valeur de 0,68 % et donc elle est inférieure à la déformation de rupture admise pour ce matériau qui est de 1 %. Une part de la déformation est différée, donc le fluage, est de plus en plus significatif avec l'augmentation du déviateur. Mais elle est délicate à quantifier du fait de la faible durée des paliers, de quelques jours seulement.

Lors de la mise sous contraintes isotropes, 5 MPa, les valeurs du module de déformation sont relativement proches, de l'ordre de 4500 à 5600 MPa, sans qu'il soit possible d'établir un ordre en fonction du degré de saturation. L'éprouvette 5 (état naturel) présente une valeur plus faible, 2479 MPa. Cette singularité traduit surtout le fait que la forte valeur de perméabilité au gaz mesurée par cette éprouvette, supérieure à  $10^{-18}$  m<sup>2</sup>, était bien liée à un élément textural perturbateur.

L'ensemble des résultats montre que le module de déformation axiale augmente pendant le chargement déviatorique, sauf pour quelques éprouvettes où sous le plus fort des déviateurs imposés une légère diminution a été observée. Ceci pourrait donc traduire un dépassement du seuil d'endommagement. A l'inverse de la perméabilité au gaz mesuré, les variations de déformabilité sont liées au déviateur de contraintes et elles sont beaucoup moins sensibles à l'état de saturation initial des éprouvettes. Seul l'éprouvette la plus désaturée présente une forte augmentation de rigidité sous chargement déviatorique. En règle générale, le module de Young augmente de façon linéaire avec le déviateur, et donc aussi de la contrainte moyenne (Figure 4-46). Les valeurs mesurées pendant la phase de déchargement sont plus importantes que pour la phase de chargement. Les valeurs correspondantes au retour aux conditions de contraintes isotropes initial traduisent un léger écrouissage du matériau.

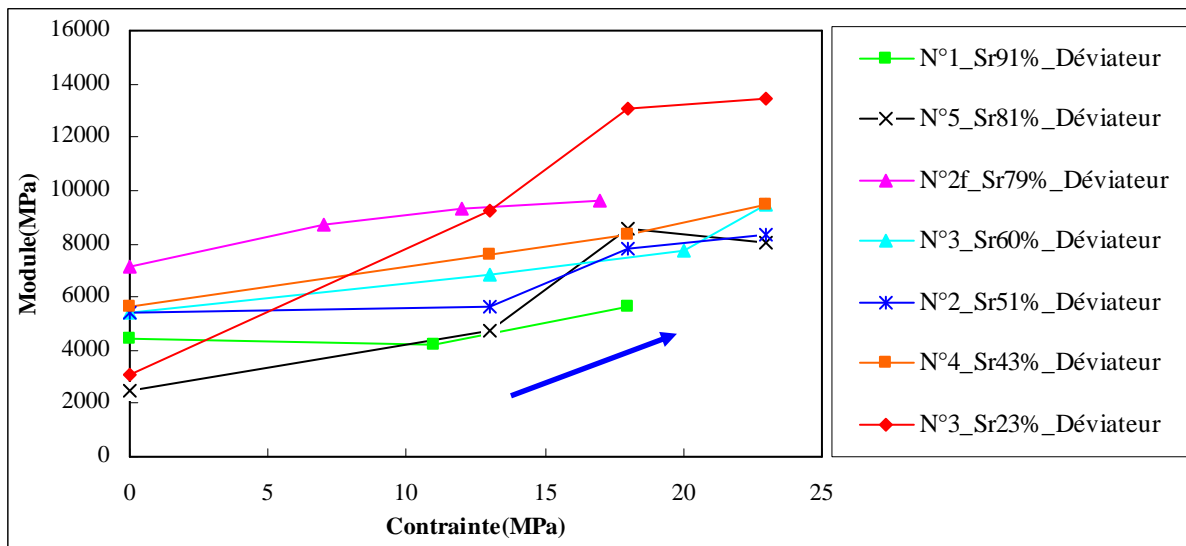


Figure 4-46 : Evolution du module de Young en fonction de la contrainte lors du chargement.

### 4.3 Vitesse des ondes ultrasonores

L'ensemble des valeurs mesurées de la vitesse des ondes ultrasonores, avant et après l'essai, est représenté par la Figure 4-47. Elle montre que globalement la vitesse des ondes varie très peu pendant l'essai de mesure de la perméabilité au gaz sous déviateur de contraintes. Associés au fait que la variation de la perméabilité au gaz mesurée en fonction du déviateur est très faible, ces résultats confirment que les variations de la microstructure induites par les déviateurs imposées ne sont pas importantes.

Globalement la vitesse des ondes diminue quand le degré de saturation décroît, bien que les résultats soient dispersés. Cette diminution est dû au fait que la vitesse des ondes est plus grande dans l'eau que dans l'air.

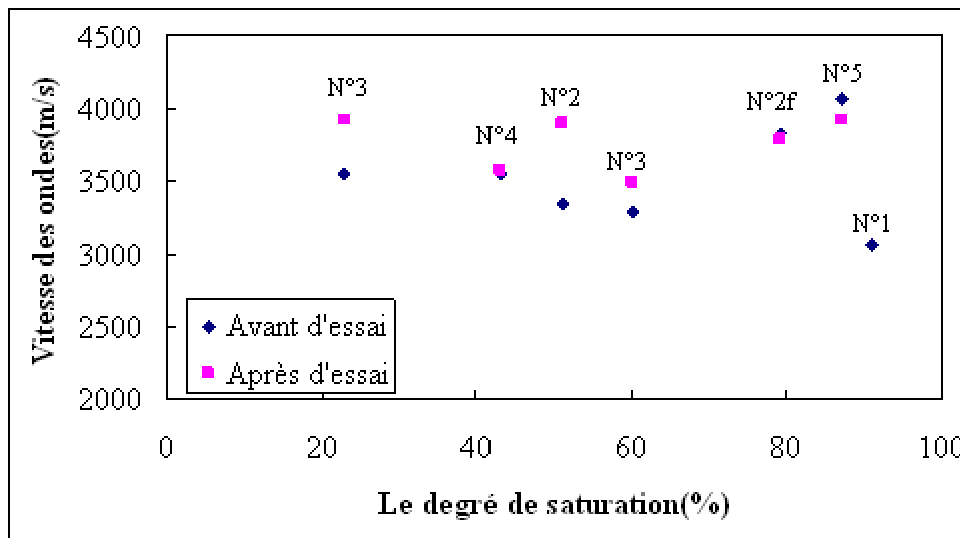


Figure 4-47 : Vitesse des ondes ultrasonores avant et après essai sous déviateur pour les différentes éprouvettes.

#### 4.4 Etude texturale des éprouvettes après essai

Hormis l'éprouvette N°1 qui a été rompue lors de la mesure de perméabilité au gaz, tous les éprouvettes de la carotte de EST20548 ont pu être caractérisées, à l'issue de la mesure de la perméabilité au gaz, par porosimétrie au mercure afin d'évaluer une évolution ou des différences de leur texture. Ces résultats sont à comparer à ceux acquis sur des morceaux intacts issus de la préparation des éprouvettes. Les éprouvettes pour la porosimétrie au mercure ont aussi été lyophilisées afin d'éviter que la phase de séchage préalable des éprouvettes ne perturbe leur texture ainsi que l'a démontré la comparaison de résultats acquis pour divers modes de séchage dans le chapitre 3.

La distribution de la taille de pore d'accès de l'éprouvette N°2, qui a été lyophilisée avec un degré de saturation égale à 50 %, soit une teneur en eau de 3,30 %, suite au trajet de resaturation entre les paliers HR = 25 % et HR = 75%, montre que la taille médiane de pore est de 0,0372  $\mu\text{m}$ , et que le volume injecté total est de 0,0417  $\text{ml.g}^{-1}$ . Cette distribution est similaire à celles des carottes EST20514 et EST20567. La porosité injectée par le mercure est de 9,9 % à comparer à la valeur de 12 % pour ces deux carottes.

La répartition de la porosité issue de l'injection de mercure a été caractérisée en définissant la part de la porosité injectée par intervalles de taille d'accès de pores. Quatre classes de diamètre d'accès ont été définies : supérieur à 100 nm, de 100 à 10 nm, inférieur à 10 nm et de 50 à 20 nm.

L'ensemble des courbes de porosimétrie au mercure des éprouvettes montre que les distributions des tailles d'accès de pores sont très proches pour l'ensemble des éprouvettes sauf pour l'éprouvette N°2f qui se différencie des autres (Figure 4-49). La porosité injectée par le mercure des éprouvettes sèches est d'environ 10,1 %, cette valeur est inférieure à celle des éprouvettes de EST20514, EST20512, EST20567. La famille principale d'accès de pores



se situe entre 20 et 50 nm et elle représente environ 50 % de la porosité injectée. Ceci est conforme avec les résultats présentés dans les paragraphes 1 et 3 où l'éprouvette N°2f se différenciait aussi des autres éprouvettes. Cette étude texturale montre que l'éprouvette N°2f présente une part de porosité avec des accès supérieurs à 100 nm beaucoup plus importante comparativement aux autres éprouvettes (Tableau 4- 22). Cette différence peut expliquer que lors de la mesure de la perméabilité au gaz, les valeurs mesurées soient plus importantes ou expliquer la plus grande déformabilité de cette éprouvette. Par ailleurs, bien que l'éprouvette N°4 présente une plus grande porosité injectée par le mercure, sa distribution d'accès de pores est cohérente avec celle des autres éprouvettes et ses caractéristiques mesurées ne se différencient pas.

Comme les porosimétries au mercure n'ont pu être effectuées qu'à l'issue des essais de chargement et de mesure de la perméabilité au gaz après conditionnement hydrique, chaque éprouvette a été associée à une éprouvette de référence initiale sous la forme d'une sous-éprouvette prélevée dans le reliquat de la carotte après carottage. Ces sous-éprouvettes seront référencées avec la notation D suivi du numéro de l'éprouvette

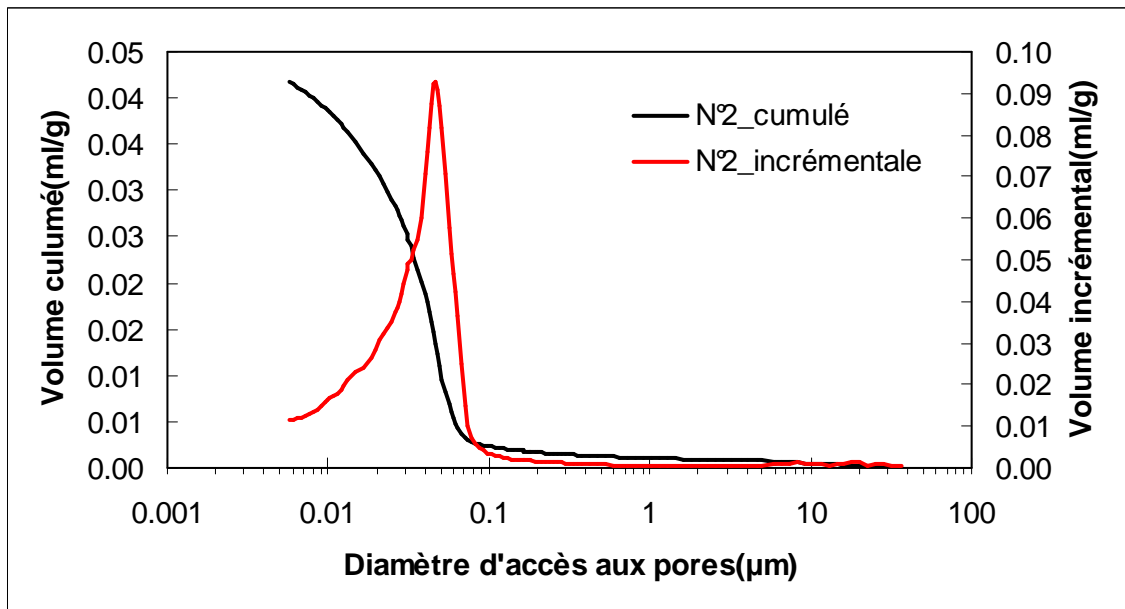


Figure 4-48 : Courbes de porosimétrie au mercure de l'éprouvette N°2 lyophilisé avec un degré de saturation initial de 51%.

Tableau 4- 22 : Porosité au mercure et pourcentages du volume injecté des éprouvettes de la carotte EST20548 après essai.

Echantillon		N°2	N°2f	N°3	N°4	N°5
Teneur en eau [%]		3,30	4,64	1,46	2,71	4,94
Degré de saturation[%]		51	79	23	43	81
Porosité totale[%]		14,5	13,8	14,8	14,7	14,2
Porosité de mercure [%]		9,9	10,1	10,1	10,8	10,1
Pourcentage de volume cumulé	> 100 nm	5,6	11,6	4,8	4,2	5,5
	de 100 à 50nm	19,1	19,6	16,4	15,5	14,2
	de 50 à 20nm	51,6	45,0	53,2	55,1	55,1
	de 20 à 10nm	16,2	16,3	17,5	17,1	17,3
	< 10 nm	7,5	7,5	8,1	8,1	7,9



L'éprouvette N°2 qui a subi un chemin de chargement et de conditionnement hydrique présente une plus faible porosité injectée par le mercure que l'éprouvette de référence intacte D2 (*Figure 4-50*). Ceci témoigne donc d'une variation suite au chargement et au conditionnement. Cependant les distributions des accès de pores entre les éprouvettes N°2 et D2 sont identiques. A l'opposé, la référence D2f présente aussi un grand pourcentage d'accès de pores supérieurs à 100 nm, similaire à celui de l'éprouvette N°2f. Ceci confirme que le comportement singulier de cette éprouvette a pour origine un état particulier lié à une singularité due au carottage ou au massif, en particulier une fracturation diffuse et localisée au niveau de la carotte, car elle n'est pas observable sur les éprouvettes encadrant cette éprouvette singulière.

*Tableau 4- 23 : Porosité au mercure et pourcentages de volume cumulé des éprouvettes de la carotte EST20548.*

Morceau		D2	D2f	D3	D4
Eprouvette correspondante		N°2	N°2f	N°3	N°4
Teneur en eau [%]		3,30	4,65	5,01	4,13
Porosité de mercure [%]		9,9	10,3	10,4	10,7
Pourcentage de volume cumulé	> 100 nm	5,6	8,0	6,3	5,6
	de 100 à 50nm	19,1	18,4	15,9	11,8
	de 50 à 20nm	51,6	48,3	52,0	57,8
	de 20 à 10nm	16,2	17,0	17,4	16,9
	< 10 nm	7,5	8,3	8,4	7,9

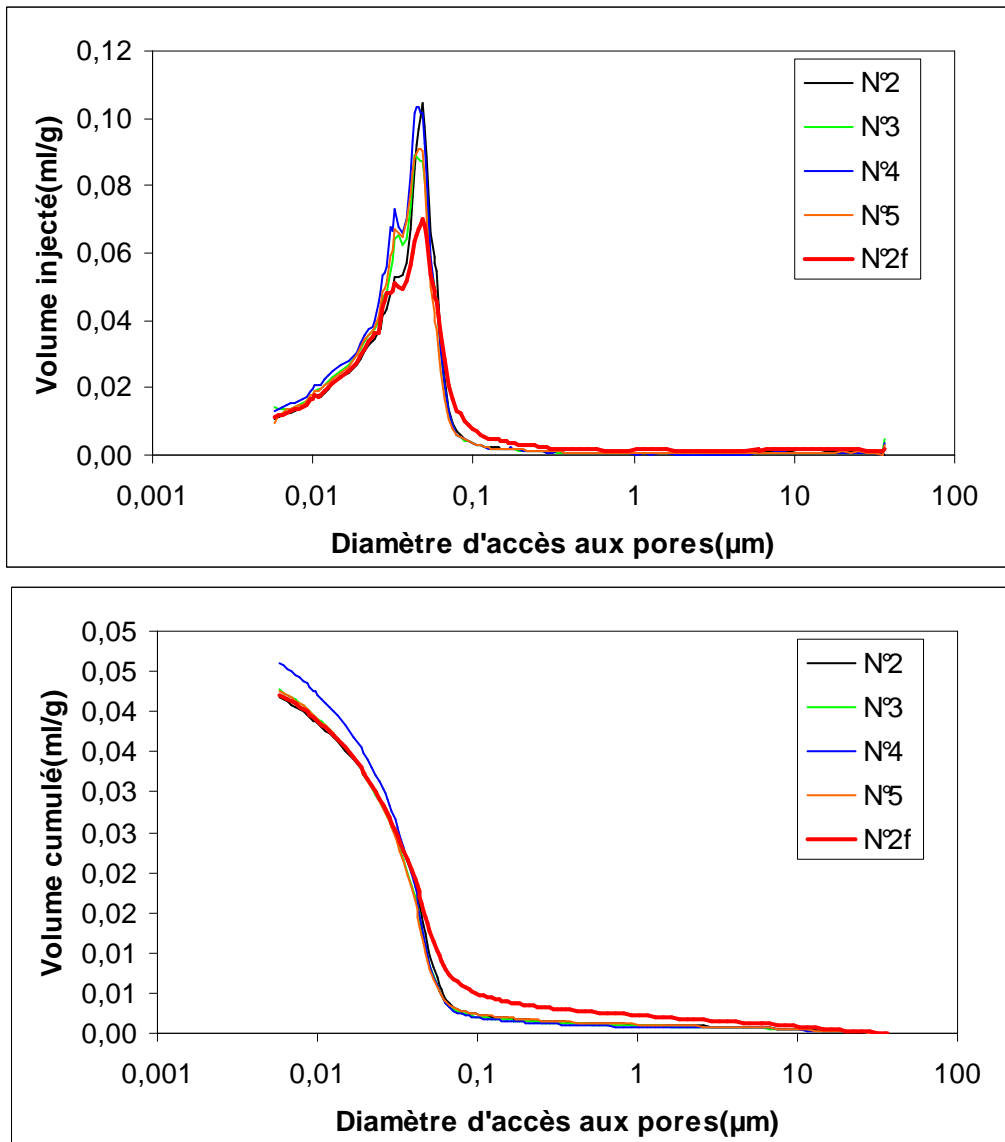


Figure 4-49 : Distributions de la taille des accès de pores des éprouvettes de la carotte EST2054.

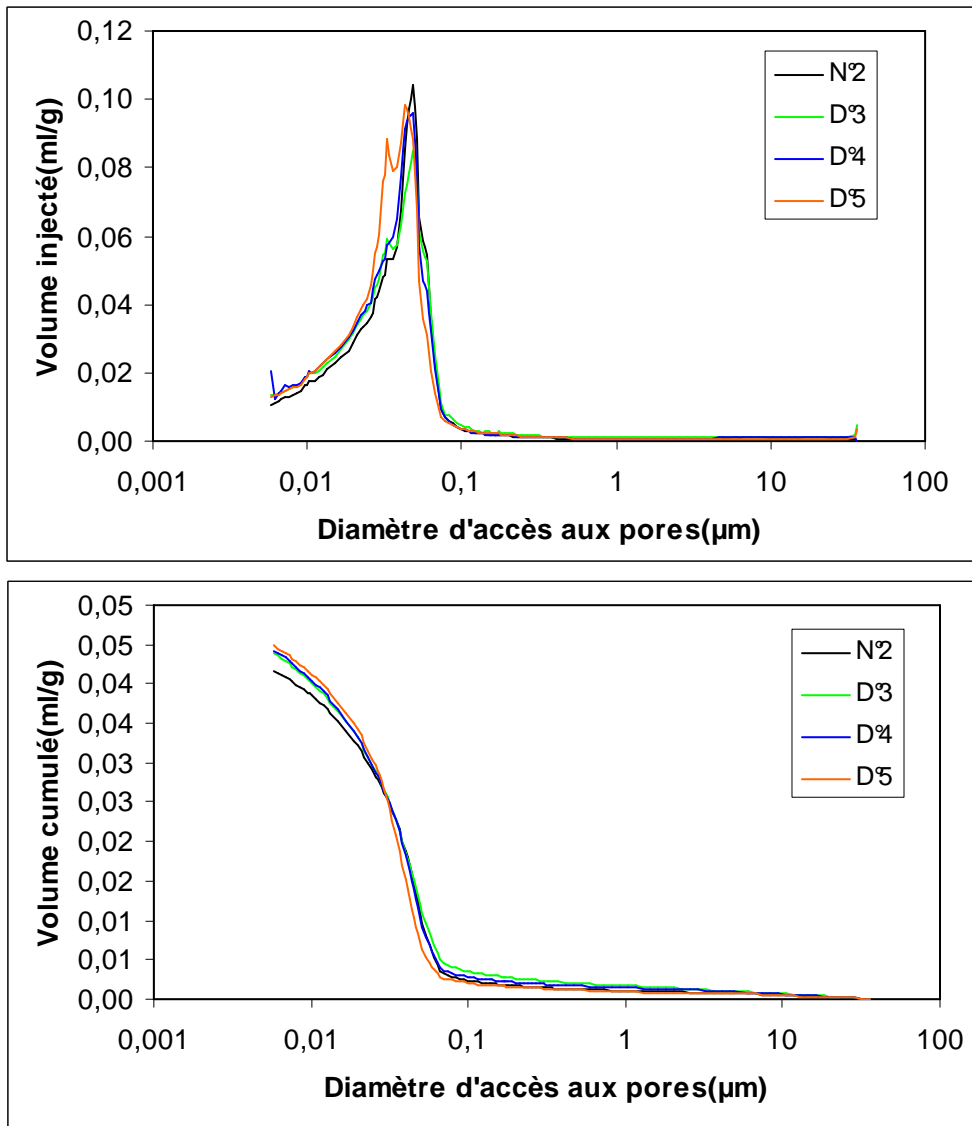


Figure 4-50 : Distributions de la taille des pores d'accès des références associées aux éprouvettes de la carotte EST20548.

## 5 Conclusions

L'objet de ce chapitre était la caractérisation de la perméabilité au gaz des argilites du site MHM en fonction de leur degré de saturation. Ceci a été réalisé d'abord pour un niveau de contraintes isotropes données dans le but d'établir une relation perméabilité au gaz – degré de saturation. Les mesures sous différents niveaux de contraintes déviatoriques effectuées ensuite avaient pour but d'évaluer la sensibilité à l'endommagement de ce matériau lorsqu'il sera dans état non saturé en raison d'échanges entre le massif et un ouvrage d'un stockage souterrain de déchets nucléaire, suite à des cycles de désaturation et resaturation. L'ensemble de ces données pourra être utilisé dans le cadre de simulations pour évaluer l'écoulement d'un gaz avec un couplage hydro-mécanique en phase de clôture.

Pour cela, les éprouvettes de la carotte EST20548, qui se trouvent relativement éloignées du puit principal, 4 m environ, ont été utilisés pour mesurer la perméabilité au gaz sous différents

niveaux de la contrainte isotrope et avec un déviateur de contraintes. Pour simuler le processus de désaturation et resaturation et imposer un degré de saturation défini, les éprouvettes ont d'abord subi un conditionnement hydrique en les plaçant dans des dessiccateurs à humidité relative constante. L'ensemble des éprouvettes qui sont, à priori jumelles à l' « état naturel », permet de reconstituer un cycle de désaturation - resaturation de grande amplitude, puisque le plus faible degré de saturation est de 25 %.

Le suivi de l'évolution de la masse d'éprouvette pendant le conditionnement hydrique montre que la durée d'un palier hydrique est d'environ une trentaine de jours pour atteindre un état stabilisé. A partir de l'inversion de l'équation de la diffusivité pour une géométrie cylindrique, la valeur du coefficient de diffusivité hydrique a été estimée égale à  $5 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  environ. ce coefficient semble diminuer pour les fortes saturations, rejoignant les conclusions de travaux antérieurs. Cette diminution serait liée au gonflement des minéraux argileux qui occulteraient les chemins de transfert de l'eau en phase vapeur. Un retrait lors de la désaturation et des fissurations lors de la resaturation ont été observés pour certaines éprouvettes. Ces dernières sont toujours associées à la présence de pyrite et elles ne sont que la conséquence d'une oxydation de ce minéral en atmosphère humide et au fait que les éprouvettes ne sont pas confinées pendant leur conditionnement hydrique. Il s'agit donc d'un effet préférentiellement lié aux conditions expérimentales qu'un effet de texture lié au matériau comme pour le retrait.

Globalement, les valeurs de perméabilité au gaz mesurée diminuent de  $10^{-18}$  à  $10^{-20} \text{ m}^2$  lorsque l'humidité relative varie entre sa valeur la plus faible, 25 % et la plus forte, 98 %. L'ensemble des mesures de perméabilité au gaz peut être représentée par une relation globalement linéaire entre la pression capillaire équivalente et la perméabilité au gaz, hormis dans le domaine de la quasi-saturation où la perméabilité au gaz devient très faible, voire nulle en raison de la perte de continuité de la phase gaz.

La contrainte isotrope imposée, qui est relativement faible, 0,5 MPa, induit une variation de la saturation qui reste très limitée, inférieure à 1%, d'après une estimation théorique en considérant un comportement poroélastique linéaire. Les variations de la masse des éprouvettes avant et après mesure de la perméabilité au gaz sont très faibles et elles montrent que la mise au contact du gaz dans le banc de mesure, y compris sur de longues durées, jusqu'à 60 jours, n'induit pas de variation de la saturation supérieure à cette valeur.

La variation de la perméabilité au gaz mesurée sous une contrainte déviatorique a été aussi étudiée. Globalement elle diminue linéairement quand le déviateur augmente ( $-0,5 \text{ \%} \cdot \text{MPa}^{-1}$ ) et elle ne varie pas ou du moins n'augmente que très légèrement quand le déviateur diminue lors du retour aux conditions isotropes initiales. Il n'y a donc pas recouvrement de la valeur correspondant à l'état de contraintes isotropes initial. Pour certaines éprouvettes, du fait d'artefacts texturaux, la diminution de la perméabilité au gaz mesurée avec le déviateur de contraintes est plus importante, jusqu'à  $3 \text{ \%} \cdot \text{MPa}^{-1}$ . Il faut cependant noter que la faible diminution de perméabilité au gaz observée pourrait être due à un effet de compression du matériau au niveau des faces des éprouvettes et non pas une évolution texturale globale du matériau. Ceci signifierait que la perméabilité au gaz des éprouvettes n'évoluerait pas lors d'une augmentation du déviateur dans la plage explorée.

D'un point de vue mécanique, les valeurs maximales du déviateur appliqué sont supérieures au seuil d'endommagement défini dans d'autres travaux et donc la diminution de la perméabilité au gaz mesurée peut paraître paradoxale. Cette diminution est cependant similaire aux résultats obtenus avec des éprouvettes du site de MHM par Zhang & Rothfuchs

(2007), qui ont étudié la mesure de la perméabilité au gaz d'éprouvettes d'argilites sous déviateur de contraintes. Ils ont mis en évidence que la perméabilité au gaz n'évoluait quasiment pas avant le seuil de coalescence des microfissures qui est très proche du seuil de rupture pour ce matériau. Donc les variations du comportement mécanique du matériau sous un chargement déviatorique n'auraient pas d'effets significatifs sur la perméabilité au gaz, excepté en phase de coalescence et de pré rupture.

Par contre l'état de saturation conditionne fortement la valeur de la perméabilité au gaz mesurée en raison de la variation de la part de porosité permettant un écoulement du gaz. Dans un diagramme, perméabilité – degré de saturation, la perméabilité au gaz mesurée présente une évolution globalement conforme à une courbe de perméabilité relative classique. Dans un repère log de la perméabilité- degré de saturation (*Figure 4-35*), une relation quasi linéaire relation est observable et a été quantifiée.

Les résultats de la déformabilité des éprouvettes montrent que la déformation axiale varie quasi linéairement avec le chargement et que sa valeur maximale est de 0,68 %. La déformation est essentiellement élastique lors du chargement. Pendant les paliers de chargement, une déformation différée est observable, mais elle n'est significative et évolutive que pour les paliers avec la valeur maximale du déviateur. Pour les autres paliers, avec la résolution de mesure et le bruit ambiant, elle apparaît stabilisée au bout de quelques jours.

Les valeurs du module de Young déterminées à partir des courbes de chargement varient entre 3527 et 6159 MPa. Elles augmentent lors de la désaturation des éprouvettes, ce qui signifie que l'éprouvette est plus rigide pour un faible degré de saturation. Ces évolutions ne sont pas corrélables avec la perméabilité. Ceci confirme à nouveau le comportement décrit par Zhang & Rothfuchs, à savoir que les variations du comportement mécanique du matériau pendant un chargement déviatorique n'ont pas d'effet sur la perméabilité au gaz, excepté en phase de coalescence et de pré rupture.

Les valeurs de la vitesse des ondes ultrasonores longitudinales mesurées avant essai varient entre 3653 et 4082 m.s<sup>-1</sup>. Par rapport à leur valeur initiale qui correspond à l'état naturel de l'éprouvette, la vitesse des ondes diminue quel que soit le sens de variation du degré de saturation. Ces résultats semblent montrer que la diminution est plus importante en resaturation qu'en désaturation. La diminution observée lors de désaturation est principalement liée à l'augmentation de la phase d'air dans la porosité, tandis que lors de resaturation elle a été attribuée aux modifications texturales créées par le gonflement des minéraux argileux.

La très faible variation de la vitesse des ondes avant et après les mesures de la perméabilité au gaz confirme que d'une part l'état de saturation de l'éprouvette n'a pas changé suite à la mise en contact avec le gaz de mesure et à son écoulement et d'autre part que la contrainte isotrope imposée n'induit pas d'endommagement.

Les mesures de porosimétrie au mercure montrent que la porosité injectée par le mercure est d'environ 10 % et que la principale famille des accès de pores se situe entre 20 et 50 nm ; elle représente environ 50 % de la porosité injectée. La comparaison des distributions des tailles d'accès de pores des éprouvettes montre que l'éprouvette N°2f présente un plus grand pourcentage de pore avec un accès supérieur à 100 nm à l'opposé des autres éprouvettes. Ceci traduit une anomalie texturale initiale (*in situ* ou suite au carottage) qui permet d'expliquer les résultats différents de cette éprouvette lors des mesures de la perméabilité au gaz.

## Chapitre 5 Conclusions générales et perspectives

La question de la zone endommagée (EDZ - excavation damaged zone) est au cœur des investigations géomécaniques et thermohydromécaniques dans un projet de stockage des déchets radioactifs en formation géologique profonde. Parmi nombreuses problématiques concernant la caractérisation d'EDZ initiale à l'excavation et son évolution temporelle sous effets du stockage, la perméabilité au gaz ou à l'eau est un paramètre permettant de quantifier l'état de la fissuration des roches. C'est pourquoi nous avons choisi la mesure de la perméabilité au gaz pour caractériser l'endommagement des éprouvettes d'argilites du Callovo-Oxfordian provenant du site de Meuse/Haute-Marne que l'ANDRA étudie pour la faisabilité d'un futur stockage.

Le phénomène de transfert de gaz dans un milieu poreux est un phénomène relativement simple si le milieu est désaturé en eau, alors qu'il est extrêmement complexe lorsque celui-ci est saturé ou proche de saturation en eau en raison de la discontinuité de la phase gazeuse et des phénomènes capillaires notamment dans un milieu peu perméable ayant un réseau de pores très petits où siègent de forts couplages hydromécaniques et hydrique-mécaniques en désaturation.

L'étude bibliographique menée sur le transfert de gaz dans un milieu poreux montre que de nombreuses interrogations demeurent tant sur le plan théorique que sur le plan expérimental.

- La question de pression capillaire négative en dessous de la pression de cavitation à l'échelle macroscopique : est-ce qu'une telle pression existe dans un capillaire ou un pore ? Comment s'effectue le transfert de l'eau dans un milieu partiellement saturé ? Plusieurs études expérimentales, en particulière celle publiée par Zhang *et al* (1991) ont confirmé que l'eau peut se maintenir en phase liquide sous pression négative jusqu'à -140 MPa à 42°C. Le mécanisme du transfert de la phase liquide à travers d'un réseau poreux partiellement saturé a été peu étudié. La vaporisation et la condensation de l'eau capillaire sont des processus thermodynamiques complexes. Sur le plan mécanique, le passage d'une pression interstitielle positive à l'état initial à une forte pression négative s'accompagne de déformations macroscopiques importantes (environ 2% de retrait volumique pour les argilites du site MHM).
- Communément, la pression d'entrée de gaz d'un milieu saturé ou proche de la saturation désigne le seuil de la pression au-dessus duquel un écoulement continu gazeux peut être établi. Contrairement à la simplicité de la définition, la mesure expérimentale d'un tel seuil est extrêmement compliquée sur des roches à la fois peu perméables et sensibles à la teneur en eau. Plusieurs définitions similaires et plusieurs protocoles expérimentaux sur échantillons existent (Hildenbrand 2003). En effet, la pression d'entrée est fonction de la taille des pores et leur connectivité, du potentiel de l'eau, y compris potentiel capillaire, potentiel osmotique, potentiel d'absorption, et du gradient de la montrée en pression imposé expérimentalement. Un fort gradient peut favoriser la création de microfissures voire la fracturation, ce qui change le seuil de pression par rapport à un chargement lent. Alors qu'en laboratoire, la vitesse de changement en pression ne peut être inférieures à certaines valeurs, sinon la durée des essais serait non acceptable, dans le contexte réel, la croissance de la pression sera beaucoup plus lente. Une relation exponentielle reliant la pression d'entrée et la perméabilité a été proposée par Davies (1991) sur la base des mesures sur des différents matériaux. La tentative de mesure que nous avons effectuée n'a pu être replacée sur cette relation.

- Parmi les différentes méthodes de mesure de perméabilité, la méthode en régime transitoire présente des avantages par rapport à celle en régime permanent dans le cas de milieux poreux peu perméables avec une perméabilité inférieure à  $10^{-19}$  m<sup>2</sup>. La précision de telles méthodes dépend sensiblement des dimensions de l'éprouvette et de sa perméabilité, des caractéristiques du dispositif telles que le volume et la compressibilité des réservoirs, la pression de référence, la pression des incréments de pression, etc. La mesure avec un gaz ajoute des difficultés supplémentaires qui sont la compressibilité propre du gaz et les phénomènes non linéaires tels que l'effet Klinkenberg, celui de la désaturation, le couplage hydrique-mécanique, la dissolution du gaz dans le fluide interstitiel et la possibilité d'une fissuration du matériau par le gaz. De surcroît, une méthode d'inversion devient obligatoire pour interpréter les essais si ces phénomènes sont significatifs.

Ces analyses bibliographiques ont été complétées par une analyse des phénomènes mécaniques et hydromécaniques couplés autour des ouvrages de stockage à différentes périodes : l'excavation, la mise en place des colis et la post-fermeture. Cette analyse a mis en évidence la problématique de la caractérisation d'EDZ et du transfert de gaz d'hydrogène produit par la corrosion des composants métalliques introduits dans les alvéoles de stockage. De cette analyse, ont été définis les objectifs des essais sur éprouvettes et les conditions mécaniques (contraintes) et hydrauliques (pression et incréments de pression) des essais.

Un protocole expérimental de mesure de perméabilité au gaz fondé sur le principe de 'pulse test' a été mis au point. Pour réaliser des essais sur les argilites, les paramètres des essais ont été optimisés : la pression de gaz initiale, la pression de confinement, les volumes de réservoirs, la pression des incréments de pression, cf. chapitre 2 paragraphe 4. Le banc d'essai du centre des Géosciences a été l'objet d'une validation pour quantifier la sensibilité du dispositif et sa capacité à réaliser les mesures projetées. Des fuites parasites, malgré des recherches approfondies, ont subsisté et évolué pendant la durée de ce travail. Elles ont donc été prises compte dans les méthodes d'interprétation mises en oeuvre. Ces fuites représentent une perméabilité équivalente de  $10^{-21}$  à  $10^{-23}$  m<sup>2</sup>, variable suivant les essais. Après la prise en compte de ces fuites parasites dans l'interprétation, le dispositif peut mesurer avec fiabilité une perméabilité aussi faible que  $10^{-21}$  m<sup>2</sup> -  $10^{-22}$  m<sup>2</sup>. La valeur du bruit de fond ayant été établie à  $10^{-23}$  m<sup>2</sup> en procédant à une pseudo-mesure avec un échantillon de duralumin donc de perméabilité nulle. En cas de fuites parasites, les méthodes de correction mises en oeuvre relèvent cette valeur d'un facteur 10.

Deux méthodes d'interprétation ont été utilisées. La méthode Brace qui présente l'avantage de calculer une valeur de la perméabilité au gaz mesurée pour chaque valeur de la pression,  $P(t)$ , et qui est fondée sur une hypothèse concernant un gradient de pression constant à chaque instant dans l'échantillon. La méthode des abaques numériques créés à partir de solutions calculées par différences finies de l'équation de la diffusivité et prenant en compte la compressibilité et la non linéarité des propriétés du gaz en fonction de la pression. Cette méthode donne une meilleure précision pour la détermination de la valeur de la perméabilité au gaz mesurée, mais il s'agit alors d'une valeur globale. La précision de la valeur déterminée avec cette méthode est estimée à 5 %, ce qui est suffisant compte tenu de la précision des dispositifs de mesure. Par ailleurs, une solution analytique de la pression en fonction du temps, initialement proposée pour l'interprétation de mesures avec des incréments de pression à l'eau, a été adaptée pour l'interprétation des mesures au gaz en supposant que la viscosité et la compressibilité du gaz sont constantes sur la durée de l'essai. Cette solution ne donne pas

une meilleure précision par rapport aux abaques numériques, et de surcroît elle est moins simple d'utilisation que la méthode de Brace.

A l'aide du banc de mesure et de ces méthodes d'interprétation, des éprouvettes provenant de différentes distances au puits d'accès du site MHM ont été mises en place dans la cellule de mesure pour caractériser d'une part l'EDZ et l'évolution du comportement hydromécanique des argilites du site MHM au voisinage d'un ouvrage par la mesure de la perméabilité au gaz et l'observation de leur déformation ainsi que la mesure de la vitesse de propagation des ondes ultrasonores et d'autre part l'endommagement hydrique de ces argilites par l'analyse des mesures de la perméabilité au gaz en fonction de leur degré de saturation en eau, qui a été imposé par un conditionnement hydrique avec des solutions salines sursaturées. En combinant l'observation des paramètres pétrophysiques : porosité, teneur en eau, densité des grains et minéralogie, les résultats expérimentaux nous permettent d'aboutir aux conclusions suivantes :

- Les valeurs de la perméabilité au gaz mesurée des éprouvettes d'argilites provenant de différentes distances au puits d'accès du site MHM sont comprises entre  $10^{-21}$  et  $10^{-22}$  m<sup>2</sup> sous une contrainte isotrope de 11 MPa. Elles ne présentent pas de variation significative entre les différentes éprouvettes, même pour celles susceptibles de présenter des niveaux d'endommagements différents suite à l'excavation selon les analyses issues des simulations du comportement du massif. Cette faible valeur de la perméabilité au gaz mesurée est cohérente avec la teneur en eau du matériau qui est semblable à celle du massif dans son état naturel et donc avec le degré de saturation des éprouvettes qui est très élevé. Ces valeurs sont, respectivement d'environ 6,45 % et 85 % et elles ne présentent pas de variations importantes traduisant un front de désaturation lié à la présence du puits. La non saturation des éprouvettes résulte plus des incertitudes des mesures composées pour déterminer ces valeurs et de la conservation des éprouvettes. L'uniformité des valeurs de la perméabilité au gaz mesurée signifie qu'il n'existe pas un endommagement important pour ces éprouvettes situées au voisinage de la paroi du puits. Ceci est cohérent avec les résultats acquis *in situ* (ANDRA 2005<sup>[6]</sup>). Les valeurs de perméabilité au gaz mesurée sous une contrainte déviatorique mettent en évidence une diminution de la perméabilité au gaz mesurée avec une augmentation du déviateur et une augmentation lors du déchargement, avec une irréversibilité lors du retour aux conditions initiales. Bien que les valeurs du déviateur de contraintes imposé soient supérieures au seuil d'endommagement, aucune augmentation de la perméabilité au gaz mesurée n'a été observée. En combinant l'observation de la déformabilité, qui montre que la déformation axiale maximale ne dépasse pas 1,3 % sous le déviateur maximal imposé égal à 17 MPa et une contrainte de confinement égale à 11 MPa, on peut conclure que l'endommagement des éprouvettes sous ce niveau de contraintes est très limité, du moins son influence sur la perméabilité au gaz mesurée. Les variations sont faibles et il est possible que cette diminution et l'irréversibilité observée puissent être un effet au niveau du contact des pierres poreuses avec le matériau et non pas un effet de l'évolution du matériau. .
- La perméabilité au gaz mesurée sur une éprouvette fracturée lors de la préparation avec une teneur en eau de 4,67 % et un degré de saturation de 74 % est de l'ordre de  $3.10^{-21}$  m<sup>2</sup> avec une contrainte isotrope de 11 MPa. Cette faible valeur de la perméabilité au gaz mesurée pour une éprouvette fracturée est liée à un contact de très bonne qualité entre les deux sous-éprouvettes et au fait que la discontinuité était perpendiculaire à la direction de l'écoulement du gaz. Lors des essais, deux éprouvettes se sont rompues. Le premier avec des fractures normales à la direction de l'écoulement et le second avec des



fractures recoupant les faces. Aucune incidence sur les variations des pressions au niveau des faces d'éprouvette n'a été mesurée à l'instant de la rupture et donc aucune variation de la perméabilité au gaz mesurée. Ceci est essentiellement lié aux conditions de confinement imposé, 11 MPa, qui ont pu occulter l'influence de ces fractures macroscopiques. Ces mêmes conditions, imposées pour la mesure de faibles valeurs de la perméabilité, ont pu aussi masquer des différences liées aux variations de l'endommagement créé par le creusement du puits. Néanmoins ces mesures sur éprouvettes fracturées établissent que même en cas de fracturation du massif l'écoulement du gaz ne serait pas favorisé dans des zones où les contraintes seraient proches des contraintes naturelles initiales, du moins à la même échelle.

- Pour étudier l'évolution de la perméabilité au gaz en fonction du degré de saturation, des éprouvettes jumelles d'une même carotte ont été conditionnées sous différents degrés de saturation avec des solutions salines sursaturées. Ces éprouvettes constituent un cycle de dératuration et resaturation. Le suivi ponctuel de la variation de masse de ces éprouvettes pendant le conditionnement hydrique montre que la durée d'un palier hydrique est d'environ une trentaine jours pour une éprouvette avec un diamètre de 40 mm et une hauteur d'environ 55 mm. La valeur du coefficient de diffusivité hydrique déterminée par l'inversion de l'équation de la diffusion dans un cylindre est d'environ de  $5 \cdot 10^{-10} \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ . Ce coefficient semble diminuer pour les forts de degrés de saturation confortant les résultats de travaux antérieurs. Cette diminution serait liée au gonflement des minéraux argileux qui occulteraient des chemins de transfert de l'eau en phase vapeur. La courbe de rétention, degré de saturation en fonction de la succion, obtenue à partir des variations de la masse des éprouvettes montre qu'il existe une hystérésis quand l'humidité relative est supérieure 50 %. Cette hystérésis devrait être liée à l'hétérogénéité de la distribution de la taille d'accès aux pores et au phénomène de retrait et gonflement lors de la désaturation et resaturation. Le suivi de la variation du diamètre et de la hauteur d'une éprouvette a permis de déterminer que le retrait volumique global est estimé à 2 % entre l'état naturel et celui sous une humidité relative égale à 25 %. Une fissuration induite par le gonflement lors de la resaturation a aussi été observée, mais elle semble associée à des singularités minéralogiques, en particulier à une oxydation de pyrites favorisée par le conditionnement en atmosphère humide sans confinement
- L'ensemble des résultats de la perméabilité de gaz mesurée en fonction du degré de saturation à l'eau montre que la perméabilité au gaz augmente de  $10^{-20}$  à  $10^{-18} \text{m}^2$  lorsque le degré de saturation décroît de 98 à 23 %. Une relation, quasi linéaire, entre le logarithme de la perméabilité et le degré de saturation a été identifiée et quantifiée. La variation de la perméabilité au gaz mesurée avec la contrainte déviatorique a été aussi étudiée. Globalement elle diminue linéairement quand le déviateur augmente avec un taux de variation égal à  $-0,5 \text{ \%} \cdot \text{MPa}^{-1}$  et elle ne varie pas ou augmente très légèrement lorsque le déviateur décroît, mais elle ne recouvre pas sa valeur initiale suite au retour à l'état de contraintes isotropes initial. A nouveau, un effet au niveau des faces plutôt qu'une évolution texturale globale du matériau pourrait être possible. Ceci signifierait que la perméabilité n'évoluerait pas lors d'une augmentation du déviateur. D'un point de vue mécanique, les valeurs du déviateur maximal imposé étaient supérieures au seuil d'endommagement et cette diminution de la perméabilité au gaz mesurée peut apparaître paradoxale. Elle est cependant similaire à des résultats obtenus avec des éprouvettes du site de MHM par Zhang & Rothfuchs (2007), qui ont observé que la perméabilité au gaz n'évoluait quasiment pas avant le seuil de coalescence des microfissures qui était très proche du seuil de rupture. Donc les variations du comportement mécanique du matériau

pendant un chargement déviatorique n'ont pas d'effets sur la perméabilité au gaz, excepté en phase de coalescence et de pré rupture.

- Certaines valeurs de la perméabilité au gaz mesurée des éprouvettes à différents degrés de saturation sont plus importantes que celles des éprouvettes utilisées lors de l'étude de l'endommagement à différentes distances de la paroi du puits et qui présentaient le même degré de saturation. Cette différence peut, en partie être attribuée d'une part à l'effet Klinkenberg en raison de la plus faible pression de gaz utilisée, environ 2,5 MPa contre 5 MPa pour la première étude et d'autre part à la plus faible valeur de la contrainte de confinement, 5 MPa contre 11 MPa, qui a pu permettre l'expression de l'influence de microfissures et microstructures pré-ouvertes des éprouvettes. Mais la part principale reste sans doute la plus faible teneur en eau de cette carotte sans doute liée à sa conservation
- Les valeurs initiales de la vitesse de propagation des ondes ultrasonores sont comprises entre 3653 et 4082 m.s<sup>-1</sup>. La faible variation des mesures de la vitesse des ondes avant et après les mesures de la perméabilité au gaz confirme que d'une part l'état de la saturation des éprouvettes n'a pas été modifié suite à l'application de la pression du gaz et à son écoulement et que d'autre part la contrainte isotrope imposée n'a pas induit d'endommagement significatif. Les valeurs mesurées de la vitesse des ondes diminuent toujours aussi bien en désaturation qu'en resaturation par rapport aux valeurs initiales qui correspondent à l'état naturel de l'éprouvette. Les résultats semblent indiquer que la diminution est plus importante en resaturation qu'en désaturation. La diminution lors de désaturation a pour principale origine l'augmentation de la masse d'air dans la porosité et lors de resaturation elle serait liée à une microfissuration créée par le gonflement des minéraux argileux.
- La microstructure des éprouvettes intactes et des éprouvettes ayant subi un certain chemin de chargement et des mesures de perméabilité au gaz ont été étudiés par porosimétrie au mercure après un séchage par lyophilisation. La distribution de la taille d'accès des pores pour ces éprouvettes est globalement inchangée et la principale famille de diamètre d'accès de pore est comprise entre 20 et 50 nm et elle occupe environ 50 % de la porosité injectée par le mercure. Ceci est cohérent avec les mesures antérieures rapportées dans la bibliographie. Parmi les différentes carottes, la carotte EST20548 qui a été utilisée pour l'étude de l'influence du degré de saturation présente une porosité injectée par le mercure relativement faible, 10 % environ par rapport aux autres carottes, 12 % environ. Ces mesures sont en accord avec les valeurs de la porosité totale déterminées à partir des mesures de la densité apparente et de la densité des grains par pycnométrie à l'hélium.

Cette étude expérimentale de l'endommagement mécanique et hydrique des argilites dans l'EDZ à partir de la mesure de la perméabilité au gaz a permis d'établir les résultats exposés ci-dessus. Afin de vérifier certains résultats et de confirmer ces conclusions, il serait sans doute nécessaire de procéder aux essais supplémentaires suivants :

- Mesure de la perméabilité au gaz sur des éprouvettes d'argilites d'orientation et de localisation différentes par rapport au puits pour déterminer une possible anisotropie des la perméabilité, en particulier par rapport aux plans de sédimentation et aux directions des contraintes horizontales mineure et majeure. Ces résultats devraient aussi être associée à des observations de texture et la mesure de paramètres pétrophysiques avant et après l'essai suivant la méthodologie de cette étude ;
- Mesure de la perméabilité au gaz avec différents niveaux de contraintes de confinement pour quantifier l'effet de la contrainte confinement sur la fermeture des microfissures

initiales sur la perméabilité au gaz mesurée. Ceci nécessiterait de procéder à des mesures de perméabilités avec de faibles pressions de gaz et donc soit d'utiliser d'autres méthodes, soit de quantifier l'effet Klinkenberg pour déterminer la valeur absolue de la perméabilité au gaz mesurée.

- L'analyse de la perméabilité au gaz en fonction du degré de saturation devrait prendre le compte du couplage hydrique-hydro-mécanique, parce que le conditionnement pour imposer le degré de saturation par cure hydrique peut induire des variations de la texture des éprouvettes et l'écoulement du gaz en milieu non saturé est un processus hydromécanique complexe. Pour minimiser l'effet du couplage hydrique-mécanique, une variation progressive, voire continue du degré d'humidité relative serait à préconiser. De même, il serait intéressant de déterminer le seuil de percolation, c'est-à-dire la valeur du degré de saturation pour laquelle un écoulement de gaz s'établit et séparant l'état presque non perméable de l'état perméable. D'après nos mesures, cette limite devrait se situer pour un degré de saturation proche de 90 %.

L'étanchéité du système est capitale pour la précision de la mesure des très faibles perméabilités. La faible viscosité du gaz de mesure rend celle-ci très difficile à parfaire, néanmoins les fuites doivent être minimisées afin de déterminer directement la valeur réelle de la perméabilité et éviter la mesure d'artefacts. De même il serait souhaitable d'établir si les diminutions de la perméabilité au gaz mesurée avec un chargement axial croissant sont liées à des effets de contact au niveau des faces ou à une évolution en masse du matériau.

La petite taille des éprouvettes intactes étudiées ne représente pas parfaitement le cas du voisinage d'ouvrages contenant des fractures et des fissures dont l'extension et l'espacement peuvent être beaucoup plus important que la taille des éprouvettes étudiées. Il serait souhaitable d'effectuer des mesures avec des éprouvettes d'argilites de plus grandes dimensions. Ceci permettrait de mieux explorer le cas d'un écoulement de gaz par propagation et ouverture de microfissures proposé dans le modèle conceptuel et qui n'a pas été abordé dans nos mesures. A l'opposé, un certain nombre de singularités telles que la présence de fossiles ou des filons de minéralisation ont montré qu'elles pouvaient influencer les mesures et le comportement des éprouvettes. Ce changement d'échelle permettrait d'établir si ces singularités peuvent aussi influencer la réponse du massif.

L'ensemble des mesures proposées apporterait une meilleure compréhension du mécanisme à retenir pour le transfert du gaz dans le voisinages des ouvrages d'un stockage de déchets radioactifs souterrains et l'établissement de relations analytiques utilisables pour simuler le comportement hydromécanique des argilites saturées et non saturées pendant la phase de clôture à l'aide de modèles numériques.

## Bibliographie

- [1] Abaci S., Edwards J.S. *et al.* (1992) : Relative permeability measurements for two phase flow in unconsolidated sands. *Mine water and the environment*, Vol. 11, N° 2, June, pp. 11-26.
- [2] Aissaoui A. (1983) : Etude théorique et expérimentale de l'hystérésis des pressions capillaires et des perméabilités relative en vue du stockage souterrain de gaz. Thèse de doctorat en Géologie de l'ingénieur, Ecole nationale supérieure des Mines de Paris, 223p.
- [3] Alonso E.E., Gens A. *et al.* (1990) : A constitutive model for partially saturated soils. *Geotechnique*, 40, N° 3, pp. 405-430.
- [4] Alvarez J., Crovetto R. & Fernandez-Prini R. (1988) : The dissolution of N<sub>2</sub> and of H<sub>2</sub> in water from room temperature to 640 K. *Berichte der Bunsen-gesellschaft für Physikalische Chemie*, Vol.92, n°2, pp.935-940.
- [5] ANDRA Dossier (2005) : Dossier 2005 Argile Tome évolution phénoménologique du stockage géologique, pp. 207-265, 337-384.
- [6] ANDRA Dossier (2005) : Dossier 2005 REFERENCTIEL SITE Meuse/Haute-MARNE TOME 1, 664p.
- [7] ANDRA Dossier (2005) : Dossier 2005 REFERENCTIEL SITE Meuse/Haute-MARNE TOME 2, 353p.
- [8] ANDRA Rapport (2005) : Résultats des mesures après la phase de fonçage du puits entre les cotes -454 m et -480 m, Expérimentation REP.D RP ADPE.05.0855, 149 p.
- [9] ANDRA Rapport (2001) : Comportement hydromécanique des argilites non saturées - synthèse des études expérimentales, rhéologiques et numériques. D RP AGEM 01-037/A, 159 p.
- [10] ANDRA Rapport (2003) : Mesure de la perméabilité des argilites du Callovo-Oxfordien saines et endommagées. C RP.OLMS.03.003.B, 39 p.
- [11] ANDRA Rapport (2003) : Construction d'un modèle conceptuel d'organisation de la porosité et de la minéralogie dans les argilites du site de Bure. D RP 0ERM.01.018.A, 167 p.
- [12] ANDRA Rapport (2005) : Mesure de la perméabilité au gaz des argilites MHM- Qualification du banc de mesure. C RP.OCGI.05.001, 51 p.
- [13] ANDRA Rapport (2006) : Caractérisation d'endommagement mécanique par la mesure de perméabilité au gaz sur échantillons prélevés dans la zone EDZ autour du Puits. C RP.OCGI.06.001, 97 p.

- [14] Baldwin B.A., Spinler E.A. (1998) : A direct method for simultaneously determining positive and negative pressure curves in reservoir rock. *Journal of petroleum science and engineering*, Vol. 20, pp. 161-165.
- [15] Baroghel-Bouny V. (1994) : Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances. Thèse de doctorat en Structures et Matériau, Ecole Nationale Supérieure des Ponts et Chaussées, 485p.
- [16] Baroghel-Bouny V. (2001) : Transferts dans les bétons et durabilité. *Revue française de génie civil*. Vol. 5, N° 2-3, 485 p.
- [17] Barenko V.I. & Korov V.S. (1989) : Solubility of hydrogen in water in a broad temperature and pressure range. *Soviet Atomic Energy*, Vol.66, n°1, pp.30-34.
- [18] Bear J. (2006) : 2<sup>nd</sup> Boussinesq Lecture on Darcy's law -150 years old 1856-2006, 12 p.
- [19] Bear J. (1972) : Dynamics of fluids in porous media. American Elsevier, New-York, 764 p.
- [20] Billiotte J. (1999) : Ecoulements polyphasiques non miscibles en milieux poreux. Approche microscopique. Actes du séminaire Descartes 1998-1999, ENPC, pp. 69-101.
- [21] Boidy E. (2002) : Modélisation numérique du comportement différé des cavités souterraines. Thèse de doctorat en Mécanique, Université Joseph Fourier-Grenoble I, 315 p.
- [22] Bounenni A. (2002) : Etude expérimentale de l'effet de l'endommagement sur la perméabilité des roches. Thèse de doctorat en Structures et Matériaux-Géotechnique, Ecole Nationale Supérieure des Ponts et Chaussées, 218 p.
- [23] Børgesen C.D., Jacobsen O.H. *et al.* (2006) : Soil hydraulic properties near saturation, an improved conductivity model. *Journal of Hydrology*, Vol. 324 , pp. 40-50.
- [24] Brace W.F., Walsh J.B., Frangos W.T. (1968) : Permeability of granite under high pressure, *J. Geophys. Res.*, Vol. 73, N° 2, pp. 2225-2236.
- [25] Chen J., Hopmans J.W. & Grismer M.E. (1999) : Parameter estimation of two-fluid capillary pressure-saturation and permeability function. *Advances in Water Resources*, Vol. 22, N° 5, pp. 479-493.
- [26] Chiarelli A.-S. (2000) : Etude expérimentale et modélisation du comportement mécanique de l'argilite de l'EST. Thèse de doctorat en Génie civil, Université de Lille I, 241 p.
- [27] Cohen R., Koynova R., Tenchov B. & Exerowa D. (1991) : Direct measurement of interaction forces in free thin liquid films stabilized with phosphatidylcholine. *European Biophysics Journal*, Vol. 20, N° 4, pp. 203-208.
- [28] Coll C. (2005) : Endommagement des roches argileuses et perméabilité induite au voisinage d'ouvrages souterrains. Thèse de doctorat en Mécanique, Université Joseph Fourier-Grenoble I, 257 p.

- [29] Cook (1999) : The effects of pore pressure on the mechanical and physical properties of shales. *Oil & Gas Science and Technology – Rev. IFP*, Vol. 54, N° 6, pp. 695-701.
- [30] Coste F. (1999) : Couplage entre la perméabilité et l'endommagement dans les matériaux des sites du Gard, de l'EST et de la Vienne, Rapport ANDRA B RP 0.G3S 1999-004/A, 36 p.
- [31] Coussy O. (2004) : *Poromechanics*, John Wiley and Sons, Chichester, England, 312 p.
- [32] Coussy O., Fleureau J.-M. *et al.* (2002) : *Mécanique des sols non saturés*. Paris, Hermès sciences publication, 404 p.
- [33] Coussy O. (1991) : *Mécaniques des milieux poreux*. Technip, Paris, 437 p.
- [34] Crank. J. (1979) : *The Mathematics of Diffusion*. Clarendon Press, Oxford, 424 p.
- [35] Daian J.F. (1986) : *Processus de condensation de transfert d'eau dans un matériau méso et macroporeux : étude du mortier de ciment*. Thèse de doctorat, Institut national Polytechnique de Grenoble. 319p.
- [36] Dana, Skoczylas F. (1999) : Gas relative permeability and pore structure of sandstones. *Int. J. Rock Mech. Min. Sci.*, Vol. 36, pp. 613-625.
- [37] Dantas L.B., Orlande H.R.B., Cotta R.M. (2003) : An inverse problem of parameter estimation for heat and mass transfer in capillary porous media, *Int. J. Heat Mass Transfer*, Vol. 46, pp. 1587-1598.
- [38] Davies P.B. (1991) : Evaluation of the role of threshold pressure in controlling flow of waste-generated gas into bedded salt at the waste isolation pilot plant, Sandia Report, SAND90-3246.
- [39] Delage P., Howat M.D., Cui Y.J. (1998) : The relationship between suction and swelling properties in a heavily compacted unsaturated clay. *Engineering Geology*, Vol. 50, pp. 31-48.
- [40] Delage P., Pellerin F.M. (1984) : Influence de la lyophilisation sur la structure d'une argile sensible du Québec. *Clay Minerals*, Vol. 19, pp. 151-160.
- [41] Derek Martin C., Lanyon G.M., Blümling P., Mayor J.C. (2003) : The excavation disturbed zone around a test tunnel in the Opalinus clay. In European Commission CLUSTER Conference. Luxembourg. pp.121-125.
- [42] Derjaguin B.V., Rabinovich Y.I., Churaev N.V. (1978) : Direct measurement of molecular forces. *Nature*, Vol. 272, pp. 313-318.
- [43] Dridi W. (2005) : *Couplage entre corrosion et comportement diphasique dans un milieu poreux : application à l'évolution d'un stockage des déchets radioactifs*. Thèse de doctorat en Structures et Matériau, Ecole Nationale Supérieure des Ponts et Chaussées, 212 p.

- [44] Escoffier S. (2002) : Caractérisation expérimentale du comportement hydromécanique des argilites de Meuse/Haute-Marne. Thèse de doctorat en Génie Civil-Hydrosystèmes et Géotechnique, I.N.P.L, 242 p.
- [45] Euratom (1999) : Gas migration and two-phase flow through engineered and geological barriers for deep repository for radioactive waste, EUR 19122EN.
- [46] Finsterle S., Persoff P. (1997) : Determining permeability of tight rock samples using inverse modeling. *Water resources research*, Vol. 33, N° 8, August, pp. 1803-1811.
- [47] Freissmuth H. (2002) : Influence de l'eau sur le comportement mécanique des roches argileuses. Thèse de doctorat en Technique et Economie de l'Exploitation du Sous-Sol, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 122 p.
- [48] Gallé C. (2000) : Gas breakthrough pressure in compacted Fo-Ca clay and interfacial gas overpressure in waste disposal context. *Applied Clay Science*, Vol. 17, pp. 85-97.
- [49] GAMBIT Club Report (2005) : Summary of a GAMBIT Club Workshop on Gas Migration in Bentonite. Technical Report TR-05-13, pp. 27-34.
- [50] Gaombalet J. (2004) : Le gonflement des argiles et ses effets sur les ouvrages souterrains de stockage. Thèse de doctorat en Mécanique, Ecole Polytechnique, 324 p.
- [51] Gasc-Barbier M. (2004) : Etude des mécanismes de déformation de roches argileuses profondes : Apport de la microstructure et des analyses pétrophysiques. Thèse de doctorat en Géosciences et Ressources Naturelles, Univ. Paris 6, 214 p.
- [52] Green J.L., Durben D.J., Wolf G.H., Angell C.A. (1990) : Water and solutions at negative pressure : Raman spectroscopy study to -80 Megapascals. *Science*, Vol. 249, pp. 649-652.
- [53] Grim R.E. (1968) : Clay mineralogy. Mac Graw-Hill Book Company.
- [54] Guimera J., Carrear J. (2000) : A comparison of hydraulic and transport parameters measured in low – permeability fractured media. *Journal of Contaminant Hydrology*, Vol. 41, pp. 261-281.
- [55] Heiland J. (2003) : Permeability of triaxially compressed sandstone: influence of deformation and strain-rate on permeability. *Pure Appl. Geophys.*, Vol. 1-60, pp. 889-908.
- [56] Heitz J.F. (1999) : Site de Meuse/Haute Marne, argilites du caollovo-Oxfordien, détermination en laboratoire de coefficients poromécaniques et calculs poromécaniques 2D d'ouvrages souterrains de stockage. Rapport Andra N°B.RP.0ANT.00.072.
- [57] Heitz J.F. (1998) : Liens entre les sollicitations thermiques et mécanique et la perméabilité dans les argilites de l'EST. Rapport ANTEA D RP 0ANT 98-0./A, 67p.
- [58] Hildenbrand A. (2003) : Fluid transport processes in Mudstones. Thesis of Lehrstuhl für Geologie, Geochemie und Lagerstätten des Erdöl und der Kohle, 137p.

- [59]Hildenbrand A., Schlomer S. & Krooss B.M. (2002) : Gas breakthrough experiments on fine-grained sedimentary rocks. *Geofluids*, Vol. 2, pp. 3-23.
- [60]Hildenbrand A., Schlomer S., Krooss B.M. & Littke R. (2004) : Gas breakthrough experiments on politic rocks: comparative study with N<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub> and CH<sub>4</sub>. *Geofluids*, Vol. 4, pp. 61-80.
- [61]Hilfer R. (2006) : Macroscopic capillarity without a constitutive capillary pressure function. *Physica A*, Vol. 371, pp. 209-225.
- [62]Hillel D. (1998) : *Environmental soil physics*. Academic Press, San Diego, CA, 771p.
- [63]Homand F., Duffeau P. *et al.* (2003) : *Manuel de mécanique des roches-Tome 1*. Comité Français de Mécanique des Roches, Transvalor, 270 p.
- [64]Homand F., Giraud A., Escoffier S., Koriche A., Hoxha D. (2004) : Permeability determination of a deep argillite in saturated and partially saturated conditions. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 47, pp. 3517-3531.
- [65]Horseman S.T. *et al.* (1996) : *Water, Gas and Solute Movement through Argillaceous Media*. Report NEA CC-96/1, pp. 62-63, 85-96, 231-242.
- [66]Horseman S.T., Harrington J.F., Sellin P. (1999) : Gas migration in clay barriers *Engineering Geology*, Vol. 54, pp. 139-149.
- [67]Hoxha D. (2004) : Résultats des essais sur échantillons pour le développement des modèles rhéologique HM et THM des argilites. Rapport Andra N°C.RP.0ENG.03.0308, 520 p.
- [68]Hsieh P.A., Tracy J.V., Neuzil C.E., Bredehoeft J.D., S.E. Silliman (1981) : A transient laboratory method for determining the hydraulic properties of 'tight' rock. I. Theory, *Int. J. Rock Mech. Min. Sci. & Geomech. Abstr.*, Vol. 18, pp. 245-252.
- [69]Jockwer (2003) : Experimental studies on gas migration in underground rock laboratories in Granitic and Argillaceous Rocks. *EUROSAFE*, Paris, 25.-26. November, Seminarheft 3, pp. 55-67.
- [70]Kharchafi M., Descoedres F. (1995) : Comportement différé des roches marneuses encaissant les tunnels. *Colloque Mandanum Craies et Schistes GBMR*, Bruxelles, 20-21 mars, 10 p.
- [71]Khranchenkov M.G. (2005) : Rheological double-porosity model for clayey rocks. *Int. J. of Rock Mech. & Min. Sci.*, Vol. 42, pp. 1006-1014.
- [72]Koriche M.A. (2004) : Caractérisation du comportement couplé des argilites de Meuse/Haute-Marne aux états saturé et partiellement saturé. Thèse de doctorat en Génie Civil-Hydrosystèmes-Géotechnique de l'I.N.P.L., 149 p.
- [73]Lefebvre R. (2003) : *Ecoulement multiphase en milieux poreux*. Document online  
Lien : [http://www.ete.inrs.ca/profs/rl/Tdm\\_2006\\_revisee.pdf](http://www.ete.inrs.ca/profs/rl/Tdm_2006_revisee.pdf)



- [74]Le Guen C. (1991) : Mesure de la perméabilité de roches très peu perméables et étude de son évolution sous sollicitations thermomécaniques - Application aux roches salifères du Bassin bressan. Thèse de doctorat en Géologie de l'ingénieur, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 156 p.
- [75]Le Guen C., Billiotte J., Deveughèle M., Brulhet J. (1993) : Gas permeability changes of rocksalt submitted to thermo-mechanical stresses. *The Quarterly Journal of Engineering Geology and Hydrogeology*, Vol. 26, pp. 327-334.
- [76]Lemaire T., Moyne C. & Stemmelen D. (2004) : Imbibition test in a clay powder (MX-80 bentonite). *Applied Clay Science*, Vol. 26, Issues 1-4, pp. 235-248.
- [77]Leroy P. (2005) : Transport ionique dans les argiles. Influence de la microstructure et des effets d'interface. Application aux argilites du site de Bure (Meuse/Haute-Marne). Thèse de doctorat en Géosciences de l'environnement, Univ. de Droit, d'Economie et des Sciences d'Aix-Marseille III, 204 p.
- [78]Mainguy, Longuemare P. (2002) : Coupling fluid flow and rock mechanics: Formulations of the partial coupling between reservoir and geomechanical simulators. *Oil & gas science and technology –Rev. IFP*, Vol. 57, N° 4, pp. 355-367.
- [79]Mainguy M. (1999) : Modèles de diffusion non-linéaire en milieu poreux-Application à la dissolution et au séchage des matériaux cimentaires. Thèse de doctorat en Sciences et Techniques, Ecole nationale supérieure des ponts et chaussées, 245p.
- [80]Maleki K. (2004) : Modélisation numérique du couplage entre l'endommagement et la perméabilité des roches. Thèse de doctorat en Structures et Matériau, Ecole Nationale Supérieure des Ponts et Chaussées, 157 p.
- [81]Marle C. (1972) : Ecoulement polyphasiques en milieux poreux. Cours de Production de l'IFP. Tecnip, Paris.
- [82]Marschall, Horseman S., Gimmi T. (2005) : Characterisation of Gas Transport Properties of the Opalinus Clay, a Potential Host Rock Formation for Radioactive Waste Disposal. *Oil & Gas Science and Technology-Rev. IFP*, Vol. 60, N° 1, pp. 121-139.
- [83]Matray J.-M., Savoye S., Cabrera J. (2007) : Desaturation and structure relationships around drifts excavated in the well-compacted Tournemire's argillite (Aveyron,France). *Engineering Geology*, Vol. 90, pp. 1-16.
- [84]Mercury L., Tardy Y. (2001) : Negative pressure of stretched liquid water. *Geochemistry of soil capillaries*, *Geochim. Cosmochim. Acta*, Vol. 65, pp. 3391-3408.
- [85]Mitlin V.S., Mc Lennan J.D., Green S. G. (1998) : Simultaneous Determination of Two-Phase Relative Permeability and Capillary Pressure of Porous Rocks from Steady-State Flow Experiments: Accounting for Gravitational Forces and Fluid Compressibility. *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 204, pp. 205-213.

- [86] Ngwenya B.T., Kwon O. (2003) : Permeability evolution during progressive development of deformation bands in porous sandstones. *Journal of Geophysical Research*, Vol. 108, N° B7, July, pp. 2343-2351.
- [87] Olchitzky E. (2002) : Couplage hydromécanique et perméabilité d'une argile gonflante non saturée sous sollicitations hydriques et thermiques courbe de sorption et perméabilité à l'eau. Thèse de doctorat en Mécanique, Ecole Nationale Supérieure des Ponts et Chaussées, 183 p.
- [88] Olsen H.W., Nichols R.W., Rice T.L. (1985) : Low gradient permeability measurements in a triaxial system. *Géotechnique*, Vol. 35, N° 2, pp. 145-157.
- [89] Peach C.J., Spiers C.J., Tankink A.J., Zwart H.J. (1984) : The influence of fluid rock interaction on the rheology of salt rock and on ionic transport in the salt. Periodic report, contract n°WAS 153-80-7.N.
- [90] Perrin B., Baroghel-Bouny V., Chemloul L. (1998) : Méthode de détermination de la diffusivité hydrique de pâtes de ciments durcies. *Materials and Structures/Matériaux et Constructions*, Vol. 31, Mai, pp. 235-241.
- [91] Pham Q.T. (2006) : Effets de la désaturation et de la resaturation sur l'argilite dans les ouvrages souterrains. Thèse de doctorat en Géomécanique et Ouvrages Souterrains, Ecole Polytechnique, 175 p.
- [92] Pintado X., Ledesma A., Lloret A. (2002) : Back-analysis of thermohydraulic bentonite properties from laboratory test. *Engineering Geology*, Vol. 64, pp. 91-115.
- [93] Platikanov D., Nedyalkov M., Rangelova N. (1987) : Method for direct measurement of the film tension of black foam films. *Colloid & Polym. Sci.*, pp.269-272.
- [94] Quéré D. (1997) : Inertial capillarity , *Europhys. Lett.* N°39, 533p.
- [95] Rajniak P., Soos M. & Yang R.T. (1999) : Unified network model for adsorption - desorption in systems with hysteresis. *AIChE journal*, Vol. 5, N° 4, pp. 735-750.
- [96] Ramambosoa N. (2001) : Etude du comportement hydromécanique des argilites – Application au site de Tournemire. Thèse de doctorat en Mécanique, Ecole Polytechnique, 182 p.
- [97] Rebour V. (1995) : Quantification de la diffusion moléculaire d'hélium dans des roches argileuses saturées en eau. Application à une marne argileuse du Callovo-Oxfordien du nord-est du Bassin parisien. Thèse de doctorat en Géologie de l'ingénieur, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 188 p.
- [98] Robinet J.C. (1992) : Modèle de transfert de masse dans les argiles à faible porosité. Application à l'effet de la ventilation dans les galeries. *Rev. Française de Géotechnique* n°61, pp.31-43.
- [99] Scanlon B.R., Nicot J.P. & Massmann J.W. (2002) : Soil gas movement in unsaturated systems, in Warwick, A.W., ed., *Soil physics companion*, pp. 297-341.

- [100] Schmitt L., Forsans T., Santarelli J., (1994) : Shale testing and capillary phenomena. International journal of rock mechanics and mining sciences. Vol.31, n°5, pp.411-427.
- [101] Skoczylas F., Burlion N., Yurtdas I. (2007) : About drying effects and poro-mechanical behaviour of mortars. Cement & Concrete Composites, Vol. 29, pp. 383-390.
- [102] Su K. (2005) : Contribution à l'étude du comportement mécanique et thermo-hydro - mécanique des argilites du Callovo-Oxfordien- Application au stockage des déchets radioactifs. Mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches de l'Université des Sciences et Technologies de Lille, 94 p.
- [103] Sutherland H.J., Cave S.P. (1980) : Argon gas permeability of New Mexico Rock Salt under Hydrostatic Compression. Int. J. Rock Mech. Min. Sci & Geomech. Abstr., Vol.1 7, pp. 281-288.
- [104] Tankawa W., Shalmamoto T. (2006) : Klinkenberg effect for gas permeability and its comparison to water permeability for porous sedimentary rocks. Hydrology and Earth System Sciences Discussions, Vol. 3, Issue 4, pp. 1315-1338.
- [105] Tas N.R., Mela P. *et al.* (2003) : Water plugs in nanochannels under negative pressure. 7<sup>th</sup> Ont. Conf. on Miniaturized Chemical and Biochemical Analysis Systems, Squaw Valley, California USA, pp. 13-16.
- [106] Tas N.R., Mela P. *et al.* (2003) : Capillarity induced negative pressure of water plugs in nanochannels. Nanoletters, Vol. 3, N° 11, pp. 1537-1540.
- [107] Trimmer D.A. (1981) : Design criteria for laboratory measurements of low permeability rock, Geophys.Res.Lett. Vol.8 n°9, pp.973-975.
- [108] Tsang C.-F., Bernier F., Davies C. (2005) : Geohydromechanical processes in the Excavation Damaged Zone in crystalline rock, rock salt, and indurated and plastic clays- in the context of radioactive waste disposal. Int. J. Rock Mech. Min. Sci & Geomech. Abstr., Vol. 42, pp. 109-125.
- [109] Valès F., Nguyen Minh D., Gharbi H. & Rejeb A. (2004) : Experimental study of the influence of the degree of saturation on physical and mechanical properties in Tournemire shale (France). Applied Clay Science ,Vol. 26, Issues 1-4, pp. 197-207.
- [110] Van Genuchten M.Th. (1980) : A closed-phase mixture model of liquid-gas flow and heat transfer in capillary porous media. Soil Science Society of America journal, Vol. 44, pp. 892-898.
- [111] Wang H.F., Hart D.J. (1993) : Experimental error for permeability and specific storage from pulse decay measurement, Int. J. Rock Mech. Min. Sci & Geomech. Abstr., Vol. 30, pp. 1173-1176.
- [112] Walder, Nur A. (1986) : Permeability measurement by the pulse-decay method: Effects of poroelastic phenomena and non-linear pore pressure diffusion. Int. J. Rock Mech. Min. Sci & Geomech. Abstr., Vol. 23, pp.225-232.

- [113] Webb S.W., Pruess K. (2003) : The use of Fick's law for modeling trace gas diffusion in porous media. *Transport in Porous Media*, Vol. 51, pp. 327-341.
- [114] Wilhelm E., Battino R. & Wilcock R.J. (1977) : Low-pressure solubility of gases in liquid water. *Chemical Reviews*, Vol.77, n°2, pp.219-262.
- [115] Wright H. (2001) : Rôle de la mineralogie, de la texture et de la structure dans la déformation et la rupture des argilites de l'Est. Thèse de doctorat en Géologie de l'ingénieur, Ecole Nationale Supérieure des Ponts et Chaussées, 185 p.
- [116] Wu Y.-S., Pruess K., Persoff P. (1998) : Gas flow in porous media with Klinkenberg effects. *Transport in Porous Media*, Vol. 32, pp. 117-137.
- [117] Wu Y.-S., Liu H.H., Bodvarsson G.S. (2004) : A triple-continuum approach for modeling flow and transport processes in fractured rock. *Journal of Contaminant Hydrology*, Vol. 73, pp. 145-179.
- [118] Zheng Q. *et al.* (1991) : Liquids at large negative pressures: water at the homogeneous nucleation limit. *Science*, Vol. 254, pp. 829-832.
- [119] Zhang C.L., Tilmann R. (2002) : Experimental study of the hydro-mechanical behaviour of the Callovo-Oxfordian argillites. *Applied Clay Science*, Vol. 26, issues 1-4, pp. 325-336.
- [120] Zhang C.L., Tilmann R., Su K., Hoteit N. (2006) : Experimental study of the thermo-hydro-mechanical behaviour of indurated clays. *Physics and Chemistry of the Earth*, Vol. 32, Issue 8-14, pp. 957-965.
- [121] Zhang C.L., Tilmann R. (2007) : Experimental study on damage and sealing of clay rocks. 3rd international meeting Clay in natural & engineered barriers for radioactive waste confinement, Abstract, p. 539.
- [122] Zhang M., Takahashi M., Morin R.H. & Esaki T. (2000) : Evaluation and application of the transient-pulse technique for determining the hydraulic properties of low-permeability rocks- Part 1: Theoretical Evaluation. *Geotechnical Testing J.*, Vol. 23, Issue 1, pp. 83-90.



## Annexe A Identification du flux parasite

Pendant les mesures de perméabilité au gaz, un flux parasite a été mis en évidence à la fin de la phase de stabilisation. Pour les différents échantillons, l'amplitude de ce flux variait entre  $10^{-4}$  et  $1,2 \cdot 10^{-4}$  MPa.h<sup>-1</sup> et ce flux pouvait être supérieur à la réponse escomptée pour de très faibles perméabilités, de l'ordre de  $10^{-22}$  m<sup>2</sup>. Pendant les trois années de cette étude, les mesures ont été arrêtées plusieurs fois pour réaliser des investigations complémentaires afin d'identifier l'origine de ce flux parasite : réservoir amont, réservoir aval, talon amont, talon aval ou surface latérale, c'est-à-dire la jaquette.

Le premier test a consisté à isoler les réservoirs amont et aval respectivement et comparer les variations de pression et les valeurs du débit résiduel avec celles observées dans le cas où les deux réservoirs sont en contact avec l'éprouvette. Les mêmes valeurs de la variation et du débit ont été observées. Mais lorsque les deux réservoirs amont et aval sont isolés en même temps, les pressions restaient presque constantes. Ceci signifie que le système extérieur est exempt de fuites.

Le second test a utilisé une éprouvette métallique avec les mêmes disques poreux comme pour la mesure avec une éprouvette.. Un flux été mesuré et il avait le même ordre de grandeur que celui mesuré avec une éprouvette d'argilites.

Le troisième test a consisté à mettre en place l'éprouvette métallique et intercaler entre les talons et les faces de l'éprouvette par une feuille de plomb. Sous l'effet de la contrainte axiale, l'écrasement du plomb constitue une étanchéité d'excellente qualité au niveau des arrivées du gaz sur les faces de l'éprouvette. Cette configuration permet de tester la présence d'une fuite parasite dans tout le circuit externe à l'éprouvette, à l'exception du point d'étanchéité entre le talon et le tube d'arrivée du gaz et entre l'éprouvette et la capote latérale. Dans le premier test, le circuit externe n'est testé que jusqu'aux vannes d'arrêt situées sur les tubes reliant les réservoirs aux talons de la cellule. Dans ces conditions, la variation des pressions est quasi-nulle. Les variations des pressions sont essentiellement liées aux variations de la température dans l'enceinte. Il en est de même pour un pulse-test (Figure A-1). La valeur du flux résiduel déterminé par interpolation linéaire est inférieure à  $10^{-6}$  MPa.h<sup>-1</sup> et la perméabilité au gaz correspondante à un tel flux serait inférieure à  $10^{-22}$  m<sup>2</sup>.

Le quatrième test a eu pour but de tester la partie circuit gaz interne à la cellule. L'éprouvette métallique a été mise place avec des disques poreux entre les talons et l'éprouvette, ainsi que du tissu entre la capote latérale et l'éprouvette. Sous ces conditions, l'évolution des pressions de gaz (Figure A-2) montre une variation linéaire de la pression très proche de celle observée lors des essais avec les éprouvettes d'argilites. Sa valeur est en effet de  $8 \cdot 10^{-4}$  MPa.h<sup>-1</sup>. Cette dernière mesure conduit à localiser l'origine du flux parasite soit au niveau des points d'étanchéité des tubes d'arrivée du gaz et des talons, soit au niveau de la capote latérale d'étanchéité.

Ces tests permettent d'écarter l'hypothèse d'une interaction entre le gaz de mesure et le fluide interstitiel des éprouvettes. Même en l'absence d'une identification précise de son origine, ce flux doit donc être associé à une fuite interne du banc de la cellule. Pour calculer la valeur de la perméabilité, il a été introduit dans la modélisation du banc de mesure, un flux de masse sortant au niveau de chacun des réservoirs dont la valeur est égale à celle observée à la fin de la phase de stabilisation de la pression du gaz avant l'application de l'incrément de pression.

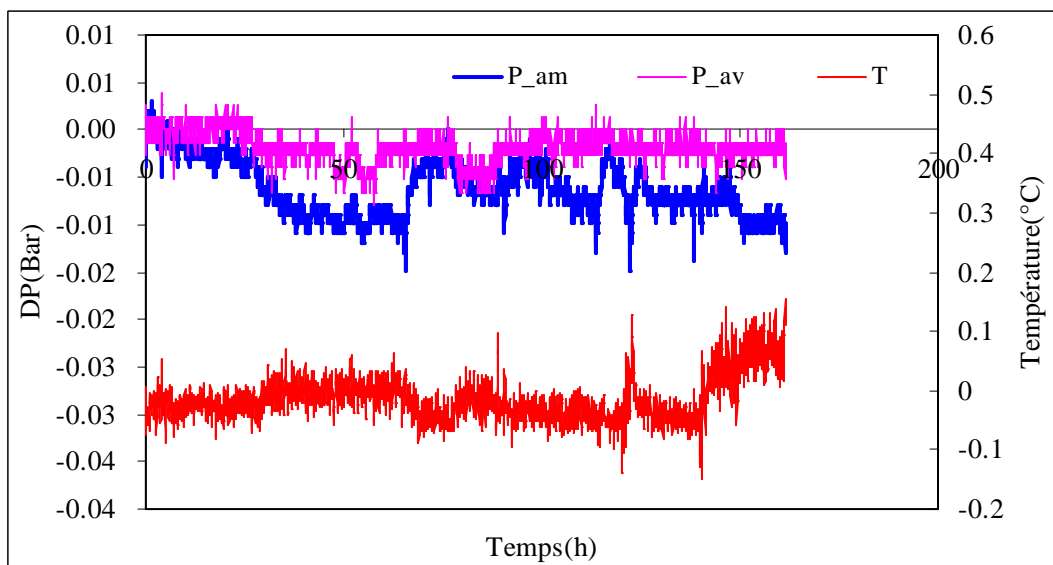


Figure A-1 : Evolution des pressions du gaz lors d'un pulse-test avec une éprouvette métallique isolée par des joints de plomb au niveau des talons.

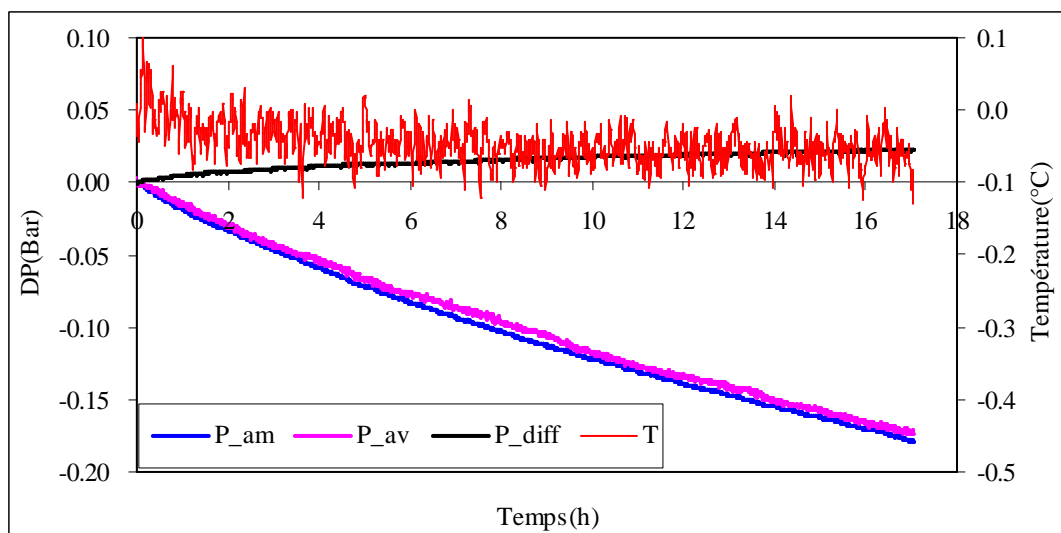


Figure A-2 : Evolution des pressions du gaz suite à un pulse-test avec une éprouvette métallique et un tissu sur la surface latérale.

Cette modélisation a été validée en calculant l'évolution des pressions pour un pulse test effectué avec l'éprouvette métallique et une bande de tissu latérale qui présente donc une perméabilité très importante (Figure A-2). La correction appliquée permet de trouver une égalité des pressions au bout de quelques minutes. Il n'est cependant pas possible de valider la modélisation dans une configuration avec une éprouvette poreuse et très peu perméable en l'absence d'un témoin fiable. Une étude paramétrique a permis d'étudier la sensibilité de cette méthode de correction et d'établir qu'elle présentait une fiabilité pour des perméabilités mesurées jusqu'à  $10^{-21} \text{ m}^2$ .

Le Tableau A-1 présente les valeurs des flux amont et aval mesurés dans ces différentes configurations. Il rapporte aussi les valeurs de ces mêmes flux mesurés dans le cas d'une éprouvette métallique sans disque poreux ; ces mesures ayant été réalisées lors de la qualification du banc de mesure.

Condition	DP <sub>amont</sub>	DP <sub>aval</sub>	Date
	(10 <sup>-4</sup> MPa.h <sup>-1</sup> )		
Éprouvette métallique nue	0,2	0,2	07/2005
Éprouvette métallique avec disques poreux (sans tissu)	5	0,9	05/2006
Éprouvette métallique avec disques poreux et un tissu sur la surface latérale	10	10	04/2006
	30	30	05/2006
Éprouvette métallique avec une feuille de plomb	<10 <sup>-2</sup>	<10 <sup>-2</sup>	09/2007
Éprouvette argilite à la fin de la phase de stabilisation	3	3	02/2006
	2	2	09/2007

*Tableau A-1 : Valeurs des flux amont et aval observés dans différentes configurations.*

Pour réduire l'influence du flux parasite localisé dans la partie amont, le volume du réservoir amont a été augmenté par adjonction d'un réservoir supplémentaire pour certains essais. Le volume du réservoir amont était alors de 2250 cm<sup>3</sup>. Ce volume assure de fait une pression amont quasi-constante, même en présence de ce flux parasite. L'évolution de la pression aval permet toujours la détermination de la perméabilité, y compris suivant la méthode de Brace.





## Annexe B Quantification du coefficient de diffusivité hydrique

Le conditionnement hydrique des échantillons cylindriques d'argilites dans une ambiance à Humidité Relative (HR) constante peut être décrit par une équation de diffusion. Nous avons établi une solution semi-analytique (par la méthode des différences finies) de la teneur en eau d'un échantillon cylindrique soumis à un échange hydrique sur toute sa surface. Le but est d'interpréter la courbe de l'évolution de masse obtenue pendant le conditionnement hydrique pour en déduire la valeur du coefficient de diffusivité hydrique.

En supposant que le coefficient de diffusivité hydrique est constant pendant tout le conditionnement hydrique, d'après la deuxième loi de Fick, l'équation de diffusion s'écrit dans le cas du système de coordonnées cylindriques :

$$\frac{\partial m_e}{\partial t} = D_e \left( \frac{\partial^2 m_e}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial m_e}{\partial r} + \frac{\partial^2 m_e}{\partial z^2} \right) \quad B.1$$

avec  $0 \leq r < a$ ,  $0 < z < l$  et  $t > 0$

où  $m_e$  est la masse de l'eau liquide par unité de volume,  $m_e = \rho_e \phi S_r$

$a$  est le rayon de l'éprouvette et  $l$  est sa hauteur.

Cette équation peut être simplifiée et se réduire à un problème unidimensionnel dont une solution analytique est connue, si la longueur de l'échantillon cylindrique est infinie ou si il y a absence d'échange hydrique sur les deux extrémités.

Mais dans notre cas, les échantillons ont un diamètre de 40 mm et une hauteur de 50 à 65 mm, donc il est nécessaire de résoudre le problème bidimensionnel. Les conditions initiales et limites sont les suivantes :

La teneur en eau initiale dans l'échantillon est uniforme, donc la condition initiale s'exprime :

$$m_e(r, z, 0) = m_{e0} \quad t = 0 \quad B.2$$

La teneur en eau à la surface d'échantillon est fixée par l'humidité relative imposée et les conditions limites sont :

$$m_e(r = a, t) = m_{e1} \quad m_e(z = 0, t) = m_e(z = l, t) = m_{e1} \quad t > 0 \quad B.3$$

où  $m_{e0}$  et  $m_{e1}$  sont fonction de la saturation.

Même s'il existe une solution analytique exacte mais complexe, la méthode numérique a été préférée pour résoudre ce problème et déterminer la valeur du coefficient hydrique. Pour des raisons de stabilité de la résolution par différences finies on utilisera la méthode implicite aux directions alternées (ADI) pour résoudre l'équation de la diffusion. Cette méthode a été programmée à l'aide des formules ADI suivantes :

$$\frac{m_{ei+1,j}^{*k+1} - 2 \cdot m_{ei,j}^{*k+1} + m_{ei-1,j}^{*k+1}}{(\Delta r)^2} + \frac{1}{r} \frac{m_{ei+1,j}^{*k+1} - m_{ei-1,j}^{*k+1}}{2 \cdot \Delta r} + \frac{m_{ei,j+1}^k - 2 \cdot m_{ei,j}^k + m_{ei,j-1}^k}{(\Delta z)^2} = \frac{1}{D} \frac{m_{ei,j}^{*k+1} - m_{ei,j}^k}{\Delta t}$$

$$\frac{m_{ei+1,j}^{*k+1} - 2 \cdot m_{ei,j}^{*k+1} + m_{ei-1,j}^{*k+1}}{(\Delta r)^2} + \frac{1}{r} \frac{m_{ei+1,j}^{*k+1} - m_{ei-1,j}^{*k+1}}{2 \cdot \Delta r} + \frac{m_{ei,j+1}^{k+1} - 2 \cdot m_{ei,j}^{k+1} + m_{ei,j-1}^{k+1}}{(\Delta z)^2} = \frac{1}{D} \frac{m_{ei,j}^{k+1} - m_{ei,j}^{*k}}{\Delta t} \quad B.4$$

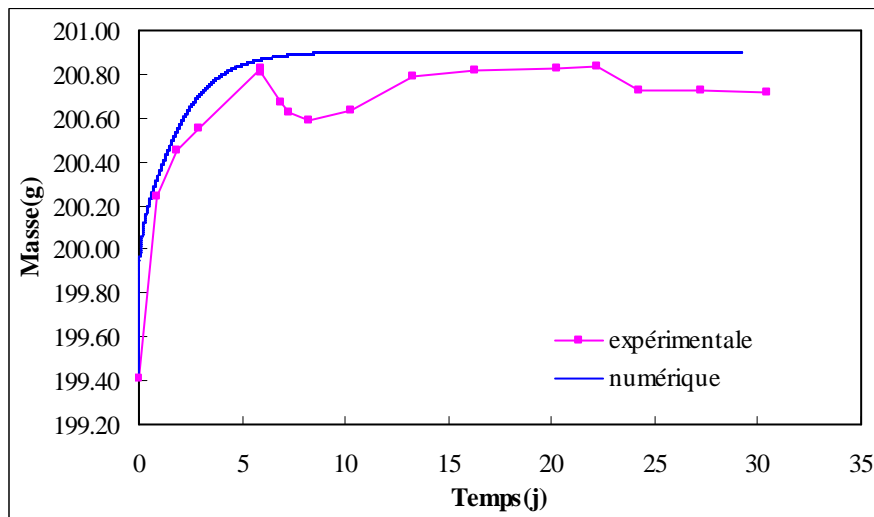
La variation de la masse d'échantillon n'est liée qu'à celle de la masse d'eau, qui est calculable à chaque instant avec la formule suivante :

$$M_t = \int_0^l \int_0^a \pi m_e(r, z) r dr dz \quad B.5$$

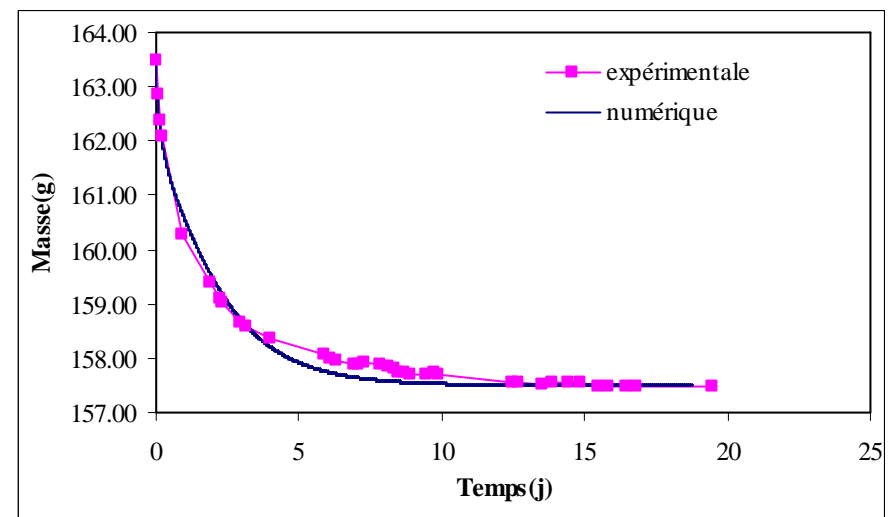
Avec ce schéma numérique il est possible de simuler la variation de la masse en fonction du temps pour chaque palier hydrique. En comparant les résultats expérimentaux et ceux obtenus numériquement pour une valeur du coefficient de diffusivité hydrique, il est possible de déterminer la valeur du coefficient diffusivité hydrique de l'échantillon comme étant celle qui permet le meilleur ajustement aux courbes expérimentales.

### Annexe C Variations expérimentales et numériques de la masse des éprouvettes lors du conditionnement hydrique

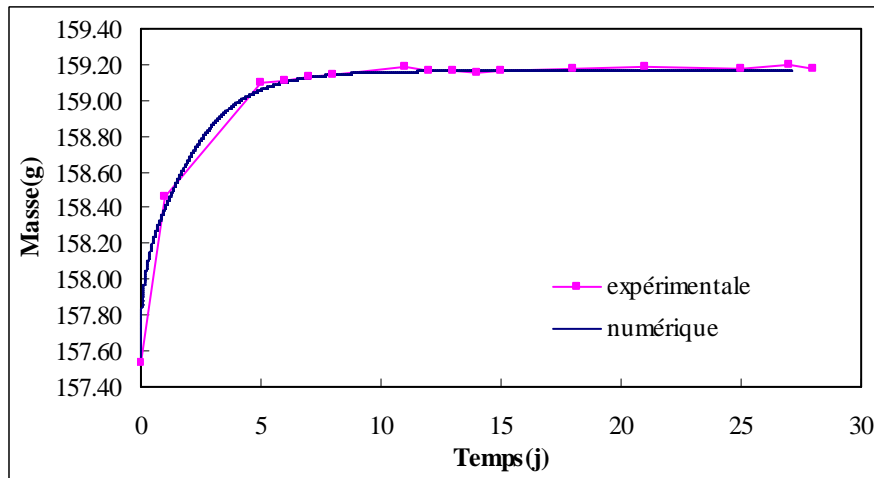
Les figures de (1) à (10) représentent la variation calculée de la masse d'éprouvettes à l'aide de l'équation de diffusion en coordonnées cylindriques, qui a été résolue par la méthode des différences finies ADI.  $D_e$  est le coefficient de diffusivité dont l'unité est  $m^2.s^{-1}$ .



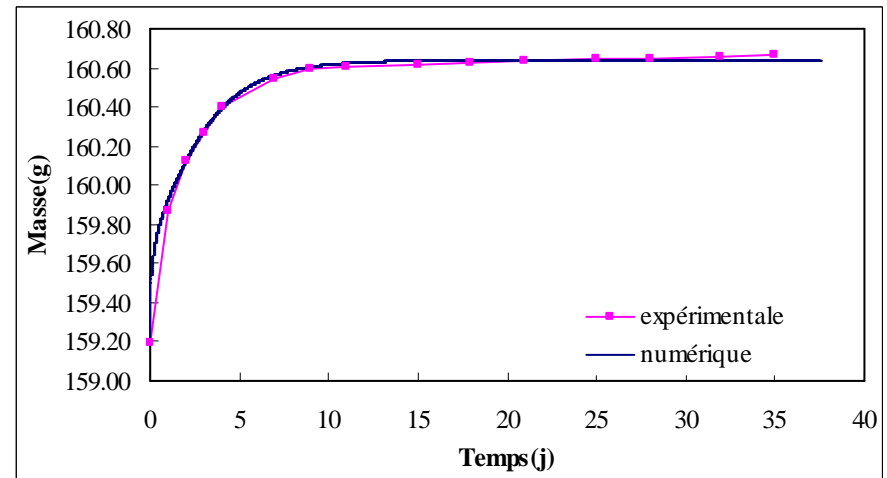
(1) N°1 Palier de l'état naturel à HR = 98 % avec  $D_e = 5.10^{-10} m^2.s^{-1}$



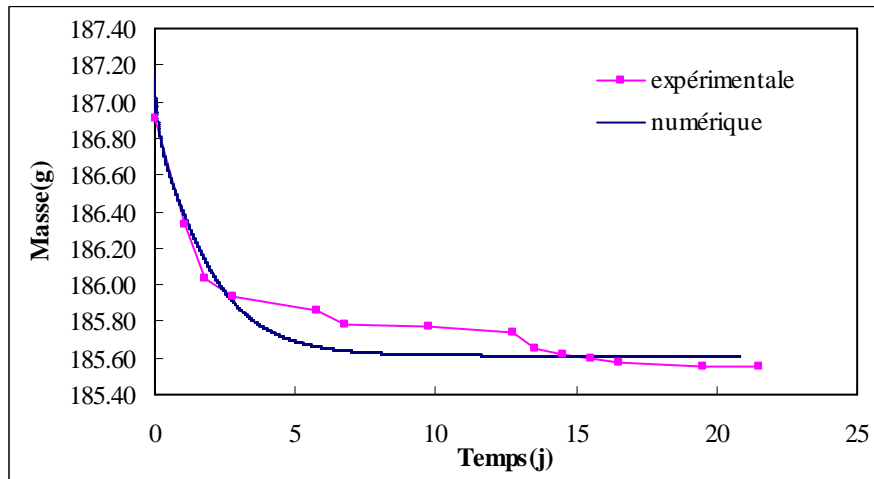
(2) N°2 Palier de l'état naturel à HR = 25 % avec  $D_e = 4.10^{-10} m^2.s^{-1}$



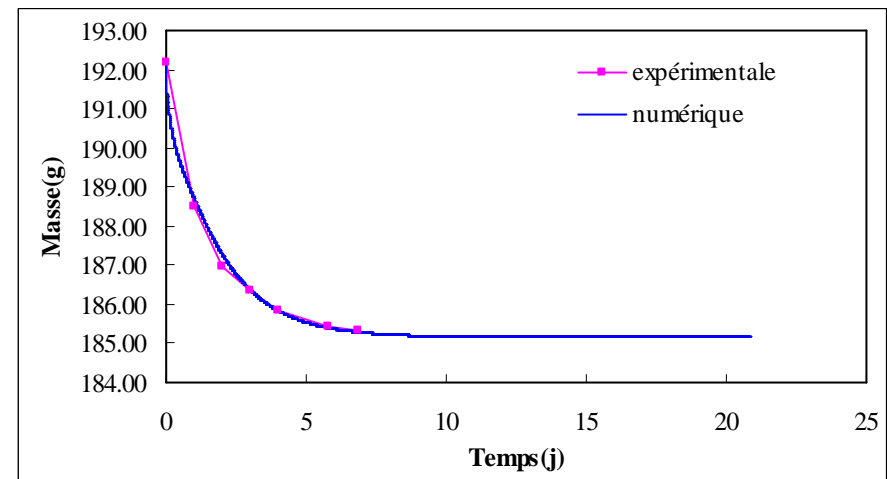
(3) N°2 Palier de HR = 25 % à HR = 52% avec  $D_e = 4.10^{-10} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$



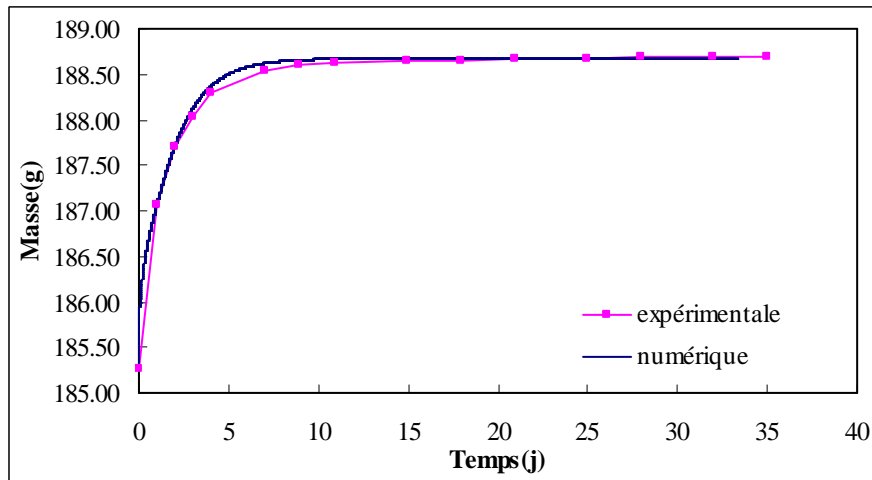
(4) N°2 Palier de HR = 52 % à HR = 75 % avec  $D_e = 3.10^{-10} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$



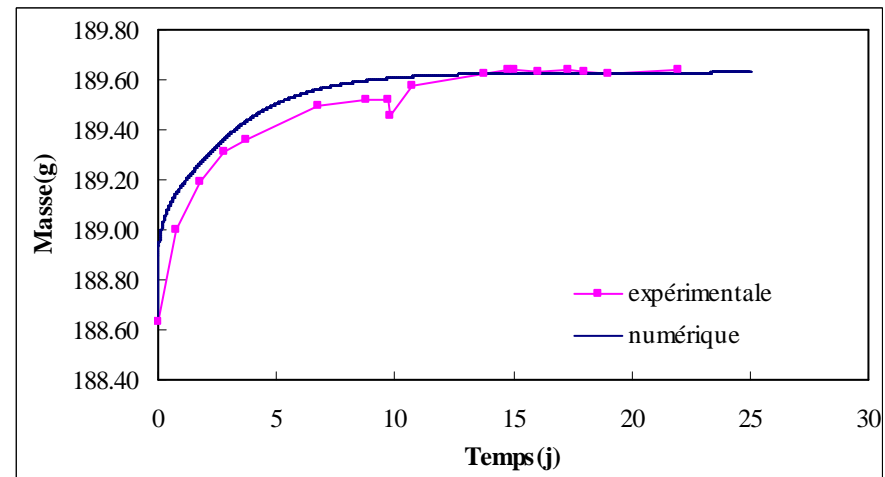
(5) N°2f Palier de HR = 98 % à HR = 85 % avec  $D_e = 5.10^{-10} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$



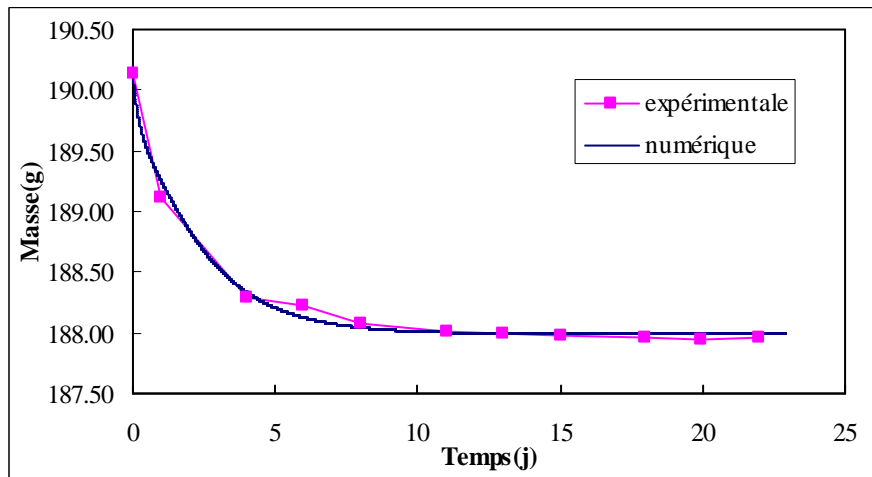
(6) N°3 Palier de l'état naturel à HR = 25 % avec  $D_e = 5.10^{-10} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$



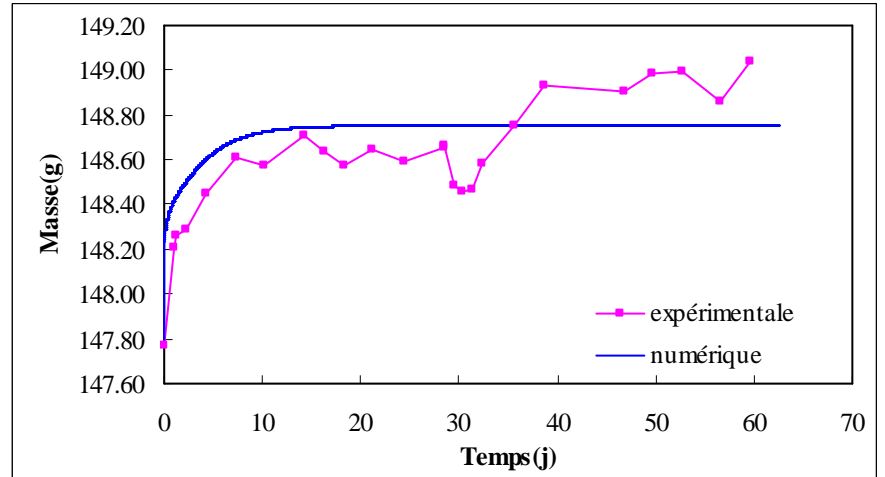
(7) N°3 Palier de HR = 25 % à HR = 75% avec  $D_e = 5.10^{-10} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$



(8) N°3 Palier de HR = 75 % à HR = 85 % avec  $D_e = 3.10^{-10} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$



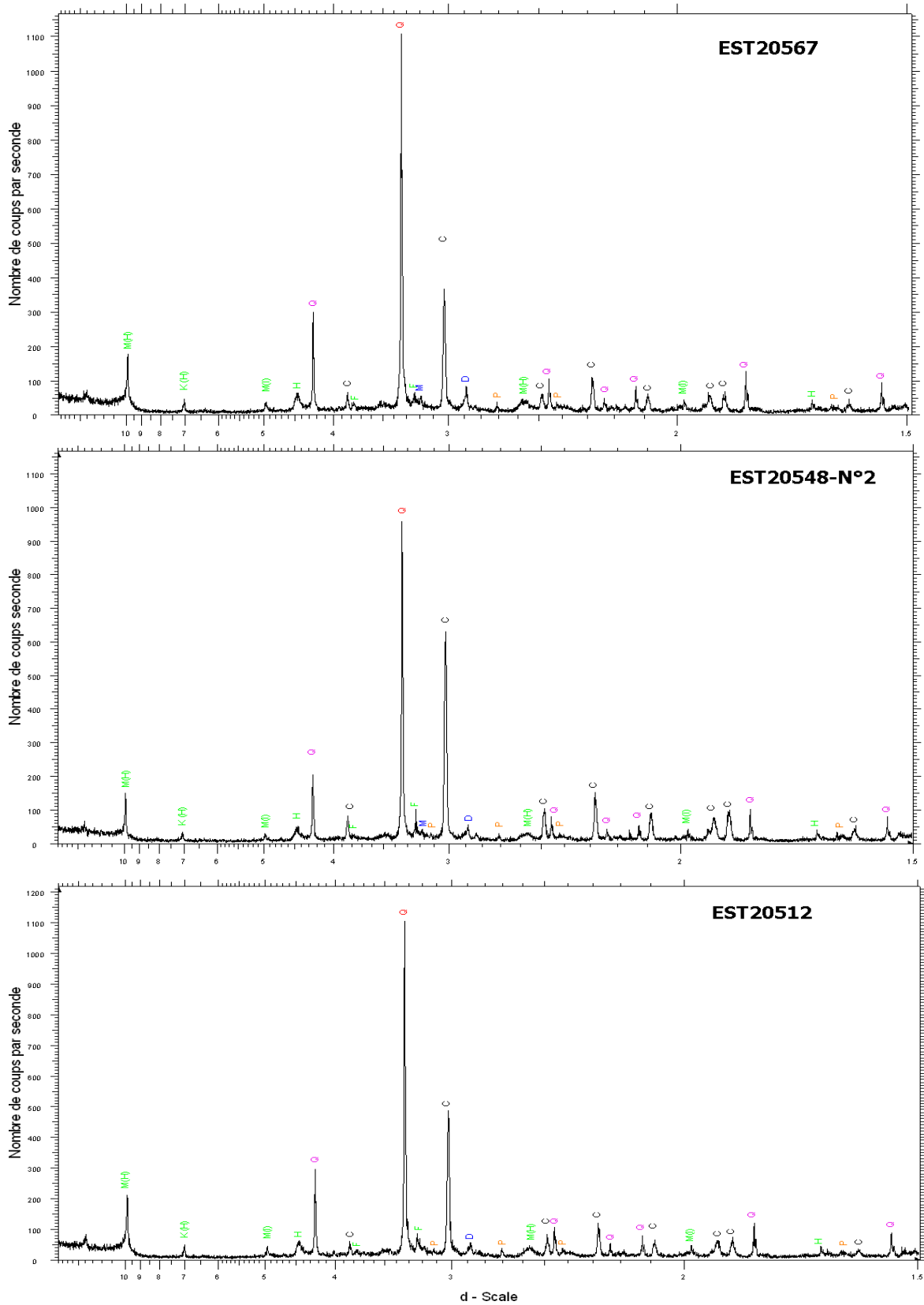
(9) N°4 Palier de HR = 75% à HR = 52% avec  $D_e = 4.10^{-10} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$



(10) N°6 Palier de l'état naturel à HR = 98 % avec  $D_e = 2.10^{-10} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$

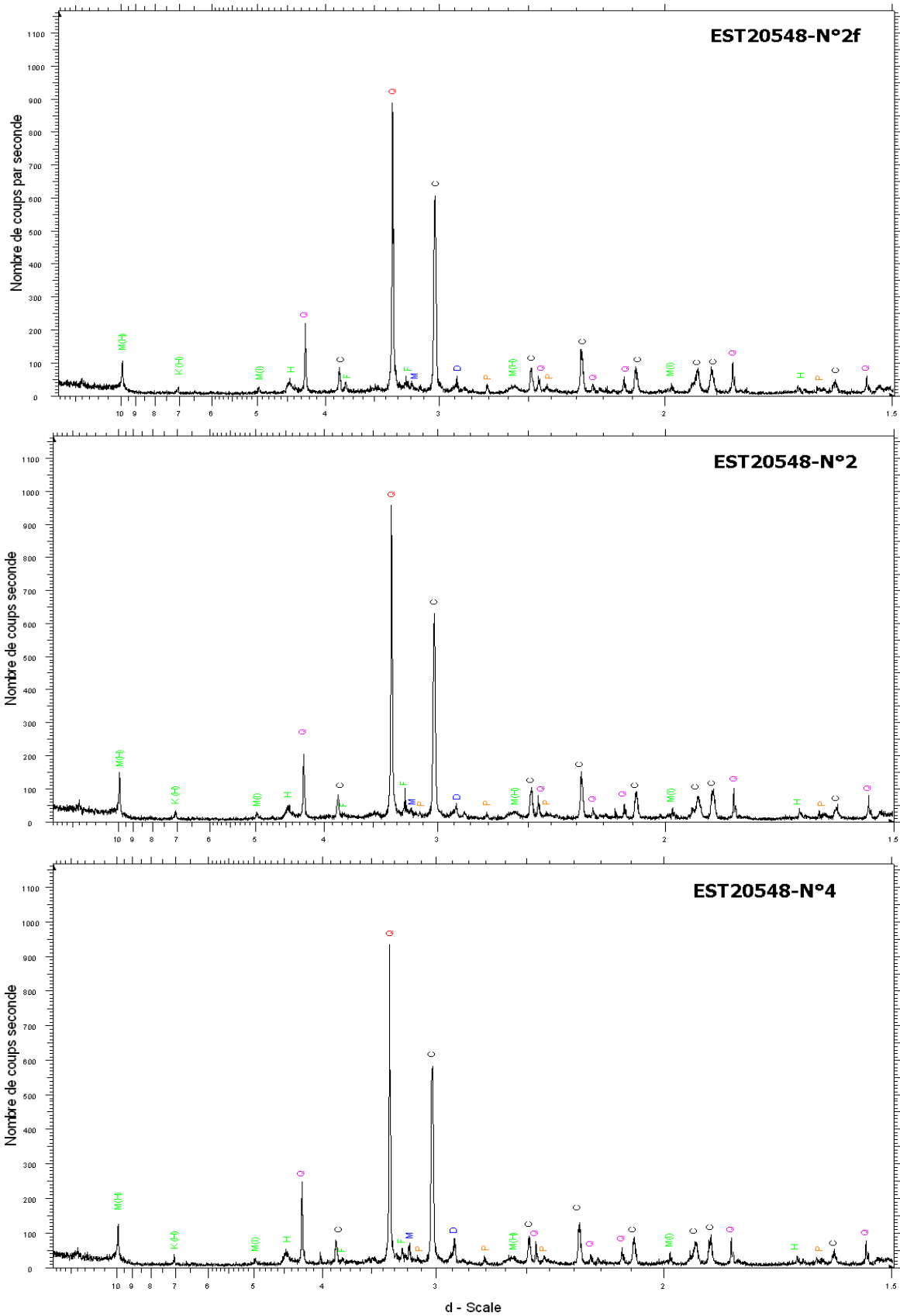


## Annexe D Minéralogie des argilites



Diffractogrammes d'échantillons des différentes carottes. Q : quartz ; C : calcite ; D : dolomite ; F ; feldspaths ; P : pyrite ; M : muscovite ; K : kaolinite ; I : illite ; H : halloysite





Diffractogrammes des différents échantillons de la carotte de EST20548 . Q : quartz ; C : calcite ; D : dolomite ; F : feldspaths ; P : pyrite ; M : muscovite ; K : kaolinite ; I : illite ; H : halloysite.