# Modes de déformation et d'endommagement de roches argileuses profondes sous sollicitations hydro-mécaniques

Frédéric Valès

▶ **To cite this version:**

Frédéric Valès. Modes de déformation et d'endommagement de roches argileuses profondes sous sollicitations hydro-mécaniques. Engineering Sciences [physics]. Ecole Polytechnique X, 2008. English. NNT : . pastel-00004758

**HAL Id: pastel-00004758**
**https://pastel.hal.science/pastel-00004758**

Submitted on 13 Feb 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.

**Thèse**
**préparée au Laboratoire de Mécanique des Solides**
**et présentée pour l'obtention du diplôme de**
**Docteur de l'Ecole Polytechnique**

**Spécialité : Mécanique et Matériaux**

# Modes de déformation et d'endommagement de roches argileuses profondes sous sollicitations hydro-mécaniques

**Soutenue publiquement le 1er décembre 2008**

**Devant le jury composé de :**

| | |
|---|---|
| **Monsieur Djimedo Kondo** | **président** |
| **Monsieur Pierre Delage** | **rapporteur** |
| **Monsieur Gioacchino Viggiani** | **rapporteur** |
| **Madame Irini Djeran-Maigre** | **examinatrice** |
| **Monsieur Patrick Lebon** | **examinateur** |
| **Monsieur Duc Nguyen Minh** | **directeur de thèse** |
| **Monsieur Michel Bornert** | **co-encadrant** |

# Frédéric VALÈS

## Laboratoire de Mécanique des Solides
## Ecole Polytechnique


## Modes de déformation et d'endommagement de roches argileuses profondes sous sollicitations hydro-mécaniques


**Résumé :**

Le comportement hydro-mécanique des roches argileuses indurées étudiées par l'ANDRA, pour la faisabilité de l'enfouissement des déchets radioactifs, est identifié expérimentalement à différentes échelles complémentaires dans le but de fournir des éléments pour l'élaboration future de modèles micromécaniques. La localisation spatiale et temporelle des déformations et de l'endommagement est analysée par des mesures de champs (corrélation d'images numériques) et par l'enregistrement d'émissions acoustiques.

Les évolutions de la roche au cours des succions sont revisitées de par les apports des observations de la microstructure et des mesures locales de déformations associées aux évolutions de masse. Aux faibles humidités, la perte d'eau induit de la contraction avec refermeture des fissures existantes. Pour les fortes humidités, du gonflement est associé à de la prise d'eau. L'ouverture des fissures existantes et la création d'un nouveau réseau de fissures (de taille millimétrique et d'ouverture de la dizaine de micromètres) contribuent au gonflement apparent observé.

Les caractéristiques mécaniques apparaissent dépendantes de la microstructure initiale de la roche (argilosité) et de la microstructure induite par les transferts hydriques (fissuration hydrique). Les états secs présentent des déformations réparties de façon homogène à l'échelle macroscopique et en lien avec la nature hétérogène des phases minérales à l'échelle locale. A cette échelle, la déformabilité est maximale pour les zones à prédominance argileuse. Pour les états humides, aussi bien globalement que localement, la distribution des déformations est hétérogène, dictée à la fois par la microstructure composite de la roche et par la présence du réseau de fissures hydriques.



**Mots clefs :**

Comportement hydro-mécanique • Localisation des déformations • Endommagement • Multi-échelle • Hétérogénéités • Argilite • Corrélation d'images numériques • Emission acoustique.


## Deformation and damage modes of deep argillaceous rocks under hydro-mechanical solicitations


**Abstract:**

In order to provide input data for multiscale constitutive models, an experimental identification of the hydromechanical behaviour of an argillite rock (from the underground research laboratory built by ANDRA) is proposed within a multi-scale approach. In particular, interest is focused on the spatial and temporal localization of strain and damage in a specimen during hydro-mechanical loading. First, imposed suctions bring samples to a given degree of water saturation; second, uniaxial mechanical compression tests are performed on the same samples which are instrumented with Digital Image Correlation, at both the global scale of the sample and the local scale of the microstructure, and with Acoustic Emissions recording.

Dry samples undergo shrinkage associated with a water content decrease. Wet samples swell and store water. Depending of the clay ratio, a significant contribution to this swelling can be shown to be due to the opening of the preexisting cracks and to the creation of new cracks. The crack network is millimetric in size and of about a ten of micrometres of opening.

The macroscopic mechanical response depends on the initial rock microstructure (clay ratio) and on the microstructure induced by the suction. For dry states, macroscopic strain fields are homogeneous while at the microstructure scale, strain is heterogeneous and clearly correlated with the local distribution of mineral constituents; clayed areas are more deformable than other mineral phase. For wet states, both overall and local strain fields are heterogeneous. Strain is affected by the presence of the cracks: close to them, the strain can be large while at a distance larger than a few hundreds of micrometers, strain distributions are showed to be very similar to those in the dry states.



**Keywords:**

Hydromechanical behaviour • Strain localization • Damage • Multi-scale • Heterogeneity • Argillite • Digital image correlation • Acoustic emission.

# Avant-propos

Je tiens à remercier Bernard Halphen, directeur du Laboratoire de Mécanique des Solides de l'Ecole Polytechnique, et Thierry Bretheau, directeur du Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux de Arts et Métiers ParisTech, qui m'ont permis de mener à bien ce travail de thèse parallèlement à l'exercice de mes fonctions au CNRS. Merci pour vos encouragements et soutiens au cours de cette entreprise.

J'aimerais brièvement contextualiser le cadre de ce doctorat. J'ai rejoins en 1999 le LMS en tant qu'Ingénieur de Recherche (j'en profite pour remercier la Direction de cette période de m'avoir permis d'intégrer la grande famille du LMS : merci Pierre et André). J'ai alors travaillé au sein des deux équipes "MicroMécanique" et "GéoMécanique" ; que tous leurs membres (permanents et doctorants) soient remerciés pour m'avoir formé et communiqué leurs passions technique et scientifique. De cette appartenance aux deux équipes de recherche, est née une action dite "transverse", la "GéoMicroMécanique" ou la "MicroGéoMécanique" (l'ordre des termes varie selon les sensibilités). Cette action a favorisé les fondations propices aux thèmes traités présentement. Ainsi, j'ai pu bénéficier de la diversité des compétences propres à chaque équipe, allant des études fines des mécanismes de déformation et d'endommagement aux comportements hydriques et mécaniques des roches. Sans céder à des effets de mode linguistique, la façon adoptée pour aborder les aspects hydrique et mécanique de roches du site de Meuse/Haute-Marne a souvent été qualifiée de "trans-disciplinaire" ; j'évoquerais plus simplement que la roche a été traitée en tant qu'un *matériau* avec des méthodes des *Sciences des Matériaux.*

L'environnement de ces deux équipes de recherche du LMS m'a permis de découvrir, d'utiliser et de développer des techniques et méthodes qui constituent les fondements mêmes des travaux consignés dans ce mémoire. Cependant, cette accumulation de compétences et de moyens serait bien peu si n'était mentionné un petit rien impalpable qui fait beaucoup, voire tout : l'ambiance !!! "Mon LMS" est un creuset bouillonnant, favorisant des échanges aussi bien scientifiques, techniques qu'humains en allant bien au-delà des échanges purement professionnels. Comment expliquer cela ? Je n'ai pas percé les secrets de cette alchimie mais je remercie tous ceux qui fortement y contribuent et y ont contribué. Plus spécifiquement, MERCI à vous Alexandra, Liliane, les Christianes, Diep, Brigitte, Marie-Annick, Graciela, Pascale, Daniel (mon maître du MEB), André, Jérôme, Pierre B., Michel, Duc, Vincent, Raymond, François A., Laurent, Jean-Christophe, Erick, Claude, Jean-François, François L., Pierre V., Serge, Benoit, Jeep, Jean, Alex … pour ne citer que quelques membres et doctorants du laboratoire. Je m'autorise une mention spéciale pour toi Hakim, "mon Hakim", avec qui ce fut un plaisir infini et quotidien de partager ces années au LMS.

Que me soit également autorisé de remercier le travail d'encadrement de Duc Nguyen Minh et de Michel Bornert, et de souligner ma profonde estime pour Michel, sans qui ce travail n'aurait pas été possible. J'ai grandement pu bénéficier à la fois de tes qualités scientifiques, techniques et humaines. Tu as toujours été constructif et disponible (même pendant tes congés ; que ton épouse et tes enfants m'en excusent) face à mes interrogations de néophyte et lors de la relecture des ébauches successives de ce manuscrit. Grand merci à toi Michel et bonne continuation pour courtiser la troisième dimension grâce à "ton" nouveau micro-tomographe.

Je remercie très sincèrement les membres du jury d'avoir accepté d'évaluer mes travaux. Ce fut une grande satisfaction que Djimédo Kondo préside mon jury. Je suis très reconnaissant à Pierre Delage et à Cino Viggiani d'avoir accepté d'évaluer en détails et avec pertinence le manuscrit qui est sûrement aussi volumineux à lire qu'à écrire. Leurs avis et appréciations m'encouragent. Les agendas serrés de fin d'année n'ayant pas permis à Irini Djeran-Maigre d'être présente lors de la soutenance, je la remercie pour ses encouragements chaleureux.

Je suis reconnaissant à l'ANDRA (Agence Nationale des Déchets RAdioactifs) du soutien financier et de l'intérêt scientifique dont elle a fait preuve vis-à-vis de la démarche proposée. Je remercie en particulier Kun Su du service Milieu Géologique qui a suivi régulièrement l'avancement des travaux, ainsi que Patrick Lebon, directeur scientifique adjoint, qui m'a fait l'honneur de participer au jury.

Je tiens à adresser toute ma gratitude à André Zaoui et Helena Devillers de la F2M qui, dans la dernière ligne droite, m'ont guidé pour la préparation de la soutenance. Merci Helena et André de m'avoir exhorté à rendre transparents mes transparents.

Comme exprimé en filigrane, ce travail de thèse sous mon nom est le fruit d'un travail d'équipes : le laboratoire comme exprimé précédemment, mais aussi et surtout les MIENS qui m'ont encouragé tout au cours de cette thèse.
A ce titre, je suis très reconnaissant à mes ascendants qui m'ont toujours accompagné et soutenu : MERCI à vous Gérard, Claudie, Grand-Mamie Thérèze, Dédée et Jeannot et mes autres grands-parents disparus aujourd'hui.
Enfin et surtout, mes plus profonds remerciements reviennent, sans aucune retenue, à **Frédérique**, ma chère épouse, à **Clothilde** et **Jeanne**, mes filles (qui ont vécu au quotidien, mes états d'âme en particulier dans la phase finale de rédaction du manuscrit), et à **Hippolyte**, mon fils, qui, depuis la bulle douillette, a lui aussi assisté *attentivement* à la soutenance avant de rejoindre la tribu familiale deux mois plus tard. Si aujourd'hui cette thèse est consignée sur quelques feuillets, elle a souvent rimé (et à juste titre) avec retours nocturnes à la maison (bien après l'histoire du marchand de sable), publications dans les affaires de plage et débats sur la position d'une virgule ou sur une concordance des temps.

Que Frédérique et mes enfants en soient remerciés et rassurés,
je ne ferai pas une seconde thèse …

Merci à toutes et tous !!!

***Le doute n'est pas au dessous du savoir, mais au dessus…***
***Savoir c'est comprendre comme la moindre chose est liée au tout.***
Emile-Auguste Chartier (Alain)

# Résumé


## Modes de déformation et d'endommagement de roches argileuses profondes sous sollicitations hydro-mécaniques.

Le comportement hydro-mécanique des roches argileuses indurées est identifié expérimentalement à différentes échelles complémentaires (décimétrique à micrométrique). Un intérêt particulier est porté à la localisation spatiale et temporelle des déformations et de l'endommagement. Dans un premier temps, nous décrivons les techniques mises en œuvre pour suivre les évolutions du matériau sous sollicitations hydro-mécaniques : mesure de champs cinématiques par corrélation d'images numériques (*Digital Image Correlation* ou *DIC*), suivi de l'endommagement par émission acoustique, analyse de l'évolution de la microstructure par observations microscopiques et porosimétrie au mercure. Les développements de ces techniques sont présentés ainsi que leurs sources d'erreurs et limitations.

Le matériau étudié est l'argilite du Callovo-Oxfordien, roche hôte du laboratoire expérimental pour l'étude de l'enfouissement des déchets radioactifs, exploité par l'ANDRA à Bure (Meuse/Haute-Marne). A partir de caractérisations microstructurales (microscopies optique et électronique à balayage, porosimétrie au mercure), la roche peut être décrite comme un assemblage composite d'une matrice continue constituée de différents types d'argile et d'inclusions de grains de minéraux autres, en majorité carbonates et quartz, dont la taille moyenne est de l'ordre de 50 µm.

Notre démarche vise à suivre, pendant le chargement hydrique et mécanique, les évolutions de paramètres caractéristiques des modifications de la roche. Elle comporte deux étapes successives. Tout d'abord, des transferts hydriques sont imposés sur des éprouvettes de roche, par l'intermédiaire de paliers de succion couvrant une large gamme (2,8 à 150 MPa, ou en terme d'hygrométrie de 98 à 32% RH). Puis, pour chaque état hydrique, une fois l'équilibre atteint, une identification du comportement mécanique instantané est effectuée sur les mêmes éprouvettes, en s'intéressant plus particulièrement à la localisation des déformations (aux différentes échelles citées) et à l'apparition d'un endommagement éventuel.

Les évolutions physiques, géométriques et microstructurales enregistrées au cours des succions mettent en évidence le rôle des paramètres microstructuraux de la roche et de l'histoire hydrique imposée. Les succions élevées induisent des pertes d'eau associées à un retrait anisotrope et à la refermeture des fissures *pré-existantes*. Au contraire, les faibles succions se traduisent par des prises d'eau et une expansion géométrique. Une contribution importante de cette expansion est l'ouverture des fissures *pré-existantes* et la création d'un nouveau réseau de fissures (de longueur millimétrique et d'ouverture maximale de l'ordre de la vingtaine de micromètres).

Le comportement mécanique en fonction de l'état hydrique du matériau est identifié à partir d'essais de compression uniaxiale instrumentés en *DIC* (aux échelles globale de l'éprouvette décimétrique et locale de la microstructure composite) et en émission acoustique. Est notamment analysée l'influence sur la réponse mécanique des paramètres de la roche (teneur en eau, histoire hydrique, minéralogie, stratification…).

Les caractéristiques mécaniques macroscopiques et l'homogénéité des champs de déformation dépendent fortement à la fois de la microstructure initiale de la roche (l'argilosité en particulier) et de la microstructure induite par les transferts hydriques (principalement, la fissuration d'origine hydrique). Globalement, le module et la résistance sont augmentés d'un facteur respectivement de 2 et 3 quand la succion croît de 2,8 à 150 MPa. Les états secs présentent des déformations réparties de façon homogène à l'échelle macroscopique mais en lien avec la nature des phases minérales à l'échelle locale, avec une déformabilité plus grande pour les zones argileuses que pour les zones autres. Pour les états humides, aussi bien globalement que localement, la distribution des déformations est hétérogène, dictée, d'une part, comme pour les états secs, par la microstructure composite à l'échelle micrométrique, mais aussi à une échelle intermédiaire, par la présence du réseau de fissures hydriques. Finalement, la nette différence de comportement global entre les états sec et humide apparaît dictée principalement par la présence des fissures d'origine hydrique, et peu par une éventuelle évolution intrinsèque des propriétés de la matrice argileuse induite par la modification de sa teneur en eau au cours des succions.

Cette identification expérimentale des modes de déformation et de rupture en fonction de l'état hydrique, complétée par l'analyse des évolutions microstructurales à des échelles variant du décimètre au micromètre, fournit des éléments pour l'élaboration future de modèles micromécaniques.


# Mots-clefs


Comportement hydro-mécanique, Identification expérimentale, Localisation des déformations, Multi-échelle, Endommagement, Microstructure, Hétérogénéités.

Succions instrumentées, Compression uniaxiale, Corrélation d'images numériques, Emission acoustique.

# Abstract


## Deformation and damage modes of deep argillaceous rocks under hydro-mechanical solicitations

An experimental identification of the hydromechanical behaviour of an argillite rock is proposed within a multi-scale approach. In particular, interest is focused on the spatial and temporal localization of strain and damage in a specimen during hydro-mechanical loading. First, we describe the techniques used to follow the rock evolutions under loading, and in particular Digital Images Correlation (DIC), Acoustic Emission, microscopy and mercury intrusion porosimetry. Measurement errors and device limitations are discussed.

The studied material is the Callovo-Oxfordian indurated argillaceous rock (or argillite) of the Bure site where ANDRA has built an underground research laboratory to study the radioactive waste storage. Petrophysical characterizations and microstructural observations by optical and scanning electron microscopy provide an identification of the constitutive phase and a characterization of their spatial distribution and typical sizes. Argillite can be described as a composite structure with a continuous clay matrix and embedded mineral particles, essentially quartz and carbonates. The typical size of these particles ranges from a few micrometers to a few hundreds micrometers, with an average size close to 50µm.

The general experimental procedure combines two steps: first, imposed suctions bring samples to a given degree of water saturation, and second, uniaxial mechanical compression tests are performed on the same sample. To understand the evolutions of the material under hydric and mechanical loading, samples are instrumented with standard measurement techniques, but also with Digital Image Correlation, at both the global scale of the sample and the local scale of the composite microstructure, and with Acoustic Emission recording.

Moisture transfers are imposed by controlled suctions on the range of 150 to 2.8MPa, corresponding to the relative humidity range of 32 to 98%RH. During pure hydric solicitation, the changes in physical parameters (weight, longitudinal and transverse strain) are continuously recorded until stabilization. When sample equilibrium is reached, uniaxial compressive tests are performed. Samples brought to lower relative humidity undergo an anisotropic shrinkage associated with a water content decrease. Samples in equilibrium at 98%RH swell and store water. Depending of the clay ratio, a significant contribution to this swelling can be shown to be due to the opening of the preexisting cracks and to the creation of new cracks. The crack network is millimetric in size and of about a dozen micrometres of opening.

The macroscopic mechanical response and in particular the spatial homogeneity of the strain distribution depend on the initial rock microstructure (clay ratio) and on the microstructure induced by the suction (new crack network). When suction increases from 2.8 to 150MPa, Young modulus and strength increase with a factor respectively close to 2 and 3. For dry states, macroscopic strain fields are homogeneous while at the microstructure scale, strain is heterogeneous and clearly correlated with the local distribution of mineral constituents; clayed areas are more deformable than other mineral phase. For wet states, overall and local strain fields are heterogeneous. Strain is affected by the presence of the cracks: close to them, local strain is important but at a distance from cracks large than a few hundreds micrometers, strain distributions are similar to those in the dry states. The main behaviour difference between dry and wet states seems to be due more to the presence of cracks induced by the suctions, than to an intrinsic evolution of the mechanical properties of the clay matrix.

The multi-scale quantification of strain heterogeneity by Digital Image Correlation, and the determination of the damage appearance by Acoustic Emission, are useful input data for the development and validation of multiscale constitutive models for argillite.


# Keywords


Hydromechanical behaviour • Experimental identification • Strain localization • Multi-scale • Damage • Microstructure • Heterogeneity.

Instrumented suction • Uniaxial compressive test • Digital image correlation • Acoustic emission.

# Sommaire


## Contexte et Problématique

## Glossaire

## Partie I - Comportements hydrique et mécanique des géomatériaux

***Chapitre 1 – Transferts hydriques et conséquences pour le matériau*** ***I.3***

1.1 - L'eau interstitielle dans les roches I.3
1.1.1 - Expression du potentiel pour des matériaux poreux classiques I.3
1.1.2 - Expression du potentiel dans le cas de matériaux argileux I.4
1.1.3 - Potentiel de l'eau, succion et humidité relative I.5
1.1.4 - Potentiel de l'eau et porosité I.6
1.1.5 - Potentiels imposés en conditions de laboratoire I.9
1.2 - Propriétés de rétention d'eau et déformations induites I.10
1.2.1 - Courbes de retrait et de rétention I.10
1.2.2 - Mécanismes d'hydratation I.12

***Chapitre 2 - Comportements mécaniques et localisation des déformations dans les roches*** ***I.13***

2.1 - Comportements mécaniques macroscopiques et mécanismes de déformation I.13
2.2 - Rupture en mode localisé I.17
2.2.1 - Modes de fissuration, localisation I.17
2.2.2 - Détection expérimentale I.19
2.3 - Comportement hydro-mécanique I.24
2.3.1 - Poromécanique et concept de contraintes effectives I.24
2.3.2 - Homogénéisation I.26

***Synthèse de la Partie I*** ***I.27***

## Partie II - Méthodes et techniques expérimentales

***Chapitre 3 – Paramètres physiques caractéristiques*** ***II.3***

3.1 - Usinage des échantillons II.3
3.2 - Définition des paramètres physiques caractéristiques II.3
3.2.1 - Masses volumiques et teneur en eau II.4
3.2.2 - Porosité II.5
3.2.3 - Degré de saturation II.6
3.2.4 - Composition minéralogique II.7
3.2.5 - Célérité des ondes élastiques ultra-sonores II.7

***Chapitre 4 – Moyens d'observations directes de la microstructure*** ***II.9***

4.1 - Moyens d'observation II.9
4.2 - Identification et quantification des phases minérales II.11
4.2.1 - Identification II.11
4.2.2 - Caractérisation par analyse d'images II.12
4.3 – Démarche mise en œuvre II.15

***Chapitre 5 - Investigation du volume poral par porosimétrie par intrusion de mercure et par isothermes de sorption*** ***II.16***

5.1 - Porosimétrie par intrusion de mercure II.18
5.1.1 - Principe II.18
5.1.2 - Moyens utilisés II.19
5.1.3 - Biais possibles introduits par un séchage préalable II.20
5.1.4 - Utilisation de la porosimétrie au mercure sur échantillons hydratés II.20

5.2 - Isothermes de sorption II.23
5.2.1 - Principe II.23
5.2.2 - Moyens expérimentaux II.24

***Chapitre 6 – Extensométrie optique et émission acoustique*** ***II.26***
6.1 - Suivi des déformations par extensométrie optique II.27
6.1.1 - Principes II.27
6.1.2 - Technique de corrélation et calcul des déformations II.28
6.1.3 - Echelles d'observations et matériels utilisés II.30
6.1.4 - Données de sortie II.39
6.1.5 - Incertitudes sur les mesures de déformation par corrélation d'images II.41
6.1.6 - Synthèse II.49
6.2 - Suivi des modifications microstructurales par émission acoustique II.53
6.2.1 - Principes II.53
6.2.2 - Description de la chaîne d'acquisition II.56
6.2.3 - Traitements des données acoustiques II.57

***Chapitre 7 - Caractérisation mécanique*** ***II.58***
7.1 - Spécificités liées à la constitution des argilites II.58
7.2 - Formalisme mécanique utilisé II.59
7.3 - Positionnement des jauges de déformation II.61
7.4 - Méthodologie et moyens d'essai de compression uniaxiale II.64
7.4.1 - Précautions II.64
7.4.2 - Moyens d'essai II.65
7.4.3 - Détermination des paramètres mécaniques macroscopiques II.65
7.5 - Modules dynamiques d'élasticité II.67

***Synthèse de la Partie II*** ***II.68***

## Partie III - Microstructure des argilites

***Chapitre 8 - Spécificités générales des roches argileuses silto-carbonatées ou argilites*** ***III.3***
8.1 - Minéralogie / Pétrologie des argilites III.4
8.1.1 - Minéraux argileux III.4
8.1.1.1 - Classification générale III.4
8.1.1.2 - Quelques données détaillées des différentes phases argileuses III.6
8.1.1.3 - Quelques définitions de paramètres physiques III.7
8.1.2 - Minéraux non-argileux III.8
8.1.2.1 - Les carbonates III.8
8.1.2.2 - Le quartz ou silice III.9
8.1.2.3 - Les sulfures III.9
8.1.2.4 - L'halite ou sel gemme III.9
8.1.2.5 - Les oxydes III.9
8.1.2.6 - Les micas III.10
8.1.2.7 - La matière organique III.10
8.1.3 - Espace poral III.10
8.1.4 - Eaux III.11
8.1.4.1 - Une eau structurée III.11
8.1.4.2 - Une eau libre III.12
8.1.4.3 - Mise en évidence expérimentale III.12
8.2 - Origines géologiques et dégradations des roches argileuses III.12
8.2.1 - Diagenèse des argiles III.12
8.2.2 - Processus d'altération des argiles III.13
8.2.3 - Altération des minéraux dans le cas des argilites III.14
8.3 - Argilite de Meuse/Haute-Marne III.15
8.3.1 - Site III.15
8.3.2 - Matériaux livrés III.16
8.3.3 - Données générales physiques et mécaniques des argilites de Meuse/Haute-Marne III.16
8.3.3.1 - Propriétés physiques et minéralogiques III.16
8.3.3.2 - Propriétés mécaniques générales III.19
8.3.3.3 - Propriétés des phases présentes dans les argilites III.20

*Chapitre 9 - Microstructure à l'état hydrique initial* *III.21*
9.1 - Observations microstructurales III.21
9.1.1 - Observations à l'œil nu III.22
9.1.2 - Observations au microscope optique III.24
9.1.3 - Observations au microscope électronique à balayage associé à l'analyse chimique III.33
9.2 - Investigation de l'espace poral par porosimétrie par intrusion de mercure III.39
9.2.1 - Porosité à l'état sec III.39
9.2.1.1 - Séchage à l'étuve III.39
9.2.1.2 - Séchage au dessiccateur III.41
9.2.2 - Utilisation de la porosimétrie au mercure sur des états hydratés III.42
9.2.3 - Conclusions sur les mesures de porosité par porosimétrie au mercure III.43
9.3 - Représentation schématique de l'organisation microstructurale III.44

*Synthèse de la Partie III* *III.46*

**Partie IV - Effets d'une sollicitation purement hydrique sur les argilites**

*Chapitre 10 - Résultats existants sur le comportement hydrique des argilites* *IV.3*
10.1 - Paramètres physiques macroscopiques de transfert hydrique IV.3
10.2 - Evolutions de la microstructure en fonction de l'environnement hydrique IV.5

*Chapitre 11 - Evolutions des paramètres physiques et microstructuraux lors des transferts hydriques* *IV.8*
11.1 - Effets des succions mono-palier IV.14
11.1.1 - Quantités d'eau en jeu dans les transferts IV.15
11.1.2 - Déformations macroscopiques associées au transfert hydrique IV.16
11.1.3 - Déformations locales et évolutions microstructurales selon l'état hydrique IV.19
11.1.3.1 - Observations microstructurales IV.19
11.1.3.2 - Déformations locales IV.27
11.1.3.3 - Evolution des célérités ultrasonores IV.40
11.1.3.4 - Suivi par émission acoustique IV.41
11.1.4 - Domaines de saturation et succion initiale IV.43
11.1.5 - Synthèse sur les effets des succions monotones IV.45
11.2 - Influence du chemin hydrique sur le transfert hydrique IV.46
11.2.1 - Effets de paliers successifs en phase de désaturation IV.46
11.2.2 - Effets d'un cyclage hydrique IV.50
11.2.2.1 - Masses et déformations macroscopiques IV.51
11.2.2.2 - Courbes de retrait et masses volumiques IV.54
11.2.2.3 - Evolution des célérités acoustiques IV.55
11.2.3 - Conclusion sur l'influence du chemin hydrique IV.56
11.3 - Influence de la direction de prélèvement sur le séchage IV.56
11.4 - Influence de la minéralogie sur le transfert hydrique IV.58
11.5 - Volume poral affecté par le transfert hydrique IV.60

*Synthèse de la Partie IV* *IV.63*

**Partie V - Identifications expérimentales du comportement hydro-mécanique**

*Chapitre 12 - Résultats existants sur le comportement hydro-mécanique des argilites* *V.3*
12.1 - Comportement mécanique à l'état hydrique initial pour une orientation $\theta = 90°$ V.3
12.1.1 - Approches macroscopiques V.3
12.1.2 - Approches multi-échelles V.5
12.1.2.1 - Imagerie de surface en cours de sollicitation V.6
12.1.2.2 - Imagerie de volume en cours de sollicitation V.10
12.2 - Influence de l'anisotropie V.11
12.3 - Influence de l'état hydrique V.14

***Chapitre 13 - Influence de l'état hydrique sur le comportement mécanique dans le cas d'un chargement perpendiculaire à la stratification (orientation $\theta = 90°$)*** ***V.16***

13.1 - Méthodologie instrumentale générale V.16
13.1.1 - Instrumentation des essais V.16
13.1.1.1 - Mesures des déformations V.16
13.1.1.2 - Mesures acoustiques V.18
13.1.2 - Traitement des données et présentation des résultats V.19
13.1.2.1 - Données mécaniques V.19
13.1.2.2 - Données acoustiques V.21
13.1.3 - Origines et caractéristiques des éprouvettes V.22
13.2 - Représentativité des mesures de déformation par jauges V.23
13.3 - Comportements mécaniques et modes de déformation à différentes échelles V.26
13.3.1 - Paramètres et comportement mécaniques macroscopiques V.26
13.3.2 - Champs de déformation globaux (Macro DIC) V.31
13.3.3 - Champs de déformation locaux (Micro DIC) V.45
13.3.4 - Discussion des analyses multi-échelles des déformations V.62
13.4 - Modes d'endommagement et de rupture V.63
13.5 - Synthèse V.69

***Chapitre 14 - Investigations exploratoires complémentaires*** ***V.71***

14.1 - Influence de paliers successifs de désaturation et de resaturation sur le comportement mécanique V.72
14.2 - Influence de l'anisotropie structurelle sur le comportement mécanique V.77
14.2.1 - Réponse mécanique globale V.77
14.2.2 - Distribution spatiale des déformations V.80
14.2.2.1 - Champs de déformation globaux (Macro DIC) V.80
14.2.2.2 - Champs de déformation locaux (Micro DIC) V.83
14.2.2.3 - Synthèse des modes de déformations V.86
14.2.3 - Endommagement et rupture V.86
14.2.4 - Conclusion sur l'influence de l'orientation V.89
14.3 - Influence de la minéralogie des éprouvettes V.89

***Synthèse de la Partie V*** ***V.91***

## Conclusions et Perspectives

## Références

## Annexes

***Annexe A - Origines et altérations possibles des argilites*** ***2***
A1 – Processus de genèse des argiles 2
A2 – Altération des sulfures de fer 3
***Annexe B - Données géologiques du site de Bure*** ***4***
***Annexe C - Plan de carottage*** ***6***
***Annexe D - Transferts hydriques*** ***7***
D1 – Essais de validation du banc de succion 7
D2 – Extensométrie optique à l'échelle Méso DIC lors des transferts hydriques 8
***Annexe E - Essais mécaniques*** ***11***
E1 - Artefacts lors du calcul du champ des déformations par corrélation d'images 11
E2 – Orientation $\theta = 90°$ 15
E3 - Anisotropie 19
***Annexe F - Propriétés hydro-mécaniques de l'argilite de Tournemire*** ***27***

# Contexte et Problématique
# Glossaire

# Contexte et Problématique

## ***Problématique générale du stockage des déchets radioactifs en milieux géologiques profonds***

Un des principaux problèmes de l'industrie nucléaire est la gestion des déchets radioactifs, en particulier en aval de la production d'électricité. A ce jour, toutes les décisions relatives aux traitement, conditionnement et stockage des déchets à faible et moyenne activité et vie courte (*FMA*), et des déchets à haute activité et à vie longue (*HAVL*), ne sont pas encore prises car plusieurs solutions sont à l'étude.
Dans le cas des déchets *HAVL*, en 1991, une procédure de réflexion et d'études, pour une durée de quinze ans, a été engagée dans la cadre de la loi dite Bataille. En 2005, l'ANDRA et le CEA ont remis les rapports correspondants aux autorités compétentes afin que d'éventuelles décisions soient prises. Trois solutions sont envisageables : le stockage réversible des déchets en formation géologique profonde, la transmutation et l'entreposage de longue durée de surface ou sub-surface.
Une solution envisagée en France comme dans de nombreux pays étrangers est un stockage en milieu géologique profond, peu perméable et tectoniquement stable. Mondialement, les formations hôtes étudiées sont principalement des mines de sel (USA, Allemagne), des sous-sols granitiques (Suède, Suisse, Japon, Canada), des couches argileuses (Belgique, Suisse, France). La durée de vie des déchets *HAVL* étant de plusieurs milliers d'années, une des difficultés réside dans les prévisions à très grande échelle de temps de la tenue de ces ouvrages avec des spécificités particulières, notamment sur la rétention des radionucléides.

Dans le cas de la solution française envisagée dans les couches argileuses profondes (ou *argilites*[1]) et étudiée dans le laboratoire expérimental de Bure (situé aux confins des départements de la Meuse et de la Haute-Marne) piloté par l'ANDRA, il s'agit de galeries de stockage à une profondeur de 500 mètres. Les concepts de stockage étudiés reposent sur un principe de barrières multiples comprenant le colis de déchets (le déchet primaire est contenu dans un conteneur de type fût métallique), la *barrière ouvragée* qui est interposée entre le colis de déchets et la roche, et la *barrière géologique* qui est la roche elle-même. Le scénario actuel prévoit une phase réversible d'ouverture d'une durée assez longue après le dépôt des colis (de un à trois siècles). En effet, la loi prévoit cette réversibilité afin de laisser aux générations futures une liberté de décision quant au choix de gestion, et en particulier la possibilité d'un retrait des colis stockés ou des aménagements possibles du processus de stockage. De plus, l'ouverture permet de réaliser un certain nombre d'observations et de mesures sur le site.

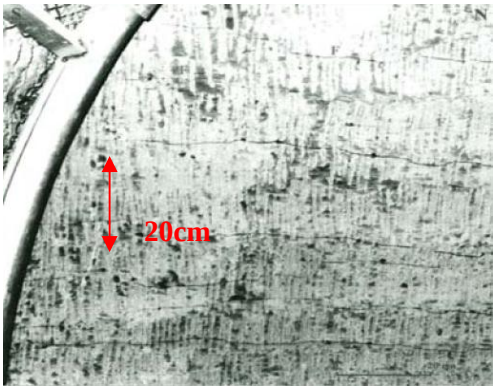
Cependant, pendant toute cette phase initiale, le milieu géologique est assez profondément perturbé par un ensemble de phénomènes simultanés et couplés.
Tout d'abord, au cours de l'excavation, la barrière naturelle est soumise à un déconfinement brutal qui peut induire un endommagement important et mener localement à la rupture de la roche. Cette zone endommagée mécaniquement est désignée par *Excavation Damaged Zone* (*EDZ*). Cette zone dégradée peut conduire à une modification importante de la perméabilité (paramètre pris en compte pour les critères de Sûreté).
Lors de la phase d'exploitation (galeries ouvertes), le comportement mécanique peut être fortement influencé par un grand nombre d'actions qui modifient les conditions de l'équilibre physico-chimique qui prévalait auparavant. En effet, la ventilation entraîne des arrivées d'air à humidité variable, des apports d'oxygène et de bactéries, qui, associés aux matériaux introduits dans les galeries (aciers, bétons), peuvent participer activement à des dégradations. Etant exothermiques (avec une température à la paroi des colis *a priori* inférieure à 100°C), les déchets modifient à long terme la température naturelle aux alentours des galeries ; la distribution des pressions de l'eau est aussi affectée.

[1] Le terme *argilite* est défini de façon multiple et est utilisé tantôt comme synonyme de roche argileuse, tantôt comme synonyme d'argile indurée [MIL 63] et tantôt comme synonyme d'argile schisteuse c'est-à-dire avec la prédisposition de se fendre selon des plans particuliers, conséquence d'une stratification (dans ce dernier cas, cela correspond au terme *shale* usité dans la littérature anglophone).

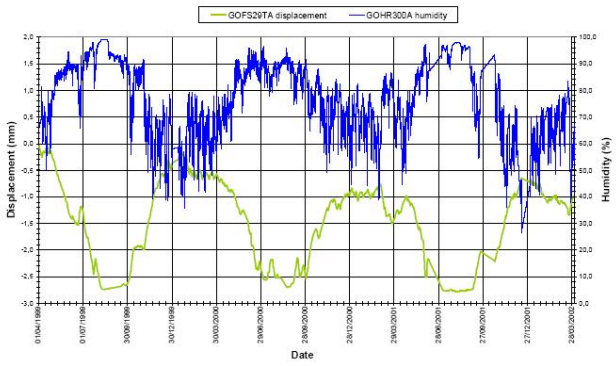
Après la fermeture du stockage, commence une période transitoire qui se traduit par une résorption des perturbations précédentes, à savoir une re-saturation en eau par le massif, un retour à la température naturelle, un appauvrissement de l'oxygène ainsi qu'un retour à l'état initial des contraintes mécaniques. Au delà de cette période transitoire (estimée à quelques milliers d'années), la re-saturation en eau étant achevée, l'eau dissout lentement les colis de déchets dont la radioactivité a décru naturellement de manière importante. Ainsi, les radionucléides migrent vers la barrière ouvragée puis vers le massif. Le choix de la roche hôte est très important en terme de propriétés de transport : par exemple, dans le cas des argilites de Bure, de par leur très faible perméabilité à l'eau, estimée de l'ordre de $10^{-21}$ à $10^{-19}$ $m^2$ [GRE 03], le transport des radionucléides s'effectuerait plutôt par diffusion dans l'eau que par mouvement de l'eau, ce qui d'après le scénario actuel ne conduirait à une remontée de ces radionucléides en surface qu'après des temps si longs que leur radioactivité ne serait plus nocive.

Cette brève présentation de la problématique démontre l'interdisciplinarité scientifique nécessaire pour apporter une réponse satisfaisante à cet enjeu sociétal. Ainsi, par exemple, le Groupement de Recherche FORPRO a été créé pour amener des discussions entre géo-chimistes, géo-physiciens, géologues et mécaniciens.

L'IRSN (Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire) dispose d'un site expérimental à Tournemire dans une roche similaire à celle de Bure. Ce site se compose d'un tunnel construit en 1881 et de deux séries de galeries excavées en 1996 et 2003, et non recouvertes de maçonnerie. Rapidement après l'excavation des nouvelles galeries, a été observé, à l'œil, un réseau de fissures horizontales (parallèles à la stratification de dépôt) espacées régulièrement d'une vingtaine de centimètres, sur toutes les parois en contact avec l'air ambiant (Figure 0.1-a). Selon la saison, ces fissures s'ouvrent (de l'ordre de 3 mm) et se referment presque totalement. Une corrélation directe a été observée entre leur ouverture et l'humidité de l'air ambiant comme l'illustre la Figure 0.1-b, démontrant le fort couplage hydro-mécanique et l'effet de la désaturation-resaturation dans le comportement des argilites [REJ 06]. Récemment, l'*EDZ* a été analysée à travers différentes propriétés (observations visuelles, profils de perméabilité au gaz et des célérités des ondes acoustiques) sur des carottes provenant de huit sondages radiaux (de longueur de l'ordre de 5 rayons de l'ouvrage, le rayon étant de l'ordre de 8 mètres) répartis régulièrement sur la circonférence circulaire des différentes galeries. Selon la date d'excavation, la zone fracturée a des configurations différentes : pour le tunnel ancien, il s'agit de fractures denses, parallèles aux parois, organisées en *pelures d'oignon* alors que dans les cas des galeries plus récentes, les fractures sont horizontales ; dans tous les cas, la zone perturbée est de l'ordre de 0,2 rayon de l'ouvrage. Rejeb *et al.* [REJ 06] analysent la fissuration observée dans le tunnel ancien comme un phénomène différé dont les origines sont des couplages entre le relâchement de la pression de pore, des effets différés de fluage et de relaxation et des effets de la désaturation/resaturation. L'extension de l'*EDZ* apparaît donc comme un phénomène s'inscrivant dans la durée, ultérieurement à l'excavation mécanique initiale seule.




**(a) fissures horizontales en front de taille.**




**(b) ouverture des fissures (en vert) et humidité relative (en bleu) en fonction du temps sur une durée de 4 ans.**

**Figure 0.1 – Observation de fissures d'origine hydrique sur le site de Tournemire [REJ 06].**

**En été, l'air dans les galeries est plus humide que en hiver, et peut être hydriquement quasi-saturé.**

Ces différents phénomènes peuvent avoir des conséquences importantes sur les fonctions de Sûreté, et en particulier sur la perméabilité. De plus, parfois négligeables pendant la phase d'exploitation dans des ouvrages "*plus classiques*" construits par l'homme dont les durées de vie n'excédent pas 120 ou 150 ans (ponts, tunnels, barrages…), des effets différés se traduisent par des déformations importantes fréquemment observées sur des ouvrages souterrains profonds (anciennes mines ou carrières) et pouvant amener à la rupture de la roche. Ces phénomènes témoignent d'un comportement visqueux et d'un endommagement progressif, traduisant des redistributions importantes des contraintes après excavation, ce qui influe sur les niveaux de déformation.
La détermination et l'identification des mécanismes jouant des rôles plus ou moins importants selon les échelles de temps considérées sont donc à prendre en compte pour estimer le comportement à long terme des roches hôtes.

Dans ce but, **à l'aide d'essais simples de caractérisations hydrique et mécanique, nous cherchons à appréhender des mécanismes de déformation et de fissuration, actifs à des échelles diverses et pertinentes, et qui dictent la réponse macroscopique hydro-mécanique du matériau**.

### ***Cadre des travaux présentés***

Par certains aspects, les roches silto-carbonatées argileuses indurées peuvent être qualifiées de matériaux "*vivants*" c'est-à-dire que leur structuration ainsi que leurs propriétés physico-chimiques ou mécaniques évoluent au cours du temps en fonction de l'environnement qu'il convient donc de maîtriser ou du moins de connaître. Par exemple, au delà du chargement mécanique proprement dit, les principaux facteurs agissant sur la réponse mécanique sont la température et l'état de saturation en eau, l'eau agissant d'une part sur la réponse des pores (au sens de la poro-mécanique, en terme de pression de pore par exemple) et d'autre part sur la structuration même de certaines phases (en particulier sur le gonflement de certaines argiles ou des phénomènes de transport). Ces effets ont été observés sur un grand nombre de roches ou de géo-matériaux tels que le sel, les argiles, les sols en général, les roches poreuses, les ciments-bétons (dont le comportement est entre autre, dicté par le rapport eau/ciment, la taille des particules et le degré de maturation).

De façon générale, connaître le comportement d'un matériau dans le but de concevoir, dimensionner ou prédire des durées de vie de structures, peut se décliner selon trois axes non indépendants que sont la caractérisation, la modélisation et la validation. En Science des Matériaux, comprendre un matériau est une démarche qui peut être schématisée selon le triptyque de la Figure 0.2 qui couple le procédé de fabrication, la microstructure et les identifications du comportement et des mécanismes associés. Cette démarche a pour but de pouvoir émettre des choix en termes de mise en œuvre, de mise en forme pour former des objets ou des structures. De fait, la Science des Matériaux est pluridisciplinaire.

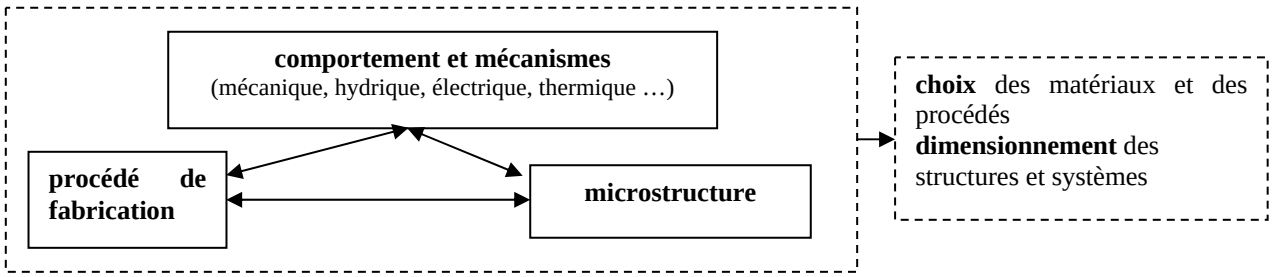



**Figure 0. 2 – Chaîne des matériaux.**

Dans le cas des matériaux naturels comme les roches, la fabrication n'est pas maîtrisée puisqu'elle découle de phénomènes naturels. Toutefois, la Pétrologie (du grec *petra*, pierre et *logo*, étude), science qui étudie les mécanismes de formation et de transformation des roches, ainsi que la Pétrographie (du grec *petra*, et *graphê*, description), science de la description microstructurale des roches, permettent de comprendre à la fois la genèse et la structuration des roches. Globalement, la Mécanique des Roches s'intéresse à l'identification des comportements vis-à-vis des diverses sollicitations. Elle intègre ainsi

des disciplines scientifiques variées telles que la géologie, l'hydro-physique, la mécanique des milieux continus, la poro-mécanique, la micro-mécanique, la thermique, la chimie …

De fait, la caractérisation du comportement nécessite une phase expérimentale (propre ou de retour d'expérience de situations concrètes). Idéalement, cette identification doit décrire un certain nombre de mécanismes physiques en jeu dans la réponse mécanique par rapport à une sollicitation donnée. La modélisation bâtie sur des approches diverses (phénoménologique, micromécanique ou autre) se base sur les descriptions précédentes afin de prédire le comportement du matériau soit intrinsèquement, soit au sein d'une structure, un compromis s'établissant entre raffinement du modèle et temps de calcul. Afin d'estimer la justesse et les domaines d'applicabilité de tels modèles, une validation, par exemple expérimentale avec prédiction *a priori*, doit être menée.

L'étude expérimentale des roches argileuses est un exercice complexe de par les variabilités du matériau (leur composition minéralogique peut dépendre de la profondeur d'enfouissement et ce à quelques centimètres près), de par l'incidence des conditions de prélèvement et de stockage, et de par les nombreux couplages entre les sollicitations mécaniques, hydriques, thermiques ou physico-chimiques auxquelles la roche peut être soumise. En plus des conditions expérimentales d'essai, il convient de préciser un certain nombre de paramètres intrinsèques du matériau tels que sa composition minéralogique, le positionnement d'une éventuelle anisotropie, l'état hydrique ou tout autre paramètre caractéristique.
Les argilites sont des matériaux présentant une organisation multi-échelles, qui s'étend des tailles nanométriques (feuillets) à des dimensions décimétriques (hétérogénéités de composition, veine de pyrite, bioclaste) voire largement au-delà, avec des possibles failles régionales dans les formations géologiques. Etant entendu que les phénomènes actifs dans le comportement macroscopique peuvent s'initier à n'importe quelle échelle, il convient donc d'identifier les mécanismes en jeu ainsi que leurs échelles de pertinence (non nécessairement les plus fines).

Nos travaux cherchent à identifier les comportements vis-à-vis du transfert hydrique et de la réponse mécanique instantanée en termes de modes de déformation et d'endommagement. Il conviendra de préciser aussi les mécanismes actifs en jeu ainsi que leurs échelles de pertinence.
Ainsi, certaines questions nous paraissent ouvertes telles que par exemples :

- **comment le transfert hydrique modifie-t-il la microstructure de la roche ?**
- **en quoi et comment l'état hydrique (eau dans les pores, microstructure induite par des succions hydriques …) influence-t-il les réponses mécaniques globales et locales ?**
- **quels sont les modes de déformations et d'endommagement lors d'une sollicitation instantanée ?**
- **existe-t-il une localisation des déformations et/ou de l'endommagement en lien avec des hétérogénéités constitutives dont la nature et les échelles doivent être définies ?**
- **existe-t-il un endommagement précoce détectable ou au contraire peut-on définir un seuil de plasticité ?**
- **comment les modes de déformation et d'endommagement évoluent-ils en fonction de l'état hydrique ?**

Les différentes techniques expérimentales que nous mettons en œuvre ont pour finalité de répondre partiellement ou totalement à ces questions qui sont des enjeux pour les concepts de la Sûreté d'un site expérimental de stockage des déchets radioactifs.

## ***Plan du mémoire***

Lors de la rédaction de ce mémoire, nous avons essayé autant que possible d'être rigoureux et précis (peut-être parfois au détriment de la concision du texte) vis-à-vis à la fois des caractéristiques des éprouvettes et des conditions d'essai.

Ce mémoire est construit en cinq parties, elles-mêmes composées de plusieurs chapitres.

La ***Partie I*** se consacre à une présentation bibliographique générale relative aux principales caractéristiques des transferts hydriques ainsi que leurs conséquences sur le matériau (*Chapitre 1*). Les comportements mécaniques typiques des matériaux rocheux sont relatés au *Chapitre 2*. En particulier, sont rapportés les aspects de localisation des modes de déformation et d'endommagement au cours de sollicitation mécanique.

Dans la ***Partie II***, après une définition d'un certain nombre de paramètres physiques caractéristiques (*Chapitre 3*) relatifs aux matériaux poreux hydratés, les différentes techniques et méthodes expérimentales employées sont présentées : moyens d'observation directe de la microstructure (*Chapitre 4*), porosimétrie au mercure et isothermes de sorption (*Chapitre 5*). Les techniques d'extensométrie optique par corrélation d'images et les techniques d'émission acoustique sont discutées dans le *Chapitre 6*, d'abord de façon générale, puis du point de vue des développements et des adaptations menés au cours de nos travaux. Les ordres de grandeur des incertitudes des mesures des déformations par corrélation sont précisés. Enfin, les techniques de caractérisation mécanique et le formalisme mécanique utilisé sont présentés (*Chapitre 7*).

Les trois parties suivantes sont le cœur des travaux de ce mémoire. Constituées pour chacune d'elles, d'un premier chapitre relatant les principaux résultats de la littérature dans le cas des argilites, elles présentent l'ensemble de nos résultats et discussions en traitant respectivement les investigations microstructurales, les essais et conséquences de succion hydrique, et les comportements mécaniques en fonction de l'état de saturation de la roche.

La ***Partie III*** cherche à appréhender et comprendre l'organisation interne des argilites. Pour cela, le *Chapitre 8* présente les aspects généraux minéralogiques et pétrologiques des roches argileuses, ainsi que les spécificités propres à l'argilite de Meuse/Haute-Marne à Bure. Des observations directes à des échelles complémentaires (de centimétrique à sub-micrométrique) sont effectuées sur les matériaux livrés, le réseau poral étant investigué indirectement (jusqu'à une échelle nanométrique) par intrusion de mercure (*Chapitre 9*). Ainsi est formulée une représentation schématique multi-échelles de la structuration interne de l'argilite. La connaissance de cette organisation structurale à différentes échelles est une étape indispensable et préalable à l'identification de mécanismes activés sous sollicitation, et à leur corrélation avec des éléments constitutifs de la roche.

La ***Partie IV*** regroupe les effets de sollicitation purement hydrique sur les argilites. Cette partie est organisée tout d'abord en une présentation de résultats établis (*Chapitre 10*) décrivant les évolutions de paramètres macroscopiques de transfert et les évolutions de la microstructure de l'argilite de Meuse/Haute-Marne au cours de transferts hydriques imposés. Ensuite, les résultats et analyses des essais réalisés sont présentés (*Chapitre 11*) en considérant les effets des succions sur les évolutions physiques et microstructurales en termes de déformation et d'endommagement. Sont aussi prises en compte les influences de l'histoire hydrique, de la minéralogie et de la direction de prélèvement.

Une identification expérimentale du comportement hydro-mécanique est proposée en ***Partie V***. Est analysée l'influence de l'état hydrique sur la réponse mécanique, en particulier sur les modes de déformation, d'endommagement et de rupture. Après une brève synthèse des résultats existants sur le comportement mécanique de l'argilite de Meuse/Haute-Marne (*Chapitre 12*), le *Chapitre 13* regroupe les résultats et les analyses de la réponse mécanique en fonction de l'état de saturation de la roche, dans le cas d'un chargement compressif uniaxial appliqué perpendiculairement aux plans de stratification. Des techniques complémentaires et multi-échelles (extensométrie optique, émission

acoustique) sont mises en œuvre conjointement afin de mettre en évidence des mécanismes de déformation et d'endommagement. Nous tentons d'identifier ces mécanismes et leur rôle en fonction de l'état hydrique et du niveau de contrainte. L'approche multi-échelles réalisée couvre les échelles du décimètre au micromètre.
Des travaux complémentaires sont présentés au *Chapitre 14* à titre exploratoire. Il s'agit seulement de premiers résultats que des travaux complémentaires devraient compléter. Vis-à-vis de la réponse mécanique, sont ainsi considérées l'influence du chemin hydrique (paliers successifs de désaturation et resaturation), l'influence de la position de la stratification par rapport au chargement, et l'influence de la minéralogie.

Ces travaux révèlent la complexité des mécanismes de déformation et d'endommagement des argilites, conditionnés par l'état hydrique, par la nature stratifiée et par la présence d'hétérogénéités constitutives de la roche. La combinaison des différents moyens d'observation mis en œuvre simultanément à l'application d'un chargement d'origine hydrique ou mécanique permet d'affiner les analyses du comportement et d'en préciser les mécanismes actifs aux différentes échelles.

Enfin, des ***Conclusions*** achèvent ce mémoire en s'appuyant sur les principaux résultats obtenus ; sont aussi proposées des ***Perspectives*** qui pourraient alimenter des travaux futurs.

# Glossaire

Tout travail qui se trouve aux confins de différents domaines scientifiques se heurte à un problème de langage. En effet, l'expérience de chacun montre que des termes identiques peuvent avoir dans la même langue des sens différents suivant l'école de pensée ou la discipline qui les emploie. Ce point est rendu plus complexe encore par l'internationalisation des recherches scientifiques à cause de l'usage de traductions hâtives et parfois incomplètes par rapport au concept décrit dans une langue autre.
Pour ces raisons et par soucis de clarté, nous précisons les définitions de quelques termes usités dans ce mémoire. Ce glossaire n'est pas exhaustif et certains termes sont précisés plus en détails dans le manuscrit, accompagnés si nécessaire de figures descriptives.

*Description de la microstructure*

**Matrice :** dans le cas de roche comportant des éléments de taille importante, le terme *matrice* désigne la phase qui éventuellement englobe ces éléments. La matrice peut être composée d'éléments de petite taille et se présente sous forme d'une phase continue.
**Claste :** inclusion dans une roche, dont la nature peut être un fragment de cristal, un fossile (*bioclaste* dans ce cas) ou une roche autre.
**Stratification/Litage :** fait d'être composé de couches successives dont les contrastes lithologiques peuvent être plus ou moins marqués. Le terme *litage* est plutôt réservé aux formations sédimentaires.
**Homogénéité/Hétérogénéité microstructurale** : le caractère *homogène* ou *hétérogène* de la microstructure est lié à la distribution spatiale et morphologique des phases constituantes, qui doit être considérée à différentes échelles. Cette propriété peut être dépendante des dimensions et de la position de la zone considérée.
**Fissure/Micro-fissure :** surface de non-adhérence d'étendue limitée (de quelques microns à plusieurs millimètres), ne traversant pas l'intégralité du volume considéré.
**Fracture :** surface de non-adhérence de grande étendue (de décimétrique à kilométrique voire au delà), partageant le volume considéré en parties distinctes.
**Volume Elémentaire Représentatif (*VER*) :** au sens de la microstructure, un *VER* se comprend comme le volume minimal permettant de décrire complètement la microstructure du matériau, ce qui sous-entend donc que ce volume comprend les différentes singularités ou hétérogénéités du matériau. Les propriétés mesurées sur une éprouvette de volume au moins égal au *VER* sont donc représentatives des propriétés du matériau et s'affranchissent de la zone de prélèvement des éprouvettes.

*Description des modes de déformation, d'endommagement et de comportement*

**Bande de déformation :** zone de dimension finie dans laquelle se concentrent des déformations lors de l'application d'une sollicitation macroscopique.
**Expansion :** déformation d'origine diverse (mécanique, hydrique, thermique …) conduisant à un accroissement de dimension.
**Contraction :** déformation d'origine diverse (mécanique, hydrique, thermique …) conduisant à une réduction de dimension.
**Gonflement :** lors de transferts hydriques, dans le cas des roches argileuses, nous désignons par *gonflement*, l'expansion de la phase argileuse dont les mécanismes peuvent être divers (prise d'eau en resaturation, gonflement osmotique selon la nature de l'eau, gonflement par altération physico-chimique de certaines phases …).
**Retrait :** lors de transferts hydriques, dans le cas des roches argileuses, nous désignons par *retrait*, la contraction de la phase argileuse par désaturation.
**Elasticité :** propriété d'un corps à reprendre la forme et les dimensions qu'il avait avant une sollicitation, lorsque celle-ci est supprimée.
**Plasticité :** propriété d'un corps à conserver des déformations permanentes lorsque la sollicitation est supprimée. De façon générale, les déformations permanentes ont pour origine des mécanismes de glissement tels que des roulements de grains pour les sols, des glissements relatifs des macromolécules pour les polymères, des glissements inter ou intra-grains pour les métaux, des glissements selon les

plans cristallographiques pour les monocristaux. Les déformations permanentes associables à de la plasticité se caractérisent par une continuité de la matière alors que celles en lien avec de l'endommagement se traduisent par des créations de discontinuités. Un seuil de plasticité peut être défini.

**Ductilité :** les matériaux qualifiés de ductiles présentent une rupture qui intervient après une étape de "*grande*" déformation permanente. Les matériaux ductiles présentent un écoulement plastique avant de se rompre par cisaillement.

**Fragilité :** les matériaux qualifiés de fragiles présentent une rupture brutale avec "*peu*" de déformation préalable.

**Endommagement :** apparition et développement de nouvelles surfaces de non-adhérence au sein d'un corps sous l'effet d'une sollicitation.

**Résistance :** contrainte maximale qu'un matériau peut supporter sans se rompre macroscopiquement. La résistance correspond à la contrainte maximale appliquée avant un éventuel post-pic.

**Isotropie :** qualité d'un corps dont les propriétés sont indépendantes de l'orientation.

**Anisotropie** : qualité d'un corps dont les propriétés diffèrent selon les directions considérées.

**Effet d'échelle :** influence des dimensions d'une éprouvette sur des paramètres (par exemple, sur la résistance).

**Homogénéité/Hétérogénéité des déformations :** un critère d'*homogénéité* spatiale des déformations est établi à une échelle donnée et peut se décrire comme une indépendance des déformations par rapport au point considéré.

# Partie I
# Comportements hydrique et mécanique des géomatériaux

# Partie I
# Comportements hydrique et mécanique des géomatériaux

Avant de décrire les techniques employées, les démarches suivies et les résultats obtenus, nous présentons quelques données générales établies et relatives à :

- d'une part, les **concepts de description de l'état de l'eau dans des milieux poreux**, ainsi que les **mécanismes actifs lors des transferts hydriques** et leurs conséquences pour le matériau (*Chapitre 1*),
- d'autre part, l'**identification des comportements et des mécanismes associés** lors d'un **chargement mécanique** (*Chapitre 2*).

Cette présentation bibliographique, loin d'être exhaustive, cherche à rassembler quelques éléments qui nous ont paru intéressants et nécessaires pour définir à la fois le paysage et la philosophie dans lesquels s'inscrivent nos travaux. Notre démarche est dictée par l'identification des **évolutions du matériau sous sollicitation** (hydrique ou mécanique), évolutions qui sont appréhendées en termes d'**évolutions de la microstructure, des modes de déformation et de l'endommagement, ceci à plusieurs échelles complémentaires**.

Les particularités propres aux argilites, établies dans la littérature sont respectivement décrites au *Chapitre 10* pour les caractéristiques des transferts hydriques et au *Chapitre 12* pour le comportement hydro-mécanique.

**Sommaire Partie I**

*Chapitre 1 – Transferts hydriques et conséquences pour le matériau ..... I.3*

**1.1 - L'eau interstitielle dans les roches ..... I.3**
1.1.1 - Expression du potentiel pour des matériaux poreux classiques ..... I.3
1.1.2 - Expression du potentiel dans le cas de matériaux argileux ..... I.4
1.1.3 - Potentiel de l'eau, succion et humidité relative ..... I.5
1.1.4 - Potentiel de l'eau et porosité ..... I.6
1.1.5 - Potentiels imposés en conditions de laboratoire ..... I.9

**1.2 - Propriétés de rétention d'eau et déformations induites ..... I.10**
1.2.1 - Courbes de retrait et de rétention ..... I.10
1.2.2 - Mécanismes d'hydratation ..... I.12

*Chapitre 2 - Comportements mécaniques et localisation des déformations dans les roches ..... I.13*

**2.1 - Comportements mécaniques macroscopiques et mécanismes de déformation ..... I.13**

**2.2 - Rupture en mode localisé ..... I.17**
2.2.1 - Modes de fissuration, localisation ..... I.17
2.2.2 - Détection expérimentale ..... I.19

**2.3 - Comportement hydro-mécanique ..... I.24**
2.3.1 - Poromécanique et concept de contraintes effectives ..... I.24
2.3.2 - Homogénéisation ..... I.26

*Synthèse de la Partie I ..... I.27*

# Chapitre 1 – Transferts hydriques et conséquences pour le matériau

L'eau est intrinsèquement présente dans les roches argileuses (entre 1 et 10% pour les argiles raides). La description détaillée des différentes phases des argilites (*Chapitre 8*) met en évidence deux types principaux d'eau en fonction de la localisation et de l'énergie de liaison de l'eau :

- une **eau liée** chimiquement (dite aussi de constitution et associée aux espaces inter-folliaires argileux) et physiquement (adsorption physique sur trois ou quatre couches moléculaires au niveau du feuillet argileux) avec des fortes énergies de liaison,

- une **eau libre ou interstitielle**, contenue dans des espaces plus grands (typiquement au delà de 20 nm, c'est-à-dire constitués par les pores intra- ou inter- agrégats argileux ou inter-grains autres).

Ce dernier type d'eau est susceptible de migrer sous l'effet d'un gradient de pression, de température ou de l'état de saturation.

## 1.1 - L'eau interstitielle dans les roches

L'eau interstitielle contenue dans une roche poreuse est soumise à des actions aussi diverses que la gravité, la pression imposée par la structure, la capillarité dictée par la morphologie des pores, l'adsorption imposée par les propriétés électriques des parois des pores, le chimisme induit par les phases en contact. Ces actions lui imposent un état d'énergie. Les différentes causes précédentes peuvent engendrer une évolution de son état énergétique. Cette variation d'énergie peut être décrite par un seul paramètre qu'est le **potentiel,** comme le décrivent Marshall et Holmes [MAR 79]. Rappelons la définition d'un potentiel : *le potentiel $\phi$ de l'eau interstitielle se définit par la variation d'énergie nécessaire pour amener une quantité unitaire d'eau d'un état de référence à l'état dans lequel se trouve cette eau dans la roche en position interstitielle*. Le potentiel de l'eau interstitielle évolue de façon continue quand l'eau passe d'un état à un autre.

Le potentiel total de l'eau interstitielle est la somme des potentiels résultant des variations de chaque cause, par rapport à un même état de référence. Le potentiel s'exprime classiquement par une énergie rapportée à une masse d'eau unitaire, soit en Joules par kilogramme d'eau. Cependant, en Sciences des Sols, il est usuel d'exprimer le potentiel en énergie rapportée à un volume unitaire $\phi_{(v)}$ ou à un poids unitaire $\phi_{(w)}$ soit à des grandeurs respectivement de pression (Pa) ou de longueur (m).

### 1.1.1 - Expression du potentiel pour des matériaux poreux classiques

Dans un matériau poreux tel qu'un sol, dans le but de décrire les écoulements, on considère que le potentiel total est la somme de trois composantes :

**Équation 1.1** $\phi_{total} = \phi_g + \phi_p + \phi_\pi$

avec $\phi_g$ le potentiel gravitationnel,
$\phi_p$ le potentiel de pression,
$\phi_\pi$ le potentiel osmotique.

Nous allons brièvement définir chacun des termes mais, pour plus de détails, le lecteur pourra se référer aux travaux de Daupley [DAU 97] ou Ramambasoa [RAMN 01] par exemples.

le potentiel gravitationnel $\phi_g$

La force d'attraction terrestre peut être traduite par le terme $\phi_g$ qui correspond au travail à fournir pour transférer une eau libre et pure d'un niveau de référence à un niveau donné défini par sa cote *z*.
On a ainsi les expressions suivantes de $\phi_g$ par unité de volume ou de poids :

$$\phi_{g(v)} = \rho_{liquide}\, g\, z \qquad \phi_{g(w)} = z$$

avec $g$ l'accélération de la pesanteur,
$\rho_{liquide}$ la masse volumique de la phase liquide[1],
$z$ la cote.

le potentiel de pression $\phi_p$

Le potentiel de pression correspond au travail à fournir pour imposer à une eau libre et pure, une variation de pression sans en modifier sa position dans le niveau de référence choisi. Les causes de $\phi_p$ sont multiples : la pression lithostatique, l'adsorption physique de surface, la capillarité, une pression pneumatique due à une phase gazeuse pressurisée.
On a ainsi :

$$\phi_{p(v)} = \rho_{liquide}\, g\, h_p = p \qquad \phi_{p(w)} = h_p$$

avec $p$ la pression de l'eau,
$h_p$ la charge de pression, qui est une traduction en hauteur d'eau équivalente à la pression $p$ exercée.

le potentiel osmotique $\phi_\pi$

Le potentiel osmotique se définit comme l'opposé du travail nécessaire pour transformer une eau pure et libre en une eau de concentration donnée en solutés tout en restant positionnée dans le niveau de référence donné. $\phi_\pi$ est négatif et traduit une diminution de l'énergie (par rapport à un état de référence d'eau pure) de par la présence de solutés.
Par analogie avec les définitions précédentes, on a :

$$\phi_{\pi(v)} = \rho_{liquide}\, g\, h_\pi = -\pi \qquad \phi_{\pi(w)} = h_\pi = -\pi/(\rho_{liquide}\, g)$$

avec $\pi$ la pression osmotique,
$h_\pi$ la charge osmotique, qui est une traduction en hauteur d'eau équivalente à la pression $-\pi$ exercée.

### 1.1.2 - Expression du potentiel dans le cas de matériaux argileux

Les définitions précédentes s'appliquent pour l'ensemble des matériaux poreux. De par les fortes interactions et relations eau/argiles, les milieux argileux ont amené à redéfinir certains concepts, en particulier le potentiel de pression.
Par exemple, Bolt [BOL 56] et Tessier [TES 84] préfèrent exprimer le potentiel de pression $\phi_p$ selon deux composantes : un potentiel matriciel $\phi_m$ et un potentiel pneumatique $\phi_{pn}$, soit :

$$\phi_p = \phi_m + \phi_{pn}$$

Ceci présente l'intérêt de dissocier l'effet de la pression de fluide, de l'effet de la seule présence d'eau dans le réseau poreux. En effet, le potentiel matriciel se comprend comme le travail à fournir pour introduire une eau de composition constante dans un milieu poreux à teneur en eau donnée, sans modification de la cote *z* de référence.
Horseman *et al.* [HOR 96] ont raffiné le potentiel matriciel en introduisant :

- un potentiel d'adsorption $\phi_a$ qui prend en compte les différentes interactions physico-chimiques entre l'eau et les argiles telles que la double couche électrostatique et les forces de Van der Waals.
- un potentiel capillaire $\phi_{pc}$ qui traduit la différence de pression entre la pression de l'air et l'eau, ou en d'autres termes, la différence de pression entre la pression atmosphérique et l'eau. Cette dernière définition conserve la notion de potentiel de pression pneumatique.

[1] La phase liquide correspond à "*l'eau du site*" c'est-à-dire l'eau chargée en minéraux. Nous supposons que la masse volumique de cette "*eau du site*" est égale à la masse volumique de l'eau pure.

Ainsi, on a :

$$\phi_p = \phi_a + \phi_{pc} + \phi_{pn}$$

Pour l'ensemble des définitions introduites précédemment, la déformabilité n'est pas prise en compte.

Lors des essais au laboratoire, la roche est déchargée de certaines composantes liées au site d'enfouissement. Les variations du potentiel gravitationnel et de la pression atmosphérique peuvent alors être négligées. De plus, selon les essais menés, la surpression de gaz peut être nulle. Ainsi, le potentiel total de l'eau peut s'écrire :

$$\begin{aligned}\phi_{total} &= \cancel{\phi_g} + \phi_p + \phi_\pi \\ &= \phi_a + \phi_{pc} + \cancel{\phi_{pn}} + \phi_\pi\end{aligned}$$

**Équation 1.2** $\boldsymbol{\phi_{total} = \phi_a + \phi_{pc} + \phi_\pi}$

**L'état de l'eau est conditionné par les effets d'adsorption, de capillarité et d'osmose.**

### 1.1.3 - Potentiel de l'eau, succion et humidité relative

La notion de *succion* a été introduite dans les années 1965 en Géotechnique afin de décrire l'état énergétique de l'eau en position interstitielle dans un milieu poreux (cité dans [HOM 00]). Dans les conditions de laboratoire, elle est directement assimilable à la notion de potentiel et est décrite par le potentiel chimique $\mu_i$ associé à la variation de l'énergie libre de Gibbs $G$ en fonction de la concentration $n_i$ du constituant $i$ à pression et température données [HIL 88] selon :

**Équation 1.3** $$\mu_i = \left(\frac{\partial G}{\partial n_i}\right)_{T,P,n\neq n_i}$$

Le potentiel $\mu$ correspond à une enthalpie libre molaire partielle et a la dimension $[ML^2T^{-2}mol^{-1}]$[2]. Le potentiel peut aussi être rapporté à un volume et a alors la dimension $[ML^{-1}T^{-2}mol^{-1}]$, ce qui correspond à une pression.

L'Équation 1.3 peut être simplifiée dans le cas d'une solution interstitielle [TES 84] selon la formule suivante :

**Équation 1.4** $$\mu_w = \mu^0_{w(T,P)} + RT\ln(a_w)$$

avec $\mu_w$ le potentiel chimique de la solution interstitielle,
$\mu^0_{w(T,P)}$ le potentiel chimique de l'eau pure à un état de référence *0* et aux conditions de température $T$ et de pression $P$ données,
$R$ la constante des gaz parfaits,
$a_w$ l'activité de l'eau de potentiel $\mu_w$.

L'activité d'une solution (paramètre adimensionnel) dépend de la quantité et de la composition des ions dissous ainsi que des conditions de température et de pression. Elle est déterminée de façon semi-empirique et est comprise entre 0 et 1.

A partir de l'Équation 1.4, on définit la succion $s$ comme l'opposé de la différence de potentiel chimique entre une solution interstitielle et une eau pure prise dans un état de référence, telle que :

**Équation 1.5** $$\boxed{\mu_w - \mu^0_{w(T,P)} = RT\ln(a_w) = -s\frac{M}{\rho_{liquide}}}$$

avec $M$ la masse molaire de l'eau.

[2] M correspond à la masse (unité kg), L à la longueur (m), T au temps (s), K à la température (K).

La succion est par habitude comptée positivement (ce qui explique le signe négatif dans l'écriture précédente, compensant le terme négatif donné par le logarithme de l'activité de l'eau). Ainsi, **la succion est équivalente à un potentiel par unité de volume et a la dimension d'une pression** [$ML^{-1}T^{-2}$].
De plus, l'activité de l'eau est définie comme le rapport entre la pression de vapeur d'eau et la pression saturante de vapeur d'eau à une température donnée, ce qui correspond aussi à la définition de l'humidité relative[3], selon :

**Équation 1.6** $$a_w = \frac{P_w}{P_w^0} = H$$

avec $P_w$ la pression partielle de vapeur d'eau en équilibre au dessus de la solution interstitielle,
$P_w^0$ la pression partielle de vapeur d'eau en équilibre au dessus de la solution d'eau pure dans l'état de référence,
$H$ l'humidité relative.

**La connaissance des pressions partielles ou de l'humidité relative à une température donnée permet de déterminer l'état de succion du matériau** ; de même, le fait d'imposer des pressions partielles ou un niveau d'humidité modifie la succion.

### 1.1.4 - Potentiel de l'eau et porosité

Le **phénomène de capillarité** intervient lorsque de l'eau liquide est en contact avec un matériau poreux. L'absorption d'eau par capillarité met donc en jeu la perméabilité à l'eau liquide du matériau. Le phénomène d'absorption et de rétention de l'eau liquide par capillarité est dû aux forces de ménisques, résultant des tensions interfaciales solide/liquide/gaz. Ces forces responsables de l'ascension capillaire sont inversement proportionnelles au rayon du pore considéré.

La loi de Jurin donne la hauteur de l'ascension de l'eau liquide dans un capillaire dans le cas d'un ménisque sphérique (Figure 1.1) :

**Équation 1.7** $$\boxed{h = \frac{2\sigma_{l/g}}{\rho_{liquide}\, g\, r_s}}$$ *équation de Jurin*

avec $h$ la hauteur du ménisque,
$\sigma_{l/g}$ la tension interfaciale de l'eau liquide/gaz,
$r_s$ le rayon du ménisque sphérique.

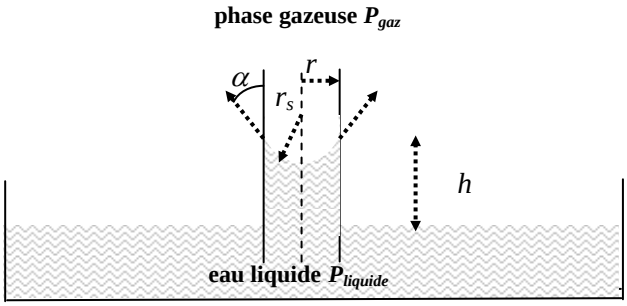



**Figure 1.1 – Montée d'un liquide dans un tube capillaire.**

Dans le cas de pore cylindrique, cette équation s'écrit :

[3] L'activité de l'eau représentant l'eau disponible est couramment usitée en agroalimentaire et agronomie ; elle s'exprime en $a_w$ sur une plage [0-1] alors que l'unité de l'humidité relative est en pourcentage (% RH).

**Équation 1.8** $$h=\frac{2\sigma_{l/g}\cos\alpha}{\rho_{liquide}\,g\,r}$$

avec $\alpha$ l'angle de raccordement entre le ménisque et le solide,
$r$ le rayon du capillaire.

La loi de Kelvin propose une relation entre la pression capillaire (qui se définit par la différence entre les pressions de gaz et de liquide) et les pressions partielles $P_w$ et $P_w^0$, selon :

**Équation 1.9** $$\boxed{P_{capillaire}=P_{gaz}-P_{liquide}=-\frac{RT}{\mathrm{M}\,g}\ln\left(\frac{P_w}{P_w^0}\right)=-\frac{RT}{\mathrm{M}\,g}\ln(H)}$$ *équation de Kelvin*

avec $P_{capillaire}$, $P_{air}$, $P_{liquide}$ les pressions capillaire, de l'air ambiant et de l'eau liquide.

L'équation de Kelvin fournit la dépression capillaire $-P_{capillaire}$ qui règne dans un pore soumis à l'humidité relative $H$.

D'autre part, le phénomène de capillarité est souvent schématisé par un tube de rayon $r$ partiellement plongé dans un récipient d'eau à la pression atmosphérique. Il se produit alors une remontée capillaire de hauteur $h$ (Figure 1.1).
L'équilibre hydrostatique de l'eau dans le capillaire de la Figure 1.1, est donné par l'équation de Laplace :

**Équation 1.10** $$\boxed{P_{gaz}-P_{liquide}=\frac{2\sigma_{l/g}}{r_s}}$$ *équation de Laplace*

En combinant les équations de Kelvin et de Laplace, nous obtenons une relation reliant l'humidité relative et le rayon du ménisque :

**Équation 1.11** $$\boxed{\ln(H)=-\frac{2\sigma_{l/g}\mathrm{M}}{RT\rho_{liquide}r_s}}$$ *équation de Kelvin-Laplace*

En faisant les hypothèses d'un ménisque hémisphérique (dans le cas d'un liquide parfaitement mouillant, l'angle $\alpha$ est alors nul) et de parois indéformables de pores, il est possible de calculer les tailles maximales des pores remplis d'eau liquide en fonction de l'humidité relative :

**Équation 1.12** $$r=-\frac{2\sigma_{l/g}\mathrm{M}}{RT\rho_{liquide}\ln(H)}$$

Ainsi, plus la pression de vapeur d'eau diminue, plus la taille maximale des pores remplis d'eau diminue.

L'application numérique donne :
à $T$ = 296 K,

$\sigma_{l/g}$ = 72,75.10$^{-3}$ N/m
$\rho_{liquide}$ = 1000 kg/m$^3$
$R$ = 8,314 J mol$^{-1}$ K$^{-1}$
M = 18,016.10$^{-3}$ kg mol$^{-1}$

$$r = -\frac{10{,}6637}{\ln(H)} \quad \text{avec } r \text{ en Å}$$

Nous pouvons ainsi tracer l'évolution des rayons de pores affectés par la pression capillaire en fonction de l'humidité relative (Figure 1.2).

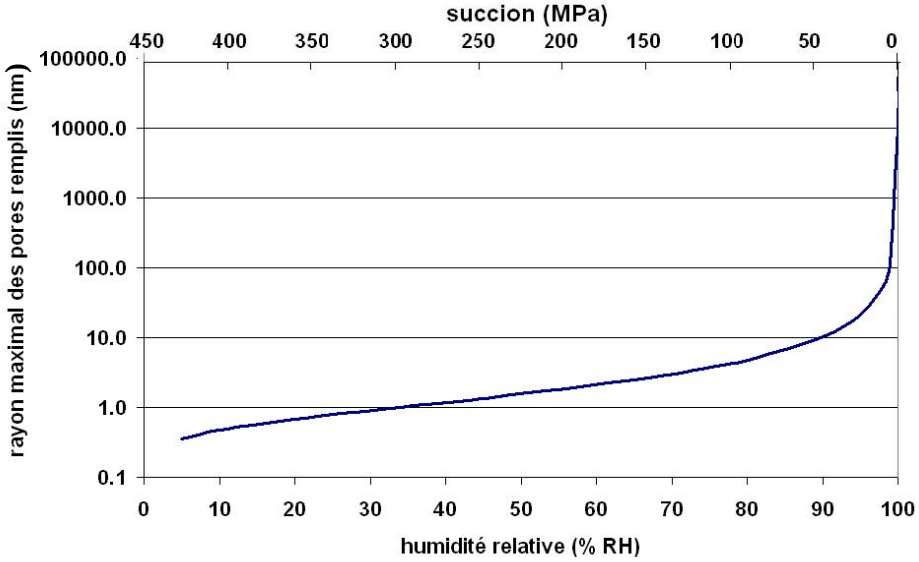



**Figure 1.2 – Taille maximale des pores remplis d'eau en fonction de l'humidité relative extérieure ou de la succion, d'après la loi de Kelvin.**

Ainsi le paramètre $H$ est en lien direct avec l'état énergétique de l'eau dans les pores. Le "*moteur*" du transfert hydrique est le gradient de l'humidité relative $H$. En ce sens, $H$ peut être définie comme une variable d'état puisque l'état hydrique local à l'équilibre est défini de manière unique par $H$.

Dans les cas de matériaux poreux réels tels que les sols ou les roches, Delage *et al.*[DEL 87] ont proposé une représentation schématique des ménisques en conditions non-saturées selon le type de sol (Figure 1.3). Le cas *b* correspond à une microstructure proche de celle des argilites avec d'une part, des agrégats argileux et d'autre part, des grains peu réactifs à l'eau dans une première approche. Le ménisque capillaire est principalement associé à la zone entre les agrégats et les grains, et peu entre feuillets argileux (du fait que les pores au sein des plaquettes argileuses sont très petits et que les forces d'attraction physico-chimique des argiles sur l'eau dans les plaquettes sont importantes).

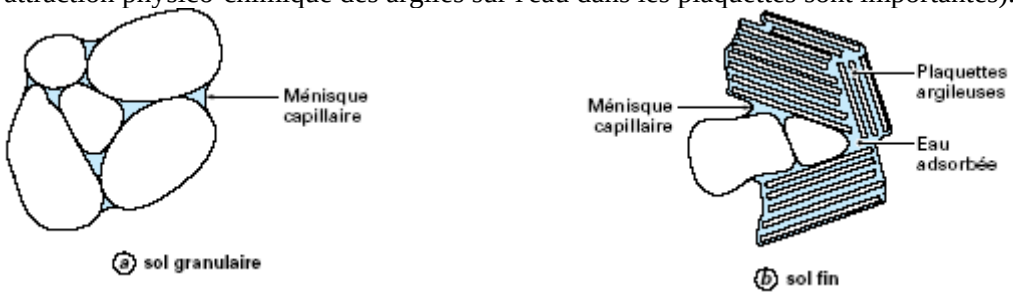
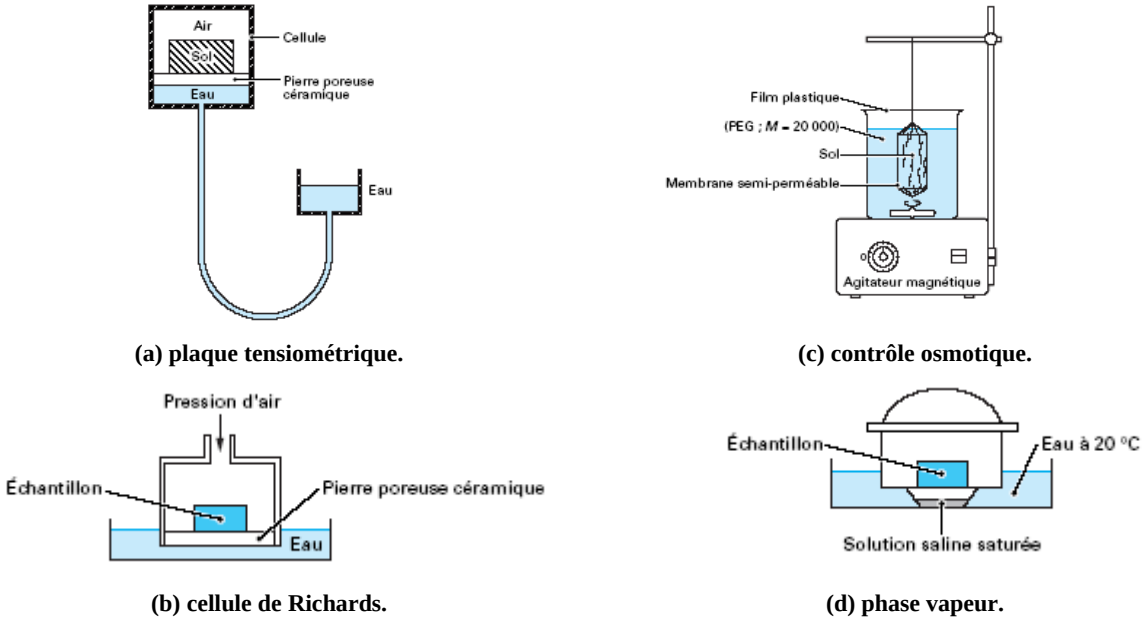



**Figure 1.3 – Représentation schématique des ménisques dans un sol non-saturé [DEL 00].**

### 1.1.5 - Potentiels imposés en conditions de laboratoire

Sont brièvement présentées les différentes méthodes disponibles pour imposer, au laboratoire, les potentiels de l'eau interstitielle dans des sols ou roches poreuses. Pour de plus amples détails, le lecteur pourra se référer aux travaux de Marshall et Holmes [MAR 79] et Billiotte *et al*. [BIL 95], qui décrivent les mesures directes de potentiels (aussi bien sur sites réels qu'au laboratoire).

Au laboratoire, afin de quantifier les transferts hydriques, il convient d'estimer les corrélations entre teneur en eau et potentiel de cette eau. Il s'agit donc simplement d'imposer un potentiel à l'eau interstitielle et de mesurer différents paramètres sur la roche tels que la quantité d'eau (teneur en eau) et les déformations associées par exemple. Plusieurs techniques principales (Figure 1.4) existent avec des gammes de potentiel ou de succion spécifiques ; elles sont souvent complémentaires (Delage *et al.* [DEL 00] en font une description détaillée à laquelle le lecteur pourra se reporter).




**(a) plaque tensiométrique.** **(c) contrôle osmotique.**

**(b) cellule de Richards.** **(d) phase vapeur.**

**Figure 1.4 – Exemples de méthodes usuelles pour imposer un potentiel à l'eau dans un poreux [DEL 00].**

**(a) la plaque tensiométrique consiste à mettre l'eau d'un échantillon sous tension en mettant l'échantillon au contact d'une céramique poreuse saturée d'eau et en contact avec un récipient d'eau. En jouant sur l'altitude du réservoir, la succion est ainsi déterminée. La gamme de succion est 0-80 kPa.**

**(b) la cellule de Richards est une cellule étanche dont la base repose sur une céramique poreuse immergée dans un réservoir d'eau à la pression atmosphérique. Une pression d'air supérieure à la pression d'eau est imposée. Lorsque l'équilibre est atteint, la pression est relâchée et l'échantillon est pesé afin de connaître la teneur en eau à cette succion imposée. Les succions maximales sont de l'ordre de 1,5 MPa.**

**(c) la technique osmotique se base sur l'utilisation de membranes semi-perméables et d'une solution aqueuse de molécules organiques de grande masse molaire (PEG ou polyéthylène glycol de masse molaire de l'ordre de 20 000 g/mol). L'eau peut traverser la membrane, ce qui n'est pas le cas des molécules de PEG. En jouant sur la concentration de PEG, il est alors possible d'imposer différents niveaux de succion osmotique. Les succions de 12 MPa semblent être une limite haute de cette technique.**

**(d) le contrôle des succions par vapeur d'eau consiste à placer un échantillon dans une atmosphère confinée à humidité contrôlée par la présence d'un sel en sursaturation (loi de Jurin). Les transferts s'opèrent par vapeur d'eau à la différence des méthodes précédentes, ce qui prend aussi plus de temps. Les gammes déterminées par le choix du sel employé (et dans une moindre mesure par la température de l'essai) se situent entre 2,5 MPa et une valeur haute sans limite théorique *a priori* (certainement au delà de 500 MPa).**

Nous reviendrons par la suite plus en détails sur la méthode de transfert de vapeur d'eau par solutions salines sursaturées (*cf. § 5.2*) et mise en œuvre dans nos travaux dans la *Partie IV*.

# 1.2 - Propriétés de rétention d'eau et déformations induites

Sans contrainte mécanique extérieure, il est fréquent d'observer, dans les milieux argileux, un changement de volume associé à l'état de saturation : par exemple, une prise d'eau s'accompagne souvent d'un gonflement.
Si au contraire le matériau est empêché de se déformer, une pression de gonflement est alors générée.

## 1.2.1 - Courbes de retrait et de rétention

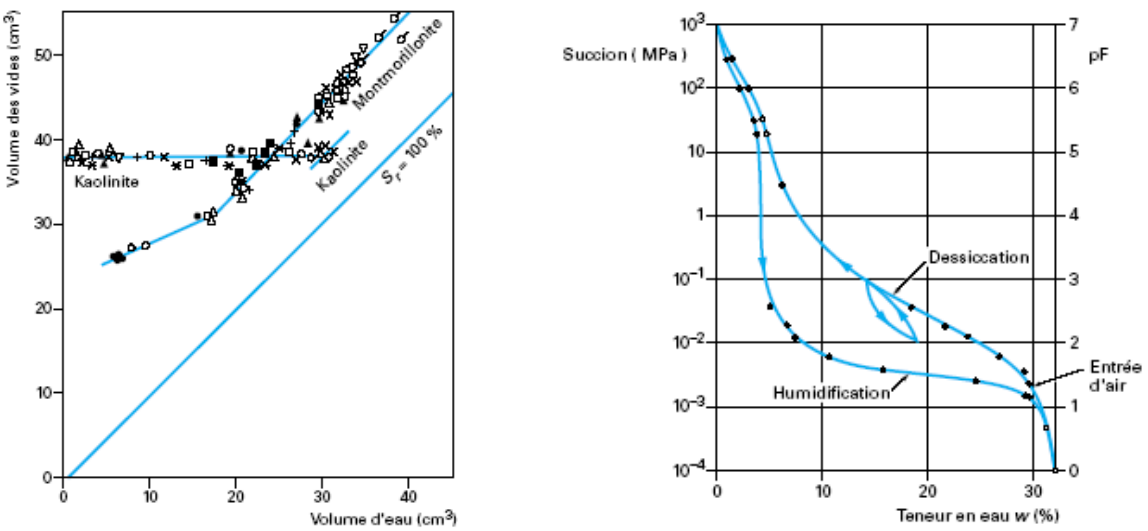
Les caractéristiques des transferts hydriques sont classiquement exprimées par les courbes suivantes :

- la **courbe de retrait** qui lie le volume des vides (estimé à partir des variations géométriques de l'échantillon) et le volume d'eau retenue[4] (Figure 1.5-a). Pour les sols, cette courbe se décompose classiquement selon deux sections de droite :
  - pour les teneurs en eau importantes, les variations volumiques équivalent aux variations de teneur en eau. La courbe est alors parallèle à la bissectrice, synonyme de retrait à volume constant. Cette partie de la courbe caractérise le **domaine saturé**.
  - pour les faibles teneurs en eau, les variations de volume spécifique sont petites voire nulles alors que la désaturation se poursuit. La rétraction maximale du squelette poreux est atteinte par contact entre les grains, assurant ainsi une certaine stabilité. Cette zone correspond au **domaine désaturé**.
  - la limite entre ces deux domaines est appelé le **point d'entrée d'air**, correspondant à la transition entre les domaines non-saturé et saturé.

  En d'autres termes, **dans le cas du drainage d'un sol saturé, dans un premier temps, une diminution de teneur en eau induit une égale variation de volume, l'échantillon restant dans le domaine saturé, puis au passage de la limite de retrait, les déformations ne compensent plus les pertes d'eau et de l'air pénétre alors dans la structure.**

- la **courbe de rétention** d'eau qui lie la succion (ou l'humidité relative) à la teneur en eau (Figure 1.5-b). A partir de cette courbe typiquement observée dans les sols argileux ou dans les argilites non-saturées [DAU 97], quelques commentaires se dégagent :
  - le chemin parcouru lors du séchage est systématiquement au dessus de celui emprunté lors de l'imbibition, traduisant ainsi une **hystérésis**.
  - l'**histoire hydrique** globale est importante car il n'y a pas de relation bi-univoque entre succion et teneur en eau. En effet, le comportement peut être qualifié d'héréditaire.

[4] La courbe de retrait peut aussi s'exprimer par la courbe masse volumique - teneur en eau.

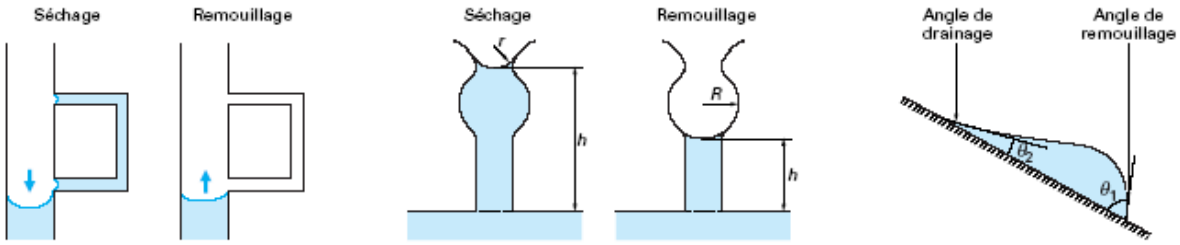



**(a) courbe de retrait (cas de deux argiles).** **(b) courbe de rétention (cas d'un sable argileux).**

**Figure 1.5 – Courbes de retrait et de rétention [DEL 00].**

**L'hystérésis visible sur la courbe de rétention est typique des milieux poreux constitués de pores de taille variable et interconnectés**. Plusieurs explications sont rapportées dans la littérature s'appuyant sur la façon dont les pores sont connectés :

- lorsqu'il existe des **connexions en parallèle** avec des capillaires petits (Figure 1.6-a) : lors du drainage, le gros pore se vide alors que le petit reste en eau (la pression capillaire étant plus grande de par son diamètre inférieur), ce qui se traduit par une teneur en eau plus grande. A l'identique lors de l'imbibition, le petit pore ne se remplit pas pour le même niveau de succion, ce qui sous-estime la teneur en eau.
- des **effets de goulot** (Figure 1.6-b) : comme nous le verrons pour les techniques de porosimétrie par intrusion de mercure, dans des cas de connexion entre gros et petits pores, le remplissage et la vidange ne s'opèrent pas à l'identique ce qui entraîne des teneurs en eau plus importantes en phase de drainage.
- les **angles de contact** dans les phases de drainage et d'imbibition sont différents (Figure 1.6-c).




**(a)** **(b)** **(c)**

**connexion en parallèle** **effet de goulot** **angle de contact**

**Figure 1.6 – Mécanismes potentiellement actifs dans l'hystérésis des courbes de rétention [DEL 00].**

### 1.2.2 - Mécanismes d'hydratation

Dans les milieux argileux, trois mécanismes principaux semblent être à l'origine des propriétés de rétention d'eau :

- l'**adsorption** des molécules d'eau sur les feuillets argileux,
- la **capillarité**,
- l'**osmose**.

Ces différents phénomènes induisent plus ou moins directement des gonflements ou des retraits volumiques. Les phénomènes se produisent à des niveaux microscopiques (feuillets, pores de taille diverse) et ont des répercussions macroscopiques.

En 1963, Van Olphen [OLP 63] propose deux types de gonflement :

- le **gonflement intercristallin** lié aux très fortes énergies d'hydratation à l'échelle des feuillets argileux par adsorption de couches d'eau supplémentaire.

- le **gonflement osmotique** lié aux ions présents dans la solution interstitielle, qui d'une part, tendent à se diluer lorsque la quantité d'eau augmente, et d'autre part, sont attirés sur les surfaces des feuillets argileux chargées électriquement. Se créent donc des hétérogénéités dans la répartition des ions, renforcées de plus par la nature des argiles et en particulier celle de leurs cations compensateurs (certaines smectites favorisent l'attraction de couches d'eau alors que ce n'est pas le cas des illites ou kaolinites, ce point étant abordé lors de la description détaillée des phases argileuses au *§ 8.1.1*).

Les phénomènes osmotiques à l'échelle des feuillets argileux ont été étudiés par différentes approches : la théorie de Gouy-Chapman ou de la double couche diffuse (comme décrit dans les travaux de Israelachvili [ISR 92]), une approche micro-macro proposée par Dormieux *et al.* [DOR 95] qui associe concentration en ions et gonflement.

D'autres phénomènes découlant de mouvements de fluide au sein du matériau et pouvant conduire à des gonflements locaux sont observés tels que par exemples, l'oxydation de la pyrite (phénomène détaillé ultérieurement) ou la dissolution-précipitation de certaines phases[5].

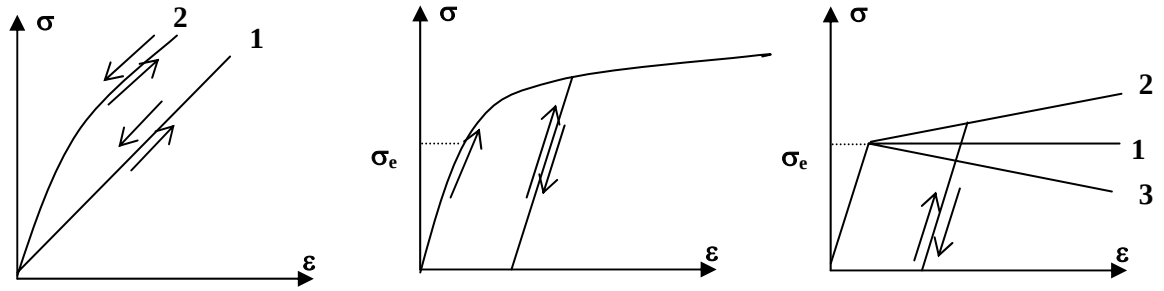
[5] A titre d'exemple, Gratier *et al.* [GRA 04] n'ont pas mis en évidence ce phénomène dans l'argilite de Meuse/Haute-Marne à court terme ; des travaux sont en cours pour investiguer des échelles de temps plus grandes.

# Chapitre 2 - Comportements mécaniques et localisation des déformations dans les roches

## 2.1 - Comportements mécaniques macroscopiques et mécanismes de déformation

Les réponses à différents types de chargements mécaniques (compressions uniaxiale ou triaxiale, traction, extension, fluage, relaxation…) couplés ou non avec d'autres sollicitations (thermique, hydrique, chimique…) permettent de définir des classes de comportement instantané et différé afin d'élaborer des critères d'usage des ouvrages.

Les grandes classes de comportement mécanique macroscopique des matériaux se distinguent à partir des relations entre contrainte et déformation, en particulier sur le critère de réversibilité des déformations. Des cycles de charge-décharge sont classiquement réalisés afin d'effectuer ce classement.
La réversibilité (Figure 2.1-a) traduit un comportement d'élasticité, linéaire ou non. Au contraire, lorsque des déformations irréversibles apparaissent pour des niveaux de contrainte moyens à élevés et au dessus de la zone d'élasticité caractérisée par la limite d'élasticité $\sigma_e$ (Figure 2.1-b), les déformations sont qualifiées de plastiques et le comportement d'élastoplastique. Ce dernier terme est ambigu : le comportement identifié classiquement de façon macroscopique peut regrouper plusieurs phénomènes physiques de déformation c'est-à-dire à la fois de la **plasticité** et de l'**endommagement**. La plasticité *stricto sensu* s'entend par l'apparition de déformations permanentes avec continuité de la matière. Ces déformations permanentes peuvent être associées à des déplacements de défauts d'empilement d'atomes (dislocation) dans des corps cristallins (comme observé dans le sel par exemple) ou à des roulements entre grains. L'endommagement correspond à une détérioration progressive du matériau sous sollicitation avec apparition et développement de nouvelles surfaces de non-adhérence.




**(a) comportements réversibles linéaire (1) et non-linéaire (2).**

**(b) comportement non-réversible.**

**(c) comportement élasto-plastique parfait (1), avec écrouissage positif ou durcissant (2), avec écrouissage négatif ou radoucissant (3).**

**Figure 2.1 – Exemples de comportements mécaniques.**

Le comportement réel des roches est souvent une combinaison des deux modes fondamentaux présentés que sont l'élasticité et la plasticité, modes auxquels se rajoute le comportement visqueux. Classiquement, on distingue les modes globaux ductile et fragile que l'on peut illustrer par les exemples suivants, sachant que des intermédiaires entre ces modes existent selon le type de roche ou les conditions d'essai (vitesse de sollicitation, confinement, conditions drainées ou non…) :

- une craie se rompt progressivement avec de grandes déformations, ce qui caractérise un **mode ductile**,
- au contraire, des granites se rompent de façon brutale avec des macro-fissures de grande taille ; le mode de rupture est qualifié de **fragile**.

Les paramètres mécaniques (résistance, modules, déformations maximales, seuil de dilatance) et les modes de rupture sont fortement variables d'une roche à l'autre, avec une dépendance par rapport à l'état hydrique dans le cas de roches poreuses et/ou comportant des phases réactives à l'eau (milieux argileux en particulier) ainsi qu'une dépendance vis-à-vis des conditions d'essai.

Les essais de compression uniaxiale sont simples de mise en œuvre et permettent d'accéder pendant l'essai à la surface de l'éprouvette, ce qui présente le fort intérêt de pouvoir suivre les évolutions microstructurales par l'intermédiaire de méthodes optiques comme mises en œuvre par la suite. L'inconvénient principal du mode uniaxial par rapport à des conditions avec confinement est une propagation plus instable des fissures présentes avant l'essai ou initiées lors du chargement, ce qui peut conduire à une certaine dispersion des résultats (au contraire, le confinement tend à stabiliser la propagation des fissures). De plus, les conditions uniaxiales ne permettent pas de prendre en compte différents taux de triaxialité, ce qui est limitant pour l'analyse du comportement mécanique des roches qui dépend le plus souvent de la pression.

Pour l'ensemble des essais réalisés au laboratoire, le comportement et les propriétés mécaniques sont identifiés à partir d'éprouvettes de dimension centimétrique ou décimétrique. Se posent alors des questions de représentativité des éprouvettes par rapport au massif dont elles sont extraites, comme en particulier :

- **la variabilité des propriétés mécaniques au sein d'un massif ou d'une formation :** certains massifs géologiques présentent des macro-hétérogénéités (fractures ou failles majeures) qui ne peuvent être contenues dans l'éprouvette. A une échelle moindre comme celle des éprouvettes de laboratoire, peuvent exister des discontinuités et hétérogénéités (composition minéralogique, micro-fissures, veines, bioclastes…) ou des directions privilégiées (stratification…). La zone et la direction de prélèvement ainsi que les dimensions des éprouvettes (ces paramètres définissent l'échantillonnage) sont donc des éléments déterminants. En effet, un prélèvement dans une zone macro-fissurée[6] ne permet pas de tester la roche intrinsèquement mais plutôt la structure "*roche intrinsèque + macro-fissures présentes*". En outre, en utilisant des éprouvettes petites au regard de la taille des grains minéraux la composant, un effet d'échelle apparaît, se traduisant par une dépendance des propriétés mécaniques vis-à-vis de la taille de l'éprouvette.
  De plus, comme nous le verrons par la suite, dans le cas du site de Bure, la seule indication "*argilite de tel site*" ne suffit pas à décrire correctement le matériau. De par la variabilité minéralogique (liée à la genèse), la roche a des caractéristiques microstructurales dépendant de sa zone de prélèvement. Ces variations minéralogiques imposent de corréler les paramètres mécaniques issus des essais avec des paramètres physiques représentatifs de la roche (phases, porosité, anisotropie structurale…).

- **le prélèvement** qui induit des traumatismes importants comme du déconfinement mécanique et des modifications physico-chimiques par mise à l'air (désaturation hydrique, oxydation, activité bactérienne …). Ces phénomènes peuvent influencer le comportement mécanique et doivent par conséquent être limités pour que l'éprouvette testée au laboratoire soit proche et représentative de la roche *in situ*.

La Figure 2.2 montre une courbe globale typique de compression dans le plan contrainte-déformation $\sigma$–$\varepsilon$ (les déformations de contraction sont systématiquement comptées positives) dans lequel sont reportées les déformations axiale, circonférentielle et volumique. Classiquement, pour la majorité des roches et des bétons, la communauté s'accorde depuis les années 1970, pour décomposer l'essai de compression en un certain nombre de domaines pour lesquels sont associés des mécanismes physiques. Cependant, ces processus physiques décrits parfois à des échelles sub-micrométriques dans le but d'expliquer le comportement macroscopique, n'ont pas systématiquement été directement mis en

[6] en supposant que la roche garde une cohésion suffisante afin de rester dans un cadre de milieu continu hors du contexte de matériau granulaire.

évidence. Nos travaux cherchent à appréhender ces mécanismes par le biais de techniques mises en œuvre conjointement à l'application de la sollicitation.

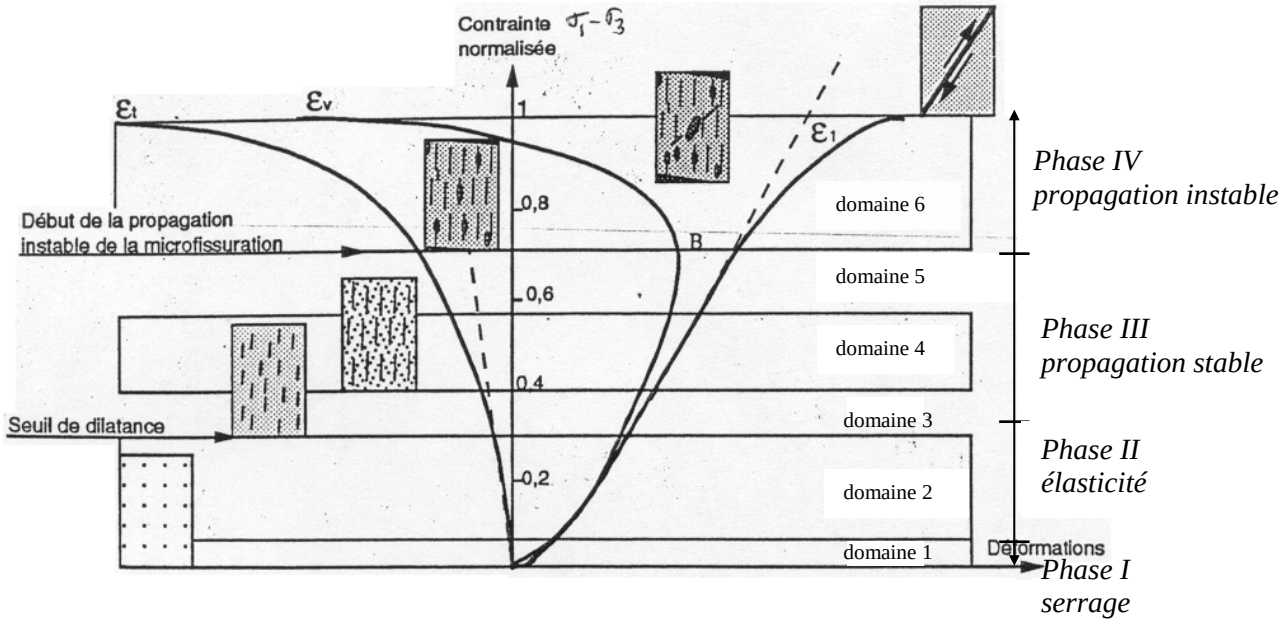



**Figure 2.2 – Phases principales de déformation lors d'un essai de compression uniaxiale monotone cité par Haïed [HAÏ 95].**

**Les déformations sont mesurées par des jauges de déformation millimétriques collées sur la surface de l'éprouvette.**

Pour chacun des domaines subdivisés classiquement, sont rapportés les comportements et mécanismes suivants :

- domaine 1 : **serrage** : le serrage se manifeste après la phase de contact et de mise en place des plateaux de compression, et éventuellement de l'écrasement de la rotule si cette dernière est utilisée pour la coaxialité de l'application de la charge. Le serrage, se produisant à un niveau faible de contrainte, se traduit par une contraction de l'échantillon correspondant à la fermeture, élastique ou non, de pores et de microfissures préexistantes dans le matériau. Le matériau tend à devenir de plus en plus rigide. La phase de serrage diminue lorsqu'une pression de confinement est appliquée au préalable.
- domaine 2 : **élasticité** : une zone d'élasticité linéaire ou non-linéaire peut s'étendre jusqu'à 40 à 50% de la résistance. La déformation volumique est contractante. Aucun processus de microfissuration (ré-ouverture de fissures pré-existantes ou création de nouvelles fissures) n'est actif. Les déformations sont attribuables à des déformations élastiques des grains et des pores. En plus des déformations élastiques des grains, dans le cas d'une phase non-linéaire, des déplacements faibles des grains surviennent avec une dissipation d'énergie associée à ce glissement, ce qui conduit à des hystérésis sur les cycles de charge-décharge [PAT 78]. La rigidité de la roche est affectée par la pression de confinement et augmente avec celle-ci.
- domaine 3 : **seuil de microfissuration** : généralement entre 30 et 60 % de la résistance, l'accroissement de la contrainte déviatorique entraîne l'apparition des premières fissures (amorçage et propagation stable), ce qui se traduit par une dilatance (visible aussi sous confinement).
- domaines 4 et 5 : **microfisuration** : la microfissuration s'intensifie avec création de nouvelles fissures et propagation/coalescence de fissures. Le confinement tend à propager les fissures de manière plus stable qu'en conditions uniaxiales.
- domaine 6 : **propagation instable de la fissure** : cette phase, se situant dans le quart supérieur de la courbe de compression jusqu'au pic de rupture, correspond à une propagation instable de la microfissuration. Les déformations dans l'éprouvette deviennent fortement inhomogènes et localisées.

- domaine 7 : **post-pic** : le domaine post-pic prend tout son sens en conditions triaxiales et correspond à de l'endommagement progressif, initié par un mode en cisaillement menant à l'effondrement total de la roche. Cet effet post-pic est fréquemment observé sur les bétons avec une dépendance vis-à-vis de sa composition (en particulier du rapport eau/ciment) [BUR 05].

A partir de ces sept domaines, nous définissions quatre phases principales (Figure 2.2) qui se rapportent successivement au **serrage**, à l'**élasticité**, à l'**initiation et la propagation stable des fissures** et enfin la phase de **propagation instable** menant à la ruine.

Ainsi à partir de leur teneur en eau et de leur module d'élasticité en compression, les roches argileuses sont classiquement distinguées en deux groupes de matériaux :

- les **argiles plastiques**, en général de faible profondeur, de teneur en eau supérieure à 10% et de module de Young n'excédant pas 500 MPa,
- les **argiles raides** de teneur en eau moindre (1-10%) et de module de Young supérieur à 2 000 MPa. Se situent dans cette catégorie, l'argilite de Meuse/Haute-Marne ainsi que celle de Tournemire à laquelle il est fait référence dans nos travaux.

La provenance, la teneur en eau et le module de Young (perpendiculaire à une éventuelle stratification) de quelques roches argileuses françaises et belge, ayant fait l'objet d'études plus ou moins récentes, sont données en Figure 2.3.

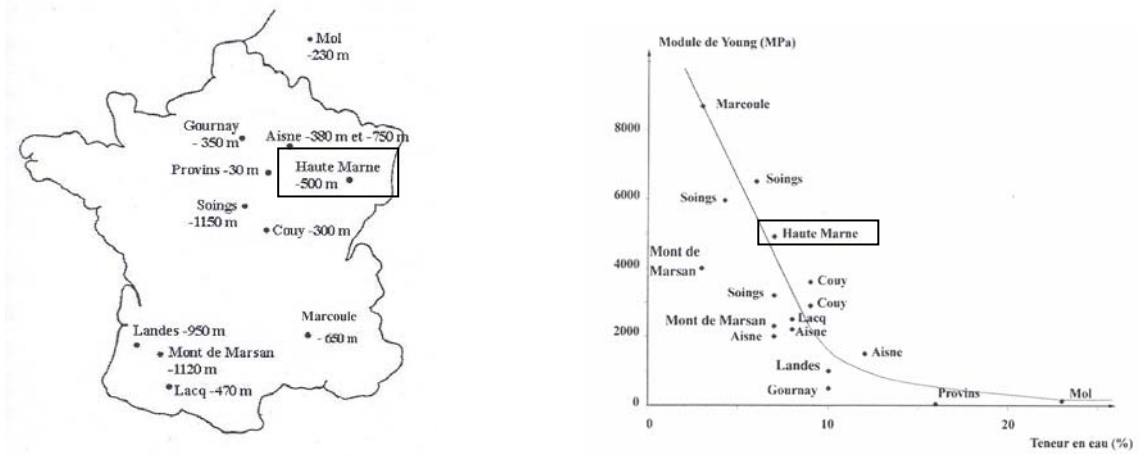



**Figure 2.3 – Provenance et courbe module de Young – teneur en eau pour quelques argiles profondes [HOM 00].**

# 2.2 - Rupture en mode localisé

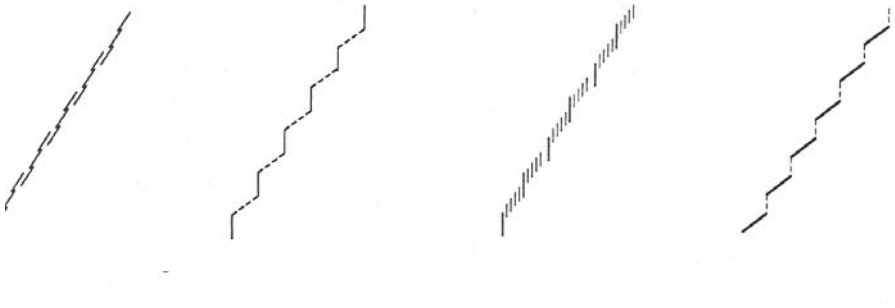
A partir des éléments précédents établis macroscopiquement, un phénomène de fissuration est défini sans que soient spécifiés des paramètres des micro-fissures (morphologie, énergie …). Cependant, sont mis en évidence des modes de localisation des contraintes, des déformations ainsi que de la micro-fissuration.
Dans ce paragraphe, nous nous attachons à décrire quelques phénomènes de localisation fréquemment rencontrés dans les roches, ainsi que les techniques et méthodes disponibles pour les identifier.

## 2.2.1 - Modes de fissuration, localisation

La fissuration se met en place au cours du chargement à partir d'un certain seuil (*phase III* de la Figure 2.2) et conduit progressivement à la ruine de l'éprouvette.
Le processus de micro-fissuration dépend des concentrations de contrainte à une échelle locale qu'il convient de préciser. Le développement de ces micro-fissures est directement influencé par les hétérogénéités locales (pores, certaines phases solides, micro-fissures pré-existantes…) et par l'organisation des différentes phases (orientations privilégiées, morphologie…). Dans le stade ultime de déformation avant rupture, l'augmentation de la quantité des espaces ouverts dans la roche se poursuit avec une compétition entre la propagation des "*vieilles*" fissures ouvertes dans les stades précédents et la création de nouvelles fissures. De plus, outre la densité et la taille des micro-fissures, l'orientation de celles-ci par rapport à la direction de la contrainte principale majeure joue un rôle déterminant comme le font remarquer Brace *et al.* [BRA 66].

Malgré toutes les précautions expérimentales prises pour effectuer un chargement macroscopique homogène, la distribution spatiale des nouvelles micro-fissurations devient hétérogène, avec une forte localisation dans un espace de petite taille comme le souligne Wong [WON 82]. Par exemple, dans le cas d'un granite soumis à une compression triaxiale (confinement de 250 MPa), cet auteur a mis en évidence, par observations au microscope électronique à balayage (lame mince), d'une part, une zone très fine, de densité élevée de fissures (enchevêtrées et orientées de 15 à 45° par rapport à l'axe de chargement), et d'autre part, des fissures isolées coaxiales au chargement. D'une façon plus générale, les études et les observations disponibles dans la littérature s'accordent pour incriminer le **processus de localisation spatiale de la micro-fissuration dans le mode de rupture fragile, fréquemment observé dans les roches**. Les plans de rupture visibles macroscopiquement après essai sont généralement inclinés par rapport à la contrainte principale, ce qui laisse supposer l'existence d'une ou plusieurs bandes macroscopiques de cisaillement avant la rupture.

D'une façon générale dans le phénomène de fissuration, il est d'usage de considérer trois modes élémentaires (tout autre s'en déduisant par combinaison). Ces trois modes sont désignés par I, II et III : le mode I est associé à une traction perpendiculaire au plan de la fissure, ce qui traduit un mode d'ouverture ; les modes II et III sont des modes de cisaillement respectivement perpendiculaire et parallèle au fond de la fissure.
Plus localement, certains auteurs suggèrent que les fissures sont, dès leur apparition, le **résultat d'une traction locale**, qu'elles sont de petite dimension et disposées en échelons parallèlement à la contrainte majeure avec possibilité de chevauchement. Peng et Johnson [PEN 72] ont suggéré l'hypothèse de "*colonettes*" délimitées par des fissures axiales, et soumises à des efforts de flexion dans les stades ultimes au moment de la rupture conduisant à des fissures de liaison reliant les "*vieilles*" fissures axiales. Ce scénario est corroboré par les observations citées précédemment de Wong (modes I et II). Haïed [HAI 95] propose divers scénarii d'intensification de la fissuration et de connexions entre les micro-fissures initiées dans la *phase III* de la Figure 2.2, selon leur orientation (Figure 2.4).



**(a)** **(b)** **(c)** **(d)**

**Figure 2.4 – Scénarii de liaison entre fissures proposés par Haïed [HAI 95].**

**(a) : les premiers stades de fissuration ont créé des fissures de traction petites et peu inclinées par rapport à l'axe vertical de sollicitation. Du cisaillement se développe entre ces fissures et des coalescences de fissures s'opèrent dans la direction des fissures initiales.**
**(b) et (d) : des fissures axiales ou inclinées se regroupent en réseau et des fissures de liaison joignent les fonds des fissures principales, provoquant la formation de colonnettes ou des bandes locales de concentration de déformation et de fissures.**
**(c) : il s'agit de fissures axiales formant par déplacement latéral un réseau de fissures connectées en échelons.**

Afin d'appréhender le comportement d'un ouvrage sur le long terme dans le cadre de la Sûreté Nucléaire, il convient de détecter les mécanismes de fissuration et leurs domaines d'apparition en fonction du chargement exercé. Dans le cas d'une excavation souterraine à grande profondeur, Bérest *et al.* [BER 79] font la remarque que le seul dépassement de la limite d'élasticité n'est pas inconciliable avec la stabilité d'un ouvrage, l'apparition d'écaillage en paroi pouvant être compatible avec les conditions d'utilisation. Dans le cas d'un ouvrage destiné au stockage des déchets radioactifs, les conditions d'utilisation sont très particulières car vis-à-vis de la Sûreté Nucléaire, l'étanchéité doit être préservée.
Le **seuil de localisation** des déformations marque la transition d'un mode de micro-fissuration diffuse à un mode de fissuration localisée, initiant la rupture. A la différence d'autres classes de matériaux, les roches ont dans leur état "*naturel*" non-contraint, un ensemble de discontinuités à des échelles diverses (de la faille régionale d'un massif à des micro-fissures à l'échelle sub-micrométrique), qui jouent un rôle important dans le comportement du matériau. Ceci pose les problèmes évoqués précédemment de l'échantillonnage des éprouvettes de laboratoire, mais induit aussi une difficulté supplémentaire pour distinguer les micro-fissures "*intrinsèques*" de celles consécutives au chargement mécanique.

Finalement, la littérature met en évidence la complexité du **comportement fragile** d'une roche associé aux mécanismes de micro-fissuration, depuis l'amorçage jusqu'à la coalescence finale et catastrophique des fissures. Diverses théories cherchent à prédire le comportement mécanique de tels matériaux comme la mécanique de l'endommagement, la mécanique de la rupture ou la théorie de la bifurcation. Cette dernière à travers à la fois des travaux anciens et actuels cherche à décrire la localisation des déformations et des discontinuités associées ; sans être exhaustif, citons par exemple les travaux fondateurs d'Hadamard en 1903, de Hill en 1961 et de Mandel en 1964, ainsi que les travaux de Rudnicki et Rice en 1975 [RUD 75] qui proposent une formulation quasi-statique de la théorie de la localisation des déformations pour une application aux géo-matériaux.

### 2.2.2 - Détection expérimentale

La mise en évidence expérimentale des localisations des déformations et de la fissuration, a pour objectifs l'identification des mécanismes d'émergence des bandes de localisation et des paramètres caractéristiques de ces bandes (position, épaisseur, distribution spatiale vis-à-vis de la microstructure, orientation).

La littérature montre qu'un grand nombre de techniques ont été utilisées, chacune apportant des informations spécifiques et complémentaires. Ces techniques peuvent fournir des mesures directes ou indirectes, être destructives ou non, et être simultanées ou non au chargement (dans ce dernier cas, il convient alors d'arrêter l'essai ou de le démonter pour pratiquer la mesure). Nous décrivons très sommairement quelques techniques employées dans des essais sur roches (pour plus de détails sur chacune d'elles, le lecteur pourra se reporter aux travaux de Haïed [HAI 95]).

a - Observations directes de la micro-fissuration

Une manière directe de mettre en évidence la micro-fissuration consiste à faire des **observations microscopiques** à partir de lames minces ou sur des **répliques** (empreinte). Les surfaces investiguées peuvent être soit les surfaces extérieures de l'éprouvette, soit des surfaces sur des découpes prélevées dans le volume de l'éprouvette. Ces deux techniques destructive pour la première et non destructive pour la seconde (du moins dans le cas de répliques sur surfaces extérieures) nécessitent d'arrêter ou de démonter l'essai. Le déchargement ainsi que l'usinage des lames minces peuvent induire des artefacts (micro-fissurations supplémentaires ou au contraire refermeture des micro-fissures induites). L'arrêt de l'essai pour pratiquer des répliques est souvent associé à une relaxation, ce qui peut aussi induire des modifications microstructurales qui s'ajoutent à celles que l'on souhaite observer.

D'autres techniques plus lourdes de mise en œuvre et détaillées ultérieurement (Chapitre 4) existent comme les observations sous tomodensitométrie (scanner de type médical) ou sous faisceau synchrotron (ESRF à Grenoble ou dans un futur proche, SOLEIL à Saclay) permettant d'observer les champs de déformation sous chargement et en volume, comme le montrent les deux exemples suivants :

- des observations au scanner médical ont permis, sans découpe, de mettre en évidence un mode de fissuration hélicoïdal (Figure 2.5) dans une structure de type tube épais, soumise à un confinement externe et à une pression interne variable [VAL 03].
- sur de la marne de Beaucaire, Viggiani *et al.* [VIG 94] ont réalisé des coupes tomographiques simultanément à un chargement triaxial, à différents niveaux de déformation macroscopique et à deux hauteurs d'une éprouvette. Ils observent une localisation de la déformation structurée à la fois en petites bandes de localisation dilatantes et en fissures ouvertes. Ces bandes (de 40 à 50 µm d'épaisseur) apparaissent très concentrées, sans densité de fissures décelables[7] autour de celles-ci.

[7] Sur la ligne ID15 utilisée dans les travaux de Viggiani *et al*., la résolution d'un élément cubique volumique est de $14\times14\times14\mu m^3$.

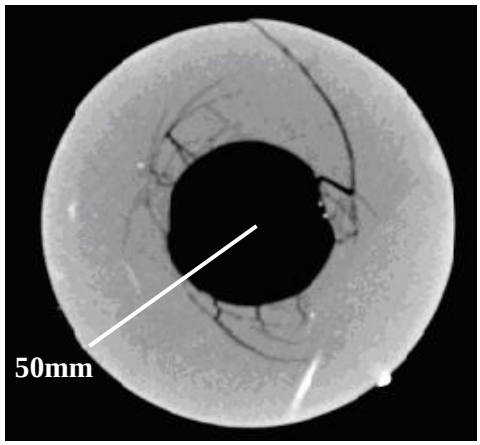



**Figure 2.5 - Observation au scanner médical d'une éprouvette tube épais après essai [VAL 03].**

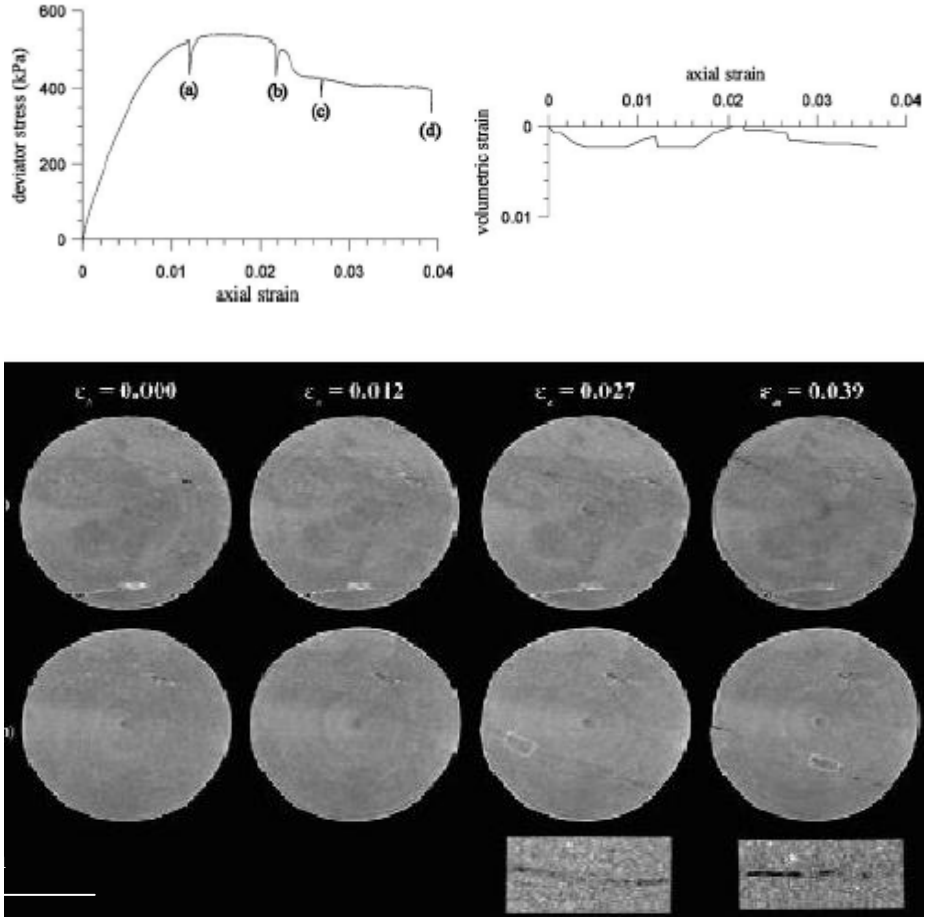



**Figure 2.6 – Courbe $\sigma$–$\varepsilon$ et coupes reconstruites en *2D* dans un essai triaxial sur de la marne de Beaucaire [VIG 94].**

b - Mesures quantitatives volumiques

Un grand nombre de grandeurs physiques de nature différente peut être mesuré continûment au cours du chargement, et leurs évolutions peuvent être associées à des modifications microstructurales au sein du matériau.
Par exemple (Figure 2.7), Paterson [PAT 78] associe aux différentes phases d'un essai de compression, des évolutions de grandeurs physiques (déformation volumique, émission acoustique, célérité des

ondes élastiques, conductivité ou résistivité électrique, propriétés de transport telles que la perméabilité à l'air). Dans le même esprit, Thomas [THO 95] et Luong [LUO 02] proposent un traitement spécifique de l'auscultation dynamique en ne considérant pas une description linéaire des célérités mais en quantifiant la non-linéarité de la propagation des ondes en fonction du chargement ; ces deux auteurs ont mis en œuvre cette méthode dans les cas d'un grès [THO 95] et d'une argilite [LUO 02] afin de quantifier précocement l'apparition de la fissuration.

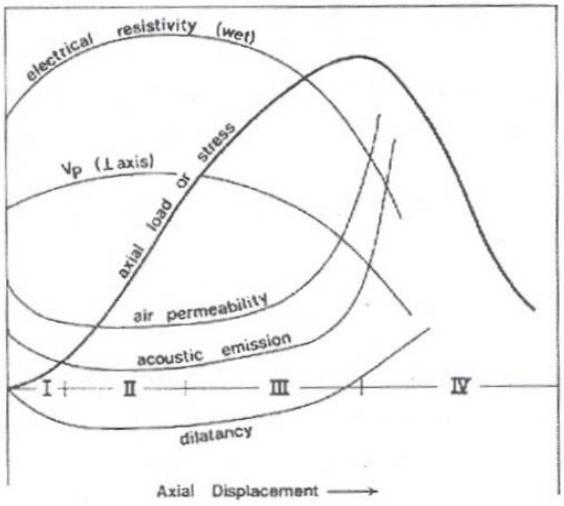



**Figure 2.7 – Evolutions de différentes propriétés physiques au cours des quatre phases associées à un essai triaxial sur une courbe force-déplacement [PAT 78].**

**Les évolutions des grandeurs présentées apportent des informations spécifiques et complémentaires sur les mécanismes de micro-fissuration tels que la nucléation des micro-fissures (début de la *phase III*, se traduisant par une activité acoustique croissante et une diminution des célérités acoustiques), la propagation stable de ces fissures (à partir du seuil de dilatance visible sur la courbe des déformations volumiques) et le seuil de localisation (début de la propagation instable de la fissure).**

L'**émission acoustique** est la manifestation de la traduction en signaux acoustiques de déformations locales irréversibles (maclage, fissuration …). La capture (sur une surface d'éprouvette) des évènements acoustiques actifs dans la globalité du volume de l'éprouvette n'est possible qu'à la condition que les signaux émis aient une énergie suffisante au regard de l'atténuation du milieu dans lequel elles se propagent. La localisation de la source émettrice est possible si le nombre de capteurs est suffisant (trois au minimum en théorie dans le cas d'un matériau isotrope).
La littérature est abondante sur la localisation dans les géomatériaux, sous des chargements très divers (compression monotone ou cyclée, fluage, traction). Plusieurs études (Scholz [SCHO 68], Lockner et Byerlee [LOC 92]) ont mis en évidence que, lors d'une compression, les sources acoustiques étaient inexistantes jusqu'à 50% du pic, puis assez aléatoires jusqu'à 85-90% du pic et enfin au delà, les sources se concentrent exactement dans la zone où une bande de cisaillement se matérialise.
Au delà du simple dénombrement et de la localisation spatiale des sources, certains auteurs proposent des traitements des salves acoustiques dans le but de discriminer les signaux en fonction de leurs caractéristiques. Cette démarche permet ensuite d'associer à des classes de signaux, des mécanismes actifs. Ce point est abordé lors de la présentation de la chaîne de mesure et des *post*-traitements que nous avons employés (*Chapitre 6*).

c - Mesures quantitatives surfaciques

La surface extérieure d'une éprouvette sollicitée permet d'extraire des informations sur les modes de déformations. Des champs de déplacement et de déformation sont alors calculés par des techniques plus ou moins locales. Deux types de méthodes sont disponibles : d'une part, les mesures classiques par jauges de déformation collées, et d'autre part, des méthodes de champ (stéréophotogrammétrie, holographie, corrélation d'images …) qui traitent les images acquises au cours de chargement.

Les mesures de déformations classiquement usitées par **jauges de déformation** collées fournissent des indices sur le seuil de localisation. En effet, leurs évolutions sont sensibles à la dilatance, particulièrement pour les déformations orthoradiales. Il est communément admis que la déformation orthoradiale ainsi que la déformation volumique (estimée à partir des jauges axiale et orthoradiale) deviennent hétérogènes avec la naissance de bandes de cisaillement. L'inconvénient majeur de cette méthode est le fait que les mesures par jauges sont à la fois macroscopiques par rapport aux phases constitutives et locales par rapport à la globalité de l'éprouvette. De plus, elles sont peu fiables au delà de 1,5 à 2% de déformation (décollement) et dépendantes du choix de l'opérateur pour leur positionnement.

La **stéréophotogrammétrie** décrite par Desrues [DES 84], dont le principe consiste à recréer le relief de l'objet à partir de deux vues de cet objet avec des angles différents, a été appliquée avec succès sur un matériau granulaire (sable) en conditions biaxiales. Tillard [TIL 92] a utilisé cette méthode sur la marne de Beaucaire, roche argileuse cohérente et tendre. La Figure 2.8 illustre des mesures de champs de déplacement, de déformation et de saut de déplacement le long des fissures pour deux états de chargement proches du pic de résistance en mode uniaxial. Les fissures apparaissent multiples, en échelons et non reliées entre elles. La déformation est concentrée dans le prolongement des fissures. Les fissures semblent obéir à un mode de cisaillement, sans mode d'ouverture.

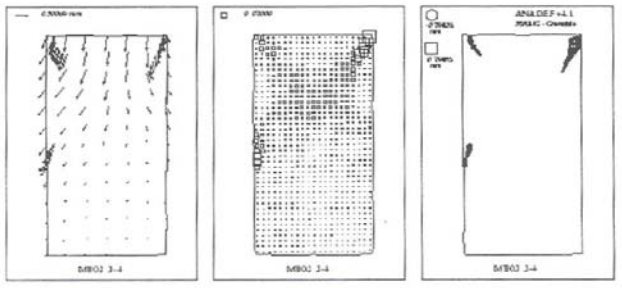
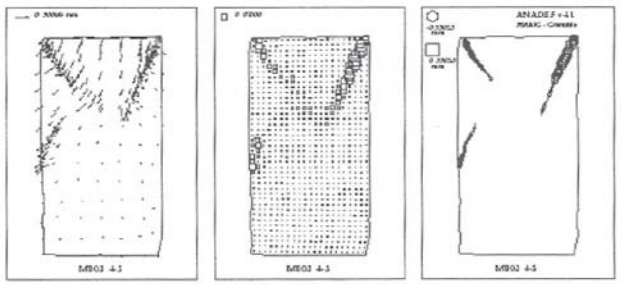
| | champ de déplacement | champ de déformation | composante tangente du saut de déplacement le long des fissures |
|---|---|---|---|
| juste avant le pic de contrainte axiale |  | | |
| juste après le pic de contrainte axiale |  | | |

**Figure 2.8 – Dépouillement stéréophotogrammétrique sur la marne de Beaucaire [TIL 92].**

**A deux intervalles de chargement uniaxial, sont représentés les champs de déplacement, de déformation et la composante tangente du saut de déplacement le long des fissures.**

L'**holographie optique** est une technique analogique ancienne qui utilise la diffraction des ondes émises par une source lumineuse et réfléchies sur la surface de l'éprouvette à partir d'une source lumineuse. Par interférométrie, les franges de par leurs positions, leurs formes et leurs épaisseurs, renseignent sur le champ de déformation. Sobolev *et al*. [SOB 78] ont utilisé cette technique au cours d'un essai de compression sur une pyrophyllite en mesurant en parallèle les célérités des ondes acoustiques. Les modes de déformation menant à la rupture sont présentés en quatre étapes (Figure 2.9) :

- étape I : la déformation est homogène et la célérité augmente du fait de la compaction.
- étape II : les déformations se localisent macroscopiquement en croix et les célérités diminuent. Les auteurs associent cette phase à une micro-fissuration quasi-isotrope.
- étape III : le niveau des déformations augmente avec une localisation sur une bande étroite, positionnée sur la croix initiale, et les célérités augmentent de nouveau.
- étape IV : une macro-fracture est visible, associée à des fissures plus petites en échelon, l'ensemble restant positionné dans les zones précédentes de localisation.

Cet exemple montre que, dans ce cas, une localisation des déformations se met en place très tôt et conduit à de la micro-fissuration localisée sur les mêmes zones.

**f : force**
**V : célérité des ondes acoustiques**

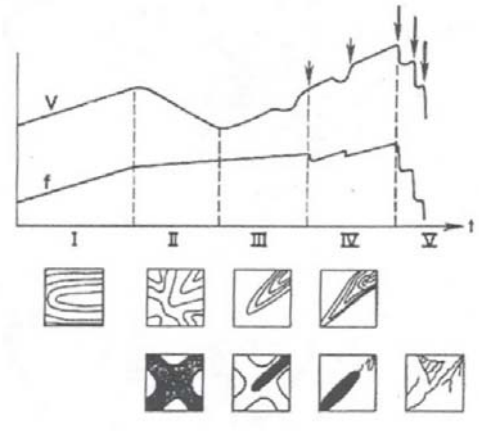



**Figure 2.9 – Suivis holographiques et évolutions de la force et des célérités en fonction du temps au cours d'un essai de compression [SOB 78].**

**Les carrés supérieurs représentent des hologrammes idéalisés ; les carrés inférieurs se réfèrent aux développements des fractures macroscopiques.**

Une autre technique d'extensométrie optique consiste à comparer des images de la surface à différents états de chargement. Cette comparaison peut se faire par **corrélation d'images** afin de fournir les champs de déplacements et de déformation. Les images classiquement acquises par des moyens d'imagerie optique ou par microscopie électronique à balayage (MEB) permettent d'obtenir des champs de déformation *2D* à des échelles plus ou moins locales. Dans le but de comparer les images entre elles, il faut que celles-ci comportent un certain contraste en terme de niveaux de gris. Si la microstructure ne permet pas d'avoir un contraste satisfaisant à l'échelle d'observation souhaitée, il convient alors de réaliser un marquage de surface par un mouchetis contrasté accompagnant le mouvement. Bornert *et al.* [BOR 01] ont réalisé des essais sur l'argilite de Meuse/Haute-Marne en réalisant des mesures de déformations par corrélation d'images obtenues par méthodes optiques. Sur une autre roche (un gabbro, composé de plagioclases et pyroxènes), Xu *et al.* [XU 05] ont réalisé des essais de compression uniaxiale en y associant des mesures d'émission acoustique et de mesure de déformation à partir de quelques images acquises sur la surface recouverte d'un mouchetis (la taille d'un pixel étant de l'ordre de 28 µm). A travers ces deux exemples de travaux récents qui utilisent des images acquises avec des intervalles de déformation importants entre deux images successives (typiquement 10 images sur la totalité de l'essai), la corrélation effectuée ensuite entre ces images est entachée d'erreurs de par des évolutions trop grandes des états de surface et du niveau des déformations entre deux images successives. De plus, dans certains cas, le marquage se décolle pour des niveaux importants de déformation.
Récemment, des images obtenues en tomographie par rayons X ont été traitées par corrélation d'images, ce qui permet de reconstituer les champs de déformation *3D* [LEN 06].

Nous reviendrons plus en détails sur les résultats récents obtenus sur des argilites par corrélation d'images (Chapitre 12).

# 2.3 - Comportement hydro-mécanique

La détermination des paramètres d'une loi de comportement se fait généralement à partir d'essais en laboratoire sur des échantillons de taille décimétrique. La réponse mécanique macroscopique intègre un ensemble de mécanismes actifs *a priori* à diverses échelles inférieures à la dimension de l'échantillon. Une loi de comportement établie à l'échelle de l'échantillon intègre implicitement l'ensemble des phénomènes actifs aux échelles inférieures mais ni ne les décrit, ni ne les paramétrise de façon explicite. Fréquemment, une loi de comportement macroscopique fait intervenir des paramètres mesurés macroscopiquement comme les mesures de déplacement par capteurs décimétriques de déplacement ou les déformations par des jauges centimétriques. De plus, l'extrapolation d'une loi établie à une échelle ne peut pas forcément être transposée aux échelles supérieures (massif ou ouvrages par exemple).

Généralement composées d'éléments de nature et de morphologie différentes, les roches apparaissent comme un composite formant une structure avec un comportement mécanique hétérogène et dans certains cas, anisotrope. Le comportement mécanique global résulte à la fois des comportements mécaniques de chaque phase homogène et de l'organisation de ces phases (morphologie, répartition spatiale, interface…). Les comportements locaux ainsi que l'organisation spatiale peuvent évoluer au cours du temps sous l'effet de sollicitations thermo-hydro-mécaniques (comme par exemple, une réorientation des grains …).

La modélisation du comportement des matériaux hétérogènes peut être abordée par différentes approches suivant le cadre théorique adopté ainsi que l'échelle ou les échelles choisies.
A l'échelle macroscopique, l'**approche phénoménologique** définit des fonctions d'états afin de décrire le comportement global du matériau, les paramètres étant identifiés expérimentalement. Ce type d'approche ne prend pas en compte les variabilités du comportement local, ne décrit et n'intègre pas les mécanismes microstructuraux à l'origine de la déformation macroscopique. Une approche classiquement utilisée pour les matériaux poreux dans les domaines saturés et non saturés, est la **poromécanique** qui introduit le concept de "*contraintes effectives*", présenté par la suite.
Au contraire, à l'échelle microscopique, il s'agit de décrire les mécanismes microstructuraux responsables de la déformation locale et activés par la sollicitation macroscopique, afin d'exprimer le comportement mécanique local et d'en déduire le comportement global moyenné du matériau. Cette démarche est désignée par **approche micromécanique**. Elle peut aussi être introduite dans les concepts de la poromécanique.

Par la suite, nous précisons les démarches mises en œuvre par les deux grands types d'approches précédentes. Notre but n'est pas de les expliciter en détails mais plutôt de mettre en avant leurs apports mais aussi les difficultés d'obtention de données d'entrée en particulier expérimentales. C'est à partir de ces considérations que nous avons orienté la démarche expérimentale de nos travaux.

## 2.3.1 - Poromécanique et concept de contraintes effectives

Le comportement des milieux poreux a fait l'objet de nombreux travaux afin de dégager à la fois un formalisme d'écriture et un certain nombre de théories. En particulier, la notion de **contrainte effective** est une notion fondamentale en poromécanique. Ainsi, en 1923, Terzaghi postule que la contrainte totale exercée $\underline{\underline{\sigma}}_T$ est répartie et supportée en partie par la structure granulaire et en partie par la pression du fluide $P_{liq}$ des pores. Le tenseur de contrainte effective $\underline{\underline{\sigma'}}$ est celui appliqué aux grains solides et non supporté par le fluide, selon :

$$\underline{\underline{\sigma'}} = \underline{\underline{\sigma}}_T - P_{liq}.\underline{\underline{I}}$$

avec $\underline{\underline{I}}$ le tenseur identité.

Cette expression est valide pour les sols saturés. Lorsque le milieu est non saturé, coexiste en plus des phases solide et liquide, une phase gazeuse à la pression $P_{gaz}$. Bishop [BIS 59] propose alors la formulation suivante :

$$\underline{\underline{\sigma'}} = \underline{\underline{\sigma_T}} - [(1-\chi).P_{gaz} + \chi .P_{liq}].\underline{\underline{I}}$$

Le paramètre $\chi$ est donné comme variant entre 0 et 1 et est directement associable au degré de saturation du matériau. Dans cette expression, les actions des fluides liquide et gazeux sont identiques, pondérées par une loi des mélanges.

Cette expression et en particulier le paramètre $\chi$ ont été contestés, ce qui a conduit à la reformulation proposée par Bishop et Blight [BIS 63] :

$$\underline{\underline{\sigma'}} = \underline{\underline{\sigma_T}} - P_{gaz} .\underline{\underline{I}} + f(P_{gaz} - P_{liq}).\underline{\underline{I}}$$

avec $f$ une fonction à déterminer expérimentalement.

La différence de pression $P_{gaz} - P_{liq}$ correspond à la pression capillaire ou succion comme décrit au *Chapitre 1*.

Biot puis Coussy [COU 91] introduisent une approche énergétique du comportement des milieux poreux dans le cadre du concept de contraintes effectives. Ainsi, si le comportement d'un matériau poreux isotrope est réversible linéaire et si les perturbations sont petites, il existe une contrainte effective :

$$\underline{\underline{\sigma'}} = \underline{\underline{\sigma_T}} - b\, P_{liq}.\underline{\underline{I}}$$

$b$ est le coefficient de Biot. La contrainte effective n'est donc pas la contrainte différentielle $\sigma_T - P_{liq}$. Le coefficient de Biot vaut :

$$b = 1 - K/K_s$$

où $K_s$ est le module d'incompressibilité du solide sans pore et $K$ le module d'incompressibilité du squelette (roche avec pores) ou module drainé. On a $K \leq K_s$ si bien que le coefficient de Biot, nombre adimensionnel, est inférieur ou égal à 1.
Dans le cas d'un squelette déformable incompressible, $b$ est égal à 1 et l'expression de Biot est équivalente à celle de Terzaghi.

La mesure du coefficient de Biot n'est pas aisée sur les argilites. La difficulté est inhérente à la définition d'une composition de la solution de saturation. Certains auteurs proposent d'utiliser une solution obtenue par mise en équilibre d'eau (pure) et de broyats de roche, "*vieillie pendant un mois*" afin que le liquide soit en équilibre chimique avec la roche sous forme pulvérulente. Ainsi, Vincké *et al.* [VIN 98] ont mesuré des coefficients de Biot entre 0,4 et 0,8 selon le confinement imposé.
Dans le cas des argilites, la notion de pression de pore reste un problème ouvert, ce qui a des répercussions sur la validité du concept de contraintes effectives, d'autant plus que, en présence d'eau, des phénomènes chimiques ou osmotiques peuvent se rajouter.

L'expression de Coussy introduit la condition de réversibilité linéaire : dans le cas des argiles et des argilites, cette condition n'est pas respectée. Des études [CHAT 98] cherchent à définir des adaptations et des extensions afin d'utiliser les concepts des contraintes effectives pour ce type de matériau.

La théorie classique de la poromécanique au sens de Biot prend en compte dans la modélisation, différents phénomènes tels que les déformations induites par la variation de pression interstitielle, les variations de pression interstitielle avec la contrainte moyenne appliquée ou la sensibilité de la réponse en déformation avec la vitesse de chargement. Ghassemi *et al.* [GHA 98] montrent que ce cadre théorique dans le cas des argilites ne peut considérer les phénomènes que sont les interactions physico-chimiques entre particules argileuses et solutés, ainsi que l'adsorption d'eau par les phases argileuses. Par cette approche, **l'eau constitue la phase interstitielle paramétrée par sa pression**.

### 2.3.2 - Homogénéisation

Le passage du "*microscopique au macroscopique*" (avec des possibles échelles intermédiaires) a pour but de déterminer les propriétés mécaniques macroscopiques à partir de la connaissance des propriétés microscopiques.
Cette approche d'homogénéisation peut typiquement être déroulée selon les trois étapes suivantes :

- **description de la microstructure**, en particulier de la nature et la répartition des phases,
- détermination des **lois locales de comportement** avec une description quantitative phase par phase,
- résolution de **changement d'échelle** afin d'en déduire la loi de comportement macroscopique.

L'ensemble de ces informations constitue les données d'entrée de différents modèles dits micromécaniques, qui permettent d'approximer le comportement global.
Les deux premières étapes présentent certaines difficultés expérimentales telles que la description en trois dimensions de la microstructure ainsi que la détermination des lois locales de comportement. Le changement d'échelles est une étape délicate qui vise à l'expression du comportement du milieu équivalent.
Ces difficultés peuvent expliquer le peu de travaux disponibles par cette approche dans le cas des argilites.

# Synthèse de la Partie I

Dans une roche argileuse, l'état de l'eau est conditionné par les processus d'hydratation que sont l'adsorption, la capillarité et l'osmose. La succion qui est équivalente à une pression permet de décrire l'état énergétique de l'eau dans les pores. **L'état de succion est déterminé par la connaissance des pressions partielles de l'eau** ou en d'autres termes par la connaissance de l'humidité relative. Appliquer une pression de liquide à l'intérieur d'un échantillon est très difficile dans le cas des argilites de par leurs faibles tailles de pores et leur très faible perméabilité ; ainsi il est équivalent et plus facile d'imposer une hygrométrie ambiante. De plus, dans le cas de l'application aux phénomènes de désaturation dans les ouvrages souterrains, ce mode d'échange est plus directement représentatif de la ventilation des galeries. Ainsi, la méthode des solutions salines sur-saturées permet aisément de contrôler des humidités relatives connues et donc d'imposer des transferts hydriques par échange de vapeur d'eau. **Les différents mécanismes d'hydratation et de déshydratation ont des conséquences sur la microstructure des matériaux poreux**. Par la suite, le *Chapitre 10* rassemble les particularités des transferts hydriques sur les matériaux argileux en termes d'évolutions des paramètres physiques et microstructuraux.

L'analyse de la réponse du matériau à une sollicitation mécanique en termes de localisations des déformations, de l'endommagement et de la rupture, permet d'identifier les mécanismes actifs à différentes échelles spatiales. Cette approche qui s'inscrit dans une **démarche micromécanique,** a pour vocation d'être déductive c'est-à-dire avec un pouvoir de prédiction plus grand que les approches phénoménologiques qui intègrent moins de processus physiques.
De façon générale**, le comportement mécanique global des roches est une combinaison entre les modes ductile et fragile** ; pour une même roche, ce mode est fortement dépendant de l'état hydrique d'où la notion de **fort couplage entre l'état hydrique et le comportement mécanique**.
Nous avons décrit brièvement un certain nombre de techniques qui permettent de quantifier au cours d'une sollicitation mécanique, les déformations et l'endommagement. Dans le *Chapitre 12*, nous détaillons les résultats récents de la littérature établis spécifiquement sur les argilites.

# Partie II
# Méthodes et techniques expérimentales

# Partie II
# Méthodes et techniques expérimentales

Les techniques et les démarches expérimentales mises en œuvre dans nos travaux sont présentées de façon détaillée dans cette *Partie*. Autant que possible et sans trop alourdir le texte, nous rappelons les principes physiques sur lesquels se fondent ces techniques et mentionnons quelques travaux récents les ayant mises en œuvre sur des argilites ou matériaux similaires.

Après avoir défini les paramètres physiques caractéristiques (*Chapitre 3)*, sont détaillées les diverses **techniques d'observations directes de la microstructure à différentes échelles** (*Chapitre 4*) ainsi que les techniques d'**investigation indirecte du réseau poral** (*Chapitre 5*). Dans ce *Chapitre*, est aussi présentée la méthode des **solutions salines sursaturées** permettant d'imposer les **transferts hydriques par adsorption/condensation en phase vapeur.**

Nous mettons en œuvre les différents moyens d'observations pour déterminer la microstructure à l'état hydrique initial (*Chapitre 9*) et pour suivre les évolutions microstructurales au cours des sollicitations hydriques (*Chapitre 11*) et mécaniques (*Chapitre 13* et *Chapitre 14*).

Soumise à des sollicitations d'origines hydrique et mécanique, la roche subit des déformations, localisées ou diffuses, qui localement peuvent être importantes et engendrer de la fissuration menant à la rupture. Les méthodes employées pour investiguer et quantifier ces évolutions au cours de sollicitation (*Chapitre 6*) sont d'une part, des mesures plus ou moins locales des déformations par corrélation d'images numériques acquises pendant l'essai, et d'autre part, la détection de l'activité acoustique, signature de modifications microstructurales irréversibles.

Enfin, les formalisme et paramètre mécaniques ainsi les essais de compression sont détaillés au *Chapitre 7.*

**Sommaire Partie II**

*Chapitre 3 – Paramètres physiques caractéristiques* ..... *II.3*

**3.1 - Usinage des échantillons** ..... **II.3**

**3.2 - Définition des paramètres physiques caractéristiques** ..... **II.3**
3.2.1 - Masses volumiques et teneur en eau ..... II.4
3.2.2 - Porosité ..... II.5
3.2.3 - Degré de saturation ..... II.6
3.2.4 - Composition minéralogique ..... II.7
3.2.5 - Célérité des ondes élastiques ultra-sonores ..... II.7

*Chapitre 4 – Moyens d'observations directes de la microstructure* ..... *II.9*

**4.1 - Moyens d'observation** ..... **II.9**

**4.2 - Identification et quantification des phases minérales** ..... **II.11**
4.2.1 - Identification ..... II.11
4.2.2 - Caractérisation par analyse d'images ..... II.12

**4.3 – Démarche mise en œuvre** ..... **II.15**

*Chapitre 5 - Investigation du volume poral par porosimétrie par intrusion de mercure et par isothermes de sorption* ..... *II.16*

**5.1 - Porosimétrie par intrusion de mercure** ..... **II.18**
5.1.1 - Principe ..... II.18
5.1.2 - Moyens utilisés ..... II.19
5.1.3 - Biais possibles introduits par un séchage préalable ..... II.20
5.1.4 - Utilisation de la porosimétrie au mercure sur échantillons hydratés ..... II.20

**5.2 - Isothermes de sorption** ..... **II.23**
5.2.1 - Principe ..... II.23
5.2.2 - Moyens expérimentaux ..... II.24

*Chapitre 6 – Extensométrie optique et émission acoustique* ..... *II.26*

**6.1 - Suivi des déformations par extensométrie optique** ..... **II.27**
6.1.1 - Principes ..... II.27
6.1.2 - Technique de corrélation et calcul des déformations ..... II.28
6.1.3 - Echelles d'observations et matériels utilisés ..... II.30
6.1.4 - Données de sortie ..... II.39
6.1.5 - Incertitudes sur les mesures de déformation par corrélation d'images ..... II.41
6.1.6 - Synthèse ..... II.49

**6.2 - Suivi des modifications microstructurales par émission acoustique** ..... **II.53**
6.2.1 - Principes ..... II.53
6.2.2 - Description de la chaîne d'acquisition ..... II.56
6.2.3 - Traitements des données acoustiques ..... II.57

*Chapitre 7 - Caractérisation mécanique* ..... *II.58*

**7.1 - Spécificités liées à la constitution des argilites** ..... **II.58**

**7.2 - Formalisme mécanique utilisé** ..... **II.59**

**7.3 - Positionnement des jauges de déformation** ..... **II.61**

**7.4 - Méthodologie et moyens d'essai de compression uniaxiale** ..... **II.64**
7.4.1 - Précautions ..... II.64
7.4.2 - Moyens d'essai ..... II.65
7.4.3 - Détermination des paramètres mécaniques macroscopiques ..... II.65

**7.5 - Modules dynamiques d'élasticité** ..... **II.67**

*Synthèse de la Partie II* ..... *II.68*

# Chapitre 3 – Paramètres physiques caractéristiques

## 3.1 - Usinage des échantillons

Afin de préserver l'état hydrique initial de la roche, les échantillons de roche sont conservés dans leur conditionnement d'origine (cellule *T1*[1]) en chambre froide (5°C) avant usinage et tests.
Une opération de carottage est nécessaire pour réaliser les éprouvettes d'essai[2]. Ces éprouvettes sont des cylindres à base circulaire, de diamètre 36 mm et de hauteur 72 mm (ces dimensions sont justifiées au *Chapitre 7*).
Pour réaliser les éprouvettes d'essai, un re-carottage est effectué au laboratoire peu avant l'essai (quelques heures) afin de minimiser les éventuelles évolutions (désaturation, oxydation …) pouvant survenir entre l'usinage et l'utilisation des éprouvettes. Ainsi, nous préférons conserver la roche dans son conditionnement initial le plus longtemps possible.
Le carottage se fait à l'aide d'un carottier diamant comportant une dépouille interne de façon à permettre la circulation du fluide de refroidissement (air comprimé) entre la surface usinée et l'outil. Les vitesses de rotation et d'avance de l'outil sont lentes (de l'ordre de 1 000 tr/min) dans le but de minimiser les perturbations (fissuration, échauffement …). Après carottage, les sections circulaires des éprouvettes sont rectifiées par voie sèche à l'aide d'une meule diamant. Pendant la rectification, l'échantillon est maintenu dans un mandrin à trois mors. Chaque section de l'échantillon est obtenue après une série de passes successives de profondeurs décroissantes jusqu'à obtention d'une hauteur de l'ordre de 72 mm. Les dimensions de l'échantillon sont mesurées au pied à coulisse : le diamètre est estimé par la moyenne de quatre mesures selon deux génératrices diamétralement opposées à deux hauteurs différentes, et la hauteur comme la moyenne de trois mesures de hauteur en différents points de la section.
Un soin particulier est apporté au parallélisme des deux sections circulaires (parallélisme à ± 0,01 mm) et à la perpendicularité entre ces sections et les génératrices du cylindre (perpendicularité à ± 0,3°). Ces tolérances géométriques déterminantes pour les conditions d'essai de compression comme abordé au *Chapitre 7*, sont contrôlées sur un marbre équipé d'un comparateur gradué à 1 µm.

Chaque cellule *T1* est désignée par une lettre (*A*, *B* …) et toutes les nouvelles éprouvettes extraites de cette cellule sont répertoriées par un nombre associé à la référence de la cellule *T1* sous la forme *A1*, *A2* … Les morceaux utilisés pour les mesures de teneur en eau sont aussi désignés de la même façon, ce qui explique le non-enchaînement systématique de la numérotation des éprouvettes.

## 3.2 - Définition des paramètres physiques caractéristiques

D'une façon générale, une roche poreuse peut être décrite comme un milieu hétérogène triphasique constitué d'une phase solide (elle-même, plus ou moins hétérogène selon l'échelle d'observation considérée), d'une phase liquide (eaux plus ou moins chargées, occupant différents sites dans la roche) et d'une phase gazeuse (air et vapeur d'eau). La quantité d'eau présente sous les formes vapeur et liquide confère à la roche un certain état hydrique. Nous définissons cet état comme l'état hydrique en équilibre avec une succion *s* (*i.e.* en équilibre avec une humidité imposée par la succion *s*).
Les différentes phases d'une roche poreuse hydratée peuvent être décrites par les schémas équivalents de la Figure 3.1.

Par la suite, nous rappelons les définitions et les méthodes d'identification des paramètres physiques caractéristiques, couramment usités en Mécanique des Roches et des Sols.

[1] Les cellules *T1* décrites plus en détail au *§ 8.3.1* sont des cylindres à base circulaire, de diamètre 80 mm et de hauteur de 250 à 300 mm.
[2] Par la suite, nous désignons par *éprouvette* tout cylindre re-carotté, et par *morceau* tout débris récupéré, sans géométrie définie.

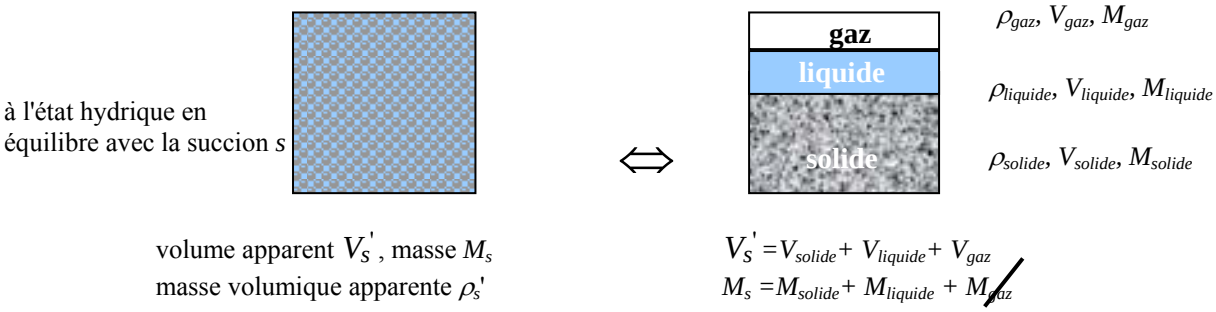



**Figure 3.1 – Description schématique du milieu poreux.**

***M*, *V* et $\rho$ correspondent respectivement à la masse, au volume et à la masse volumique.**
**L'indice *s* correspond à l'état hydrique en équilibre avec la succion *s*, et l'exposant ' aux grandeurs apparentes.**
**La masse de gaz $M_{gaz}$ est négligée par la suite.**

### 3.2.1 - Masses volumiques et teneur en eau

La **masse volumique apparente $\rho_s'$** à l'état hydrique en équilibre avec la succion *s* est déterminée par la mesure de la masse de l'échantillon $M_s$ et par la mesure géométrique de son volume apparent $V_s'$ (déterminé par les mesures de dimension au pied à coulisse dans le cas de géométrie d'échantillon cylindrique à base circulaire) selon :

**Équation 3.1** $$\rho_s' = \frac{M_s}{V_s'}$$

La **masse volumique des grains solides $\rho_{solide}$** est mesurée à l'aide d'un pycnomètre à gaz[3] permettant d'estimer le volume réel d'un petit échantillon de roche réduit en poudre. Pour déterminer ce volume, cette méthode utilise le déplacement d'un fluide (hélium gazeux).

On peut définir la **masse volumique apparente du matériau à l'état sec** après dessiccation[4] $\rho_d'$ comme le rapport de la masse $M_d$ et du volume apparent $V_d'$ d'un échantillon ayant subi une dessiccation (étuve à 105°C pendant 24 heures). Les mesures du volume s'effectuent après passage à l'étuve, soit par mesures géométriques directes, soit par déplacement de fluide. Cependant, une limitation importante de cette méthode est une possible fissuration de la roche lors du passage à l'étuve.

Les masses volumiques estimées à partir de mesure de masse (au moyen d'une balance de précision de 0,01 g) et de mesures géométriques (au pied à coulisse de précision de 0,1 mm), ont une incertitude absolue inférieure à 0,3 %.

La **teneur en eau massique *w*** se définit simplement par le rapport entre la masse d'eau et la masse de solide. Sa détermination expérimentale suppose la définition d'un état sec de référence (obtenu par dessiccation à l'étuve à 105°C pendant 24 heures). La teneur en eau $w_s$ à l'état hydrique en équilibre avec la succion *s*, est alors déterminée par les masses $M_s$ de l'éprouvette à cette humidité, et $M_d$ du même morceau après dessiccation, selon le rapport (souvent exprimé en %) :

[3] Un échantillon de masse *M* et de volume recherché $V_e$ est introduit sous forme pulvérulente dans la cellule du pycnomètre, dont le volume $V_c$ est connu précisément. Un gaz non réactif avec l'échantillon (hélium dans notre cas) est confiné dans la cellule avec une pression $P_1$. Ce gaz est ensuite libéré dans un volume de détente connu $V_2$ et la pression de détente $P_2$ est alors mesurée. La loi de Mariotte fournit la relation suivante : $(P_1-P_{atm})\ V_1 = (P_2-P_{atm})\ V_2$ avec $P_{atm}$ la pression atmosphérique et le volume $V_1$correspondant au volume occupé par la gaz avant la détente soit $V_1 = V_c - V_e$. Ainsi le volume réel de poudre $V_e$ peut être déterminé.
Pour la détermination de la masse volumique des grains solides, est introduite de la poudre de roche sèche de masse $M_{solide}$ ; le volume $V_{solide}$ est alors déterminée ce qui permet de connaître $\rho_{solide}$ selon $\rho_{solide} = \frac{M_{solide}}{V_{solide}}$

[4] L'indice *d* (*dry*) fait référence aux états secs.

**Équation 3.2** $$w_s = \frac{M_s - M_d}{M_d}$$

Malgré les remarques sur les différents types d'eau (évaporable par un passage à l'étuve et non-évaporable, *cf. § 8.1.4*), nous faisons l'hypothèse que le passage à l'étuve ôte toute l'eau contenue dans la roche si bien que la masse de l'échantillon après passage à l'étuve correspond à la masse de la phase solide $M_{solide}$ , soit :

$$M_d \sim M_{solide}$$

L'incertitude absolue de la mesure des teneurs en eau est de l'ordre de 0,3 %.

La **teneur en eau volumique** $\omega$ se définit par le rapport entre le volume d'eau liquide contenue dans un échantillon et le volume total de l'échantillon $V_s'$ selon :

**Équation 3.3** $$\omega = \frac{V_{liquide}}{V_s'}$$

La connaissance des masses volumiques des phases solide et liquide, ainsi que la porosité $n$ (définie ci-après) permet de déterminer l'équivalence suivante entre $w_s$ et $\omega$ selon :

**Équation 3.4** $$\omega = \frac{\rho_{solide}\ w_s}{\rho_{liquide}\ (1 + \frac{n}{1-n})}$$

Le passage de la teneur en massique à la teneur en eau volumique peut aussi être exprimée en fonction de la masse volumique du liquide et de la masse volumique apparente de la phase solide, selon :

**Équation 3.5** $$\omega = \frac{\rho'_{solide}\ w_s}{\rho_{liquide}}$$

Les teneurs en eau sont des paramètres définis à l'échelle macroscopique qui ne permettent pas de fixer l'état hydrique de la roche ; en ce sens, il ne s'agit pas de variables d'état.

### 3.2.2 - Porosité

La porosité totale se définit comme le volume total des pores $V_p^t$ (occupés par les phases liquide et gazeuse) rapporté au volume apparent $V_s'$. Cette porosité est communément désignée par l'indice des vides noté $n$. La porosité totale peut aussi s'exprimer à partir des mesures de la teneur en eau $w_s$, des masses volumiques apparente et des grains solides $\rho_s'$ et $\rho_{solide}$ à l'état hydrique en équilibre avec la succion $s$, selon :

**Équation 3.6** $$n = \frac{V_p^t}{V_s'} = \frac{V_{gaz} + V_{liquide}}{V_s'} = \frac{V_s' - V_{solide}}{V_s'} = 1 - \frac{\rho_s'}{\rho_{solide}\ (w_s + 1)}$$

Cette définition quantifie les pores de façon globale sans prendre en considération la géométrie ou l'organisation de ceux-ci. En particulier, la porosité totale se décompose en une porosité connectée ou ouverte, et une porosité occluse. Il est important de pouvoir quantifier la porosité ouverte qui joue un rôle prépondérant dans les échanges hydriques.

La porosité définie selon l'Équation 3.6 cumule les erreurs de détermination des masses volumiques et de la teneur en eau ; on peut estimer la précision de *n* de l'ordre de 1%.

La technique de porosimétrie par intrusion de fluide (*Chapitre 5*) fournit une quantification de la porosité ouverte, permettant d'accéder au volume et à la distribution géométrique des pores ouverts et accessibles au fluide (typiquement pour le mercure, des pores de diamètre de 2 nm à 60 µm). La porosité occluse se déduit donc des données de l'indice des vides et de la porosité connectée.

### 3.2.3 - Degré de saturation

Le degré de saturation *S* se définit par le rapport entre le volume de l'eau liquide $V_{liquide}$ et le volume des pores $V_{pore}$ :

**Équation 3.7**
$$S = \frac{V_{liquide}}{V_{pore}}$$

avec $V_{liquide} = \frac{M_{liquide}}{\rho_{liquide}} = \frac{ws \times Md}{\rho_{liquide}}$

$$V_{pore} = V_{apparent} - V_{solide} = \frac{M_d}{\rho'_d} - \frac{M_d}{\rho_{solide}}$$

d'où

**Équation 3.8**
$$S = \frac{ws}{\rho_{liquide}} \frac{1}{\left(\frac{1}{\rho'_d} - \frac{1}{\rho_{solide}}\right)}$$

Il est aussi possible d'utiliser une formule ne faisant pas intervenir $\rho_d$ :

**Équation 3.9**
$$S = \frac{ws}{\rho_{liquide}} \rho_{solide} \frac{1-n}{n}$$

D'après cette dernière équation, la précision du degré de saturation peut être estimée à 3%.

A partir de ces définitions, il est possible d'exprimer la teneur en eau à saturation notée $W_{S=1}$ :

**Équation 3.10**
$$W_{S=1} = \frac{\rho_{liquide}}{\rho_{solide}} \frac{n}{1-n}$$

Par définition, la saturation correspond au remplissage total des pores (du moins des pores connectés) par de l'eau liquide, c'est-à-dire une absence de gaz (air et vapeur d'eau) dans les pores. Cependant contrairement à des roches poreuses au squelette rigide (des grès par exemple), dans une roche argileuse, selon les proportions de phases argileuses gonflantes telles que les smectites (sodiques en particulier), le volume des pores se déforme fortement en présence d'eau, en particulier lors des succions imposées en laboratoire sans contrainte mécanique extérieure. La notion de saturation est ambiguë et ne correspond plus au remplissage des pores mais à l'avidité en eau de la roche. L'estimation du volume poral à partir du volume déduit des mesures des masses sèches et de la masse volumique sèche apparente tend à minimiser le volume poral, ce qui peut conduire (en plus des incertitudes de mesure) à des degrés de saturation largement supérieurs à 1 pour des faibles succions.

A partir de ces constatations, nous préférons utiliser un autre paramètre pour rendre compte de la capacité de rétention d'eau sur la gamme d'humidité investiguée à savoir entre 0 et 98% RH. Ainsi, nous définissons la **teneur en eau pondérale normalisée** $\widetilde{w}_s$ qui correspond au rapport entre la teneur en eau $w_s$ après la succion $s$ et la teneur en eau $w_{98\%\ RH}$ obtenue après la succion à l'hygrométrie de 98% RH :

**Équation 3.11**

$$\widetilde{w}_S = \frac{w_S}{w_{98\%RH}}$$

Par la suite, nous mentionnons cette teneur en eau normalisée dans le seul but d'établir des comparaisons entre les différentes hygrométries que nous mettons en œuvre. Nous sommes tout à fait conscients de la limitation d'une telle normalisation car comme nous l'avons cité précédemment, l'hygrométrie de 98% RH ne permet pas d'atteindre la saturation. Pour l'atteindre, il eût fallu utiliser des techniques autres que les solutions salines, comme les techniques tensiométriques qui permettent d'obtenir des succions bien plus faibles que celle de 2,8 MPa (correspondant à 98% RH).

### 3.2.4 - Composition minéralogique

Le calcimètre Bernard permet de déterminer la teneur en carbonates de calcium présents dans la roche. La méthode est basée sur la mesure du volume de gaz carbonique dégagé par la décomposition de ces carbonates avec de l'acide chlorhydrique concentré, selon l'équation de réaction suivante :

**Équation 3.12**

$$CaCO_3 + 2HCl \rightarrow Ca^{++} + 2Cl^- + H_2O + \overline{\quad}\nearrow CO_2$$

La roche est préalablement broyée afin de maximiser la surface d'échange pour la réaction entre la roche et l'acide. Des essais d'étalonnage sont systématiquement réalisés sur de la poudre pure de $CaCO_3$ avant chaque mesure sur roche.
La précision de la calcimétrie qui met en œuvre une pesée de poudre de roche et une mesure de volume de gaz carbonique par burette graduée, peut être estimée autour de 0,5 % à partir de la lecture seule des instruments utilisés. Cependant, une cause importante d'erreur est une réaction incomplète entre la roche et l'acide chlorhydrique, de par une mouture trop grossière de la poudre obtenue et une mauvaise qualité du mélange acide-poudre.

Ne disposant pas de moyens de détermination des autres phases constitutives (argiles, quartz, feldspath, pyrite…), les autres données minéralogiques des argilites sont extraites de la littérature, à partir de l'étude exhaustive de la minéralogie effectuée par Gaucher *et al.* [GAU 04] sur des carottes prélevées dans le même forage et à des profondeurs très proches de celles des éprouvettes utilisées au cours de nos travaux.

Dans la présentation des résultats, nous nous appuyons sur ces données dans le but de corréler les caractéristiques minéralogiques aux différentes propriétés physiques et mécaniques investiguées.

### 3.2.5 - Célérité des ondes élastiques ultra-sonores

Les célérités des ondes élastiques de compression $P$ ($V_P$) et de cisaillement $S$ ($V_S$) sont déterminées afin de caractériser de façon relative divers états de la roche (à l'état de prélèvement ou à la suite de sollicitations hydriques, mécaniques pures ou couplées).
La mesure de la célérité consiste en une mesure du temps de propagation mis par l'onde ultra-sonore (émise à travers un transducteur piézoélectrique, excité par un générateur électrique) pour effectuer le trajet entre deux faces opposées d'une éprouvette dont la distance est mesurée au pied à coulisse (Figure 3.2). Les ondes élastiques se propagent dans le matériau à des vitesses dépendant des phases rencontrées ; la célérité des ondes est plus importante dans la matière solide dense que dans les phases gazeuse et liquide. Les célérités sont donc sensibles à la structuration interne de la roche (en particulier

à une anisotropie de type stratification) mais aussi à la présence d'eau dans les pores, de fissures ou d'éventuelles hétérogénéités minéralogiques.

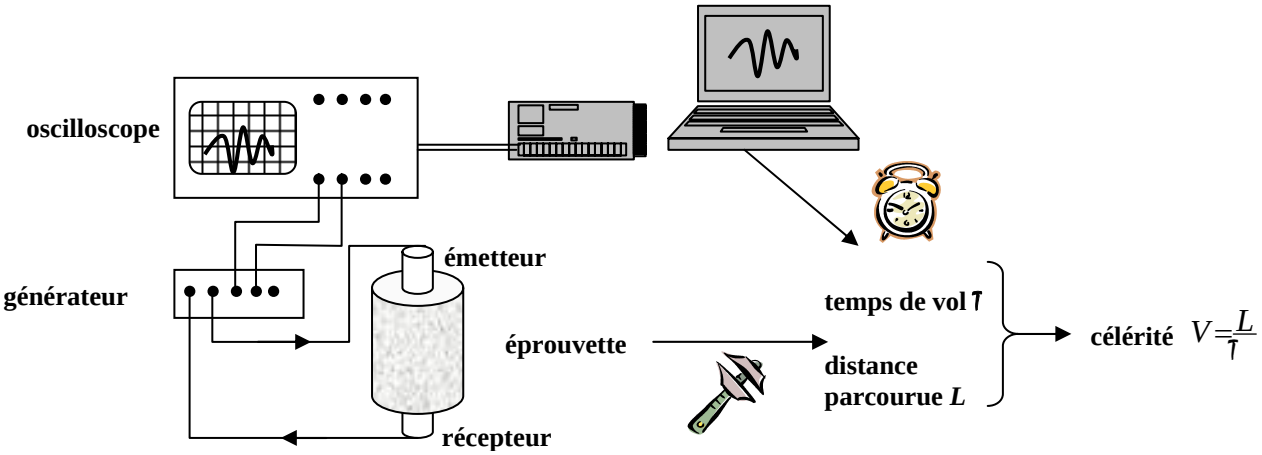



**Figure 3.2 – Mesure des célérités des ondes ultra-sonores.**

La célérité qui est le rapport entre une longueur (mesurée au pied à coulisse de précision 0,1 mm) et un temps (mesuré sur un oscilloscope numérique avec une incertitude absolue de l'ordre de 0,5 %), est déterminée avec une incertitude de l'ordre de 0,8%.

Les déterminations des célérités permettent d'une part d'effectuer des comparaisons entre différentes zones de prélèvement et entre différents états hydriques, et d'autre part, d'estimer des paramètres d'élasticité selon le cadre de la théorie de l'élasticité linéaire (*§ 7.5*). De plus, nous nous servons de cette technique pour repérer la position des strates comme nous le décrit au *Chapitre 7*.

# Chapitre 4 – Moyens d'observations directes de la microstructure

Une part importante de nos travaux est consacrée au suivi par imagerie optique des déformations à l'échelle microstructurale sous sollicitations hydriques et mécaniques, et à la corrélation de ces déformations avec la microstructure. L'identification des phases microstructurales majeures et leur structuration sont une étape première indispensable pour comprendre les processus de déformation et de rupture d'un matériau. Comme nous l'abordons lors de la description de la microstructure (*Partie III*), les argilites présentent des modes d'organisation à différentes échelles (de nanométrique à décimétrique, voire au delà). Il convient de chercher les échelles pertinentes permettant d'identifier les mécanismes en jeu dans la réponse macroscopique. En effet, il ne s'agit pas de se placer systématiquement à l'échelle la plus fine mais à celle(s) du (des) mécanisme activé par la sollicitation imposée.

Ce chapitre est consacré à la présentation des outils et des méthodes permettant d'observer et de quantifier les phases solides en présence. Les observations sont réalisées par microscopies optique et électronique à balayage avec moyen d'analyse chimique des éléments. Des techniques d'analyse d'images sont utilisées de façon à extraire des informations contenues dans les images ainsi acquises, sous forme d'un certain nombre de paramètres morphologiques des phases présentes.

Les moyens et démarches présentés dans ce chapitre sont mis en œuvre dans les *Partie IV* et *Partie V* pour déterminer les évolutions microstructurales au cours des sollicitations hydriques et mécaniques avec l'objectif d'identifier des mécanismes plus ou moins locaux de déformation et d'endommagement, dictant les réponses macroscopiques. Les échelles investiguées sont typiquement décimétrique à sub-micrométrique.

## 4.1 - Moyens d'observation

Chacune des techniques d'observation employées a une gamme d'investigation et un pouvoir de résolution propres (Figure 4.1) ainsi que des conditions d'emploi spécifiques (en termes de surfaces analysées ou de préparation des échantillons par exemples).

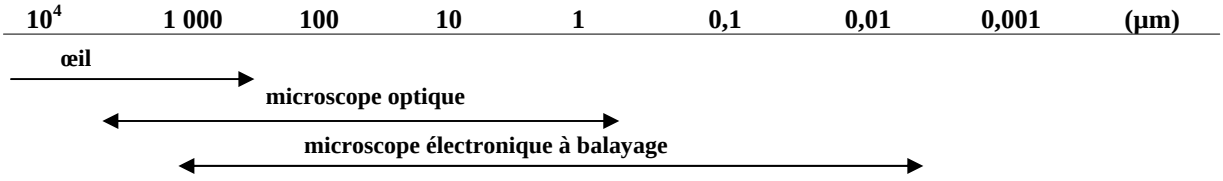



**Figure 4.1 – Gammes d'utilisation des moyens d'observation.**

L'**œil nu** permet d'observer directement les échantillons sans préparation spécifique avec un pouvoir de résolution de l'ordre de 200 µm.

La loupe binoculaire, les objectifs photographiques *macr*o et le **microscope optique** sont complémentaires et permettent d'accéder à des champs de l'échelle méso à micro -scopique jusqu'à des pouvoirs de résolution de l'ordre de 0,5 µm. La profondeur de champ quasi-nulle du microscope optique exige une surface plane d'observation et une orthogonalité quasi-parfaite entre cette surface et l'axe optique. La surface d'observation est obtenue par un polissage à sec de la roche. Divers types d'éclairage (lumière blanche ou monochromatique, éclairage rasant, diffus ou normal, sans ou avec polariseurs croisés) sont disponibles. Le choix de l'éclairage est un élément important pour les observations optiques. En effet, comme nous le verrons ultérieurement sur une même zone observée à

un grandissement donné, les images acquises en modifiant uniquement l'orientation de l'éclairage (direction normale à la surface observée et direction latérale - lumière blanche) ne révèlent pas les mêmes détails de la microstructure.

Le **microscope électronique à balayage** (*MEB*) permet de réaliser des observations à petite échelle (résolution de l'ordre de 50 Å) sur des surfaces planes ou accidentées. Selon les conditions de pression du vide de la chambre d'observation dans laquelle est disposé l'échantillon, trois types de *MEB* existent aujourd'hui. Le niveau de pression a des répercussions sur la représentation de la surface observée, sur la préparation des échantillons ainsi que sur l'existence d'éventuels artefacts :

- le ***MEB* dit conventionnel** : le vide dans la chambre d'observation, nécessaire pour le cheminement du faisceau d'électrons, est un vide secondaire (typiquement de $10^{-5}$ Torr, soit 1,33 $10^{-3}$ Pa), ce qui entraîne un dégazage et une éventuelle fissuration induite pour des échantillons hydratés. Dans le cas de sols argileux peu cohérents, Chenu et Tessier [CHE 95] préconisent d'échanger les molécules d'eau par des molécules organiques et d'effectuer une cryo-congélation afin de figer la microstructure en limitant ainsi le développement de fissures. Cette méthode n'est toutefois pas exempte d'artefacts, en particulier de modifications microstructurales de l'objet observé. Dans notre cas de roches présentant une cohésion suffisante, nous avons réalisé des observations sur des échantillons de taille centimétrique (1 à 2 $cm^3$) en vernissant les surfaces non observées de façon à limiter le dégazage. La surface observée est métallisée par un dépôt d'or ou de carbone afin de la rendre conductrice pour l'évacuation des électrons du faisceau incident. Ainsi préparés, les échantillons peuvent être subir le vide secondaire. N'ayant pas observé de fissures sur des matériaux sains après leur passage au vide, nous avons ainsi validé notre procédure de préparation pour les observations en *MEB* conventionnel.

- le ***MEB* à pression variable** ou *low vacuum* : la pression de vide dans la chambre d'observation est plus importante (vide primaire entre 1 et 300 Pa) que dans la configuration du *MEB* conventionnel. Ces conditions permettent d'observer des matériaux non conducteurs ou contenant des fluides (eau, huile …). Les molécules de gaz environnant l'échantillon sont alors ionisées sous l'effet du bombardement électronique. Ces ions permettent de neutraliser les charges électrostatiques de l'échantillon, implantées par le faisceau d'électrons (effets de charge) ; il n'est plus alors nécessaire de métalliser l'échantillon pour évacuer ces charges vers la masse électrique du microscope. Cependant, d'après le diagramme de phase de l'eau (Figure 4.2), pour garder l'eau dans son état liquide, il convient de se placer au delà d'une pression de 5 Torr (665 Pa) et à une température supérieure à 2-3°C. La microscopie *low vacuum* ne permet donc pas de conserver l'eau sous forme liquide, ce qui est donc une limitation importante pour l'observation de matériaux hydratés.

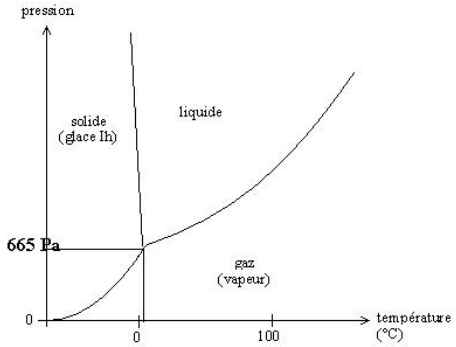



**Figure 4.2 – Diagramme de phase de l'eau.**

- le ***MEB* dit environnemental** : cette génération de *MEB*, apparue dans les années 1980, développée initialement par *ElectroScan* puis par *FEI* (initialement sous la désignation commerciale *ESEM*), se compose d'un système de pompage différentiel entre la chambre d'observation et la colonne électronique, ce qui permet d'avoir un vide faible (de pression

maximale théorique de l'ordre de 50 Torr ou de 6,5 kPa) et la présence d'un gaz (vapeur d'eau) dans la chambre. D'après le diagramme de phase de l'eau (Figure 4.2), il est alors possible de conserver l'eau sous sa forme liquide, et d'hydrater ou de déshydrater l'échantillon en l'observant sans traitement de métallisation préalable. Toutefois, les conditions hydriques dans la chambre sont assez difficiles à maîtriser. Il faut avoir recours à une platine de refroidissement du type Peltier pour permettre une observation correcte. Ce dernier point implique une petite taille (millimétrique) de l'échantillon pour permettre un refroidissement efficace par contact avec la platine Peltier. Cette contrainte dimensionnelle est une restriction car il n'est pas aisé de préparer des petits volumes de roches sans les perturber, et le champ d'observation se trouve réduit et peut être en deçà du volume élémentaire représentatif.
Récemment, Montes-Hermandez [MON 02] a utilisé ce moyen d'observation pour mettre en évidence expérimentalement les évolutions microstructurales au cours de sorption dans le cas d'une argile de type bentonite MX80, ainsi que les effets de cycles condensation/évaporation d'eau sur les argilites. Les résultats de ces travaux sont présentés dans le Chapitre 10.

Le *LMS* est équipé d'un microscope optique et d'un *MEB* conventionnel (Tableau 4.1). Nous avons réalisé des observations sur les autres types de microscope mis à notre disposition à l'UTC de Compiègne et chez les fournisseurs.
Nous disposons d'un spectromètre à diffusion d'énergie (*EDS*) couplé au *MEB* qui permet de réaliser des analyses chimiques en utilisant les émissions des rayons X dont les énergies sont caractéristiques des transition pour chaque élément. Ainsi, nous pouvons d'une part, établir des spectres d'énergie sur une zone sélectionnée (le volume minimal analysé est de l'ordre de 1 $\mu m^3$), et d'autre part, réaliser des cartes de répartition spatiale d'éléments sur une zone définie.

**Tableau 4.1 – Moyens d'observations disponibles au LMS.**

| équipement *LMS* | microscope optique (*MO*) | microscope électronique à balayage (*MEB*) | analyse chimique (*EDS*) |
|---|---|---|---|
| marque (année d'acquisition) | *Polyvar MET* (1990) | *Philips XL40* tungstène (1996) vide conventionnel | *PGT* (1996) |
| grandissement | ×5, ×10, ×20 et ×50 | ×100 000 | ×100 000 |
| taille des images | 2 048×2 048 pixels | 4 000×4 000 pixels (acquisition externe) | 4 000×4 000 pixels |

Quel que soit le mode de microscopie électronique à balayage, il est important de souligner la nécessité de travailler avec des échantillons de petite taille, ce qui constitue une limitation (par exemple, lorsque l'on souhaite observer la totalité de la surface d'une éprouvette de compression macroscopique, de diamètre et hauteur centimétriques). De plus, l'usinage de petits échantillons peut engendrer des défauts (fissures), non représentatifs du matériau.

# 4.2 - Identification et quantification des phases minérales

## 4.2.1 - Identification

L'identification directe des phases minérales n'est pas aisée à partir des images obtenues directement par microscopie aussi bien optique qu'électronique :
- en **microscopie optique**, il est difficile de distinguer la nature des différentes phases. En minéralogie, classiquement, des lames minces sont réalisées et observées au microscope optique polarisant avec ou sans analyseur[5]. La nature du minéral influe sur les teintes de la lumière polarisée analysée.

[5] Un filtre polarisant ne laisse passer que les ondes (de par sa nature ondulatoire, la lumière correspond à des ondulations dans toutes les directions de l'espace) vibrant dans un seul plan. Avec un seul polariseur, la lumière est dite polarisée non analysée. Il est possible de faire passer la lumière dans un second filtre, dit analyseur, orienté perpendiculairement au polariseur d'où l'appellation de polariseur-analyseur croisés. Ainsi en l'absence de

- au ***MEB***, l'identification des phases est menée par rapport à la composition des phases, soit grossièrement par imagerie en électrons rétrodiffusés, soit plus finement par analyse chimique *EDS*. L'imagerie en électrons rétrodiffusés met en évidence des contrastes de phases si les éléments chimiques ont des numéros atomiques assez éloignés dans la classification périodique (les éléments les plus lourds apparaissent plus clairs). L'analyse *EDS* permet d'identifier directement les éléments. Pour ces deux types d'images de composition, la connaissance de la nature chimique des différents minéraux (*Chapitre 8*) est donc un élément nécessaire et préalable pour l'identification des phases.

### 4.2.2 - Caractérisation par analyse d'images

L'analyse d'images est une méthode générale aux applications diverses permettant d'extraire des informations contenues dans une image, de façon objective et plus ou moins automatique. Elle permet de quantifier des paramètres morphologiques des grains ou phases (taille, orientation…) d'une microstructure. Cette méthode est fréquemment utilisée en Sciences des Matériaux lors des études microstructurales de type métallographique. La détermination de paramètres microstructuraux par analyse d'images présente l'avantage d'être non destructive, de permettre différentes mesures à partir d'une même image et de pouvoir utiliser les échantillons analysés pour d'autres usages (essais mécaniques ou autres).
Les étapes préalables à l'analyse d'images sont d'abord l'acquisition d'images (le plus souvent en niveaux de gris) qui est une représentation bidimensionnelle d'objets à un grandissement donné, puis la transformation de cette image en une image binaire (typiquement noir et blanc) qui sert de base à l'analyse d'images.

Nous décrivons par la suite les différentes étapes permettant d'extraire les paramètres des images acquises de la microstructure :

*acquisition des images initiales*
Par la désignation *image*, nous entendons des images provenant soit de microscopie optique, soit de microscopie électronique à balayage (détecteurs d'électrons secondaires ou rétrodiffusés), soit de l'analyse chimique *EDS* associée au *MEB* (images binaires dans de dernier cas). Selon le système d'acquisition des images, le nombre et le codage des pixels diffèrent.

*binarisation*
Le premier traitement de l'image consiste à transformer l'image en niveaux de gris en une nouvelle image binaire (*i.e.* composée de pixels noirs (*pixel=0*) et blancs (*pixel=1*)) en définissant un seuil de binarisation qui permet de répertorier chaque pixel en blanc ou noir selon son niveau de gris. Cette image binaire constitue donc une nouvelle représentation des objets d'intérêt, et c'est en sens que le choix de la valeur de seuil de la binarisation est une étape capitale pour la suite.

*opérations morphologiques*
Plusieurs filtres morphologiques sont couramment utilisés : il s'agit de transformations locales, non linéaires, issues des mathématiques ensemblistes. Ces transformations utilisent un ensemble de géométrie et de taille connues, appelé élément structurant. Une image binaire renferme un certain nombre de régions (ensemble de pixels connexes) codées à 1 que l'on peut définir comme des objets d'intérêt, par rapport à un fond codé à 0. L'élément structurant choisi est déplacé de façon à ce que son centre passe par toutes les positions dans l'image binaire à analyser. Pour chacune des positions de l'élément structurant, on se pose une question relative à l'union ou à l'intersection de l'élément structurant avec les objets de l'image. L'ensemble des points correspondant à une réponse positive permet de construire une nouvelle image qui constitue l'image résultat.
Les opérateurs de base les plus couramment usités sont :

- l'érosion qui attribue au pixel central de l'élément structurant la valeur minimale en niveau de gris observée sur la zone recouverte par l'élément structurant. Cette

lame entre les filtres polariseur et analyseur, aucune onde ne parvient dans l'oculaire ; par contre, en présence de minéraux, la lumière est déviée et vibre de nouveau dans plusieurs plans.

transformation a pour conséquence de faire disparaître les objets de taille inférieure à celle de l'élément structurant et d'accentuer des éventuels *trous* dans des objets. Des objets reliés entre eux peuvent alors être séparés.

- la dilatation qui est l'opération duale de l'érosion, qui associe la valeur maximale en niveau de gris au pixel central : les objets grossissent d'une partie correspondant à la taille de l'élément structurant, les trous dans les objets disparaissent et des fusions peuvent donc ainsi se produire entre objets proches (dont la distance est inférieure à la taille de l'élément structurant).
- l'ouverture qui est une combinaison d'une érosion suivie d'une dilatation : elle permet d'éliminer toutes les parties des objets qui peuvent ne pas contenir l'élément structurant.
- la fermeture qui correspond à une dilatation suivie d'une érosion, a pour conséquence de combler tout ce qui est de taille inférieure à l'élément structurant.

La Figure 4.3 illustre ces opérations morphologiques sur quelques exemples extraits du cours de C.Boudry [BOUD 00]. D'autres transformations existent mais ne sont pas utilisées dans le cadre de nos travaux.

*extraction des paramètres morphologiques*

A l'issue du traitement précédent, l'image est constituée d'une multitude de particules. Pour caractériser ces particules, on identifie pour chacune d'elles, une ellipse d'aire et de moment d'inertie identiques.
La première information possible est le comptage des pixels noirs et blancs, ce qui permet de connaître le taux surfacique de particules. Mais l'intérêt majeur est de déterminer un ensemble de paramètres morphologiques de chaque particule ou du moins de son ellipse équivalente. Les paramètres géométriques les plus pertinents dans notre cas sont :

- le diamètre de Féret correspondant à la plus grande distance entre deux points quelconques de la particule,
- l'aire $A$ et le périmètre $P$ de l'ellipse,
- la circularité $C$ que l'on définit classiquement selon $C = 4\pi A / P^2$,
- l'angle entre le grand axe de l'ellipse et l'axe horizontal de l'image ; cet angle permet de mettre en évidence des orientations privilégiées des particules selon des directions choisies sur les surfaces observées.

*limites de la méthode d'analyse d'images*

Les caractéristiques morphologiques de la méthode d'analyse d'images peuvent être entachées d'un certain nombre d'erreurs ou de limites, et ce aux différents stades de la méthode.
Une partie des erreurs est liée à la préparation des surfaces des échantillons ; en effet, cette préparation a un impact sur la *réalité observée*. A titre d'exemples, dans le cas des métaux, le choix d'une attaque chimique après polissage détermine les phases révélées ; dans notre cas, le polissage mécanique à sec peut introduire des arrachements de grains (conduisant à une sur-estimation de la porosité réelle) ou au contraire un *beurrage* en particulier par la phase argileuse (induisant une sur-estimation de cette phase). De plus, des rayures de polissage ou des saletés incrustées (dans les pores ou des phases *molles*) peuvent persister, introduisant alors un biais supplémentaire.
Les conditions d'imagerie (brillance et contraste, aberrations géométriques pour les acquisitions en optique, état du filament pour les images *MEB* …) sont aussi à prendre en compte.
Le traitement de l'image ainsi acquise est très important pour la représentation de la *réalité* : **les choix du seuil de binarisation ainsi que du type et de l'ordre des opérations morphologiques déterminent la révélation ou l'accentuation de certaines phases.**
Il convient pour l'ensemble des opérations décrites ci-dessus d'être le plus objectif possible mais il est inévitable qu'un biais est introduit par l'opérateur.

*logiciel utilisé*

Nous utilisons le logiciel gratuit *ImageJ*, développé par le *National Institute of Health*, USA [RAS 97]. Cet outil est particulièrement utilisé dans les Sciences de la Vie et les Sciences des Matériaux. Ce logiciel offre une palette d'outils élémentaires d'analyse et de traitement des images.

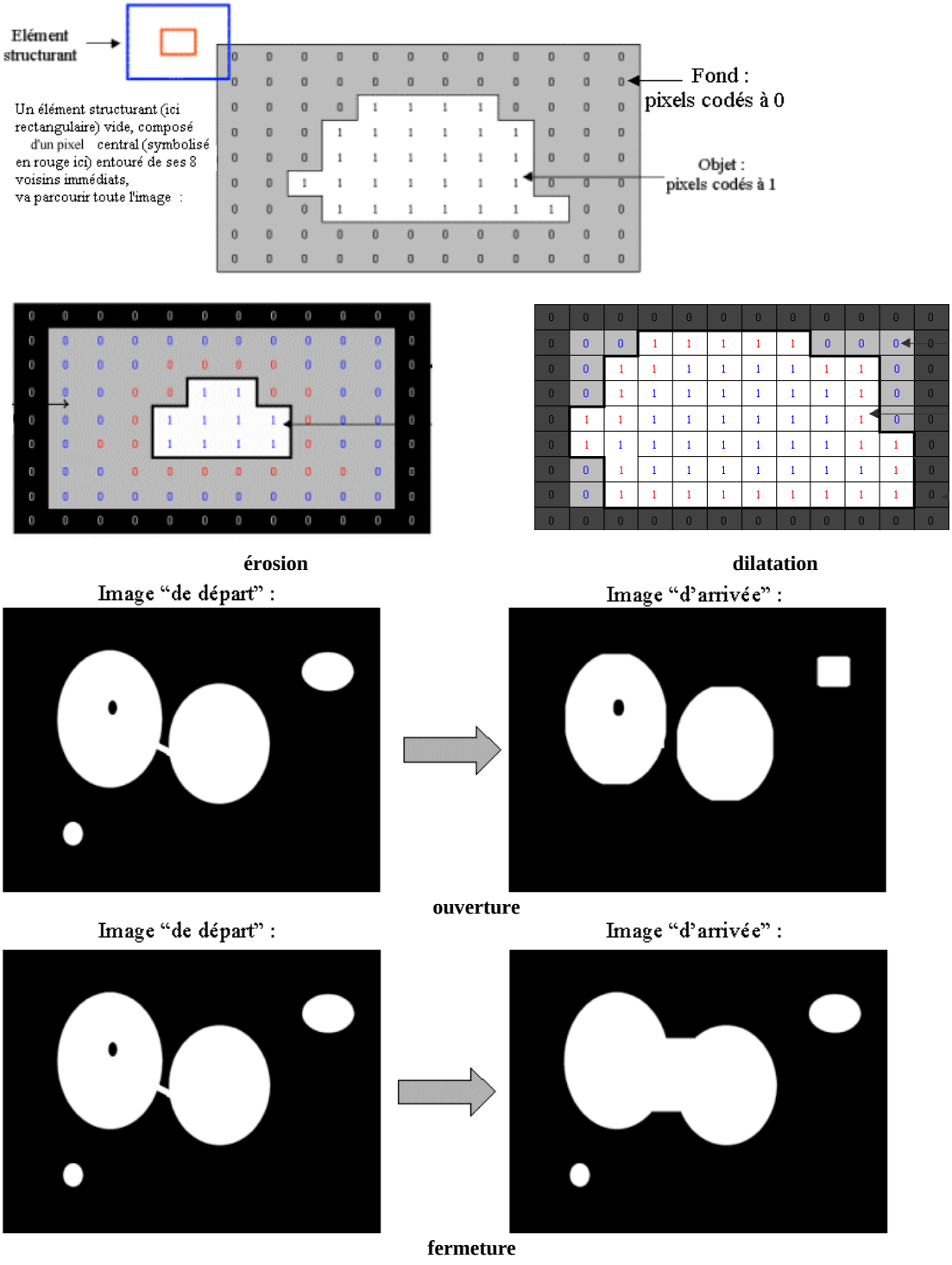



**Figure 4.3 – Opérations morphologiques [BOUD 00].**

## 4.3 – Démarche mise en œuvre

De par la difficulté d'identification des phases par observations optiques sur ce type de roche, nous avons mis au point la méthodologie simple qui consiste à **observer une même zone d'un échantillon en microscopie optique puis à identifier la nature des phases en microscopie électronique *MEB* couplée à l'analyse chimique EDS** (Figure 4.4). Ainsi, en optique, nous pouvons statuer *a posteriori* sur la nature minérale des grains à partir de leur morphologie et de leurs niveaux de gris.

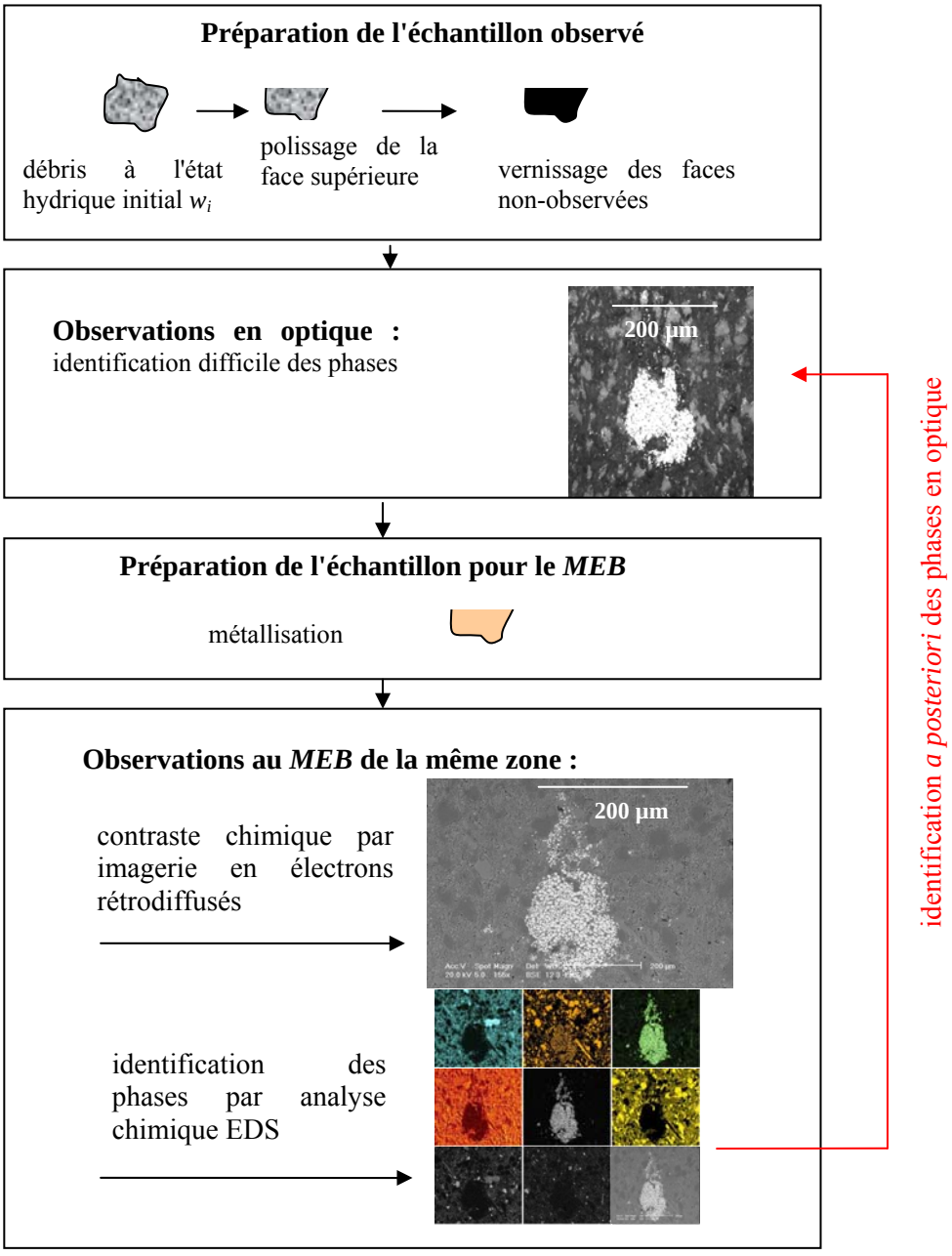



**Figure 4.4 – Méthodologie adoptée pour l'identification des phases minérales en optique.**

# Chapitre 5 - Investigation du volume poral par porosimétrie par intrusion de mercure et par isothermes de sorption

Caractériser un réseau poral sous-entend les déterminations de paramètres associés au dénombrement des pores et à leur morphologie. Les principaux paramètres sont :

- le **volume total des pores** $V_p$ qui se décompose en porosité ouverte (connectée) $V_p^o$, et fermée (occluse) $V_p^f$,
- la **surface spécifique** des pores,
- les ***longueurs caractéristiques*** des pores, exprimées généralement par leur rayon $r_p$ estimé en formulant des hypothèses morphologiques sur les pores (formes cylindriques ou sphériques par exemple),
- la **distribution poreuse** que l'on peut définir comme la répartition volumique des pores en fonction de leur rayon, soit $\Delta V_p/\Delta r_p = f(r_p)$.

La littérature distingue classiquement une porosité *macroscopique* pour des longueurs caractéristiques supérieures à 50 nm, une porosité *mésoscopique* pour des tailles comprises entre 50 et 2 nm, et une porosité *microscopique* pour des tailles de pore inférieures à 2 nm (Figure 5.1).

Les techniques d'investigation d'une structure poreuse sont multiples et souvent complémentaires. En effet, chaque technique a des spécificités propres permettant d'accéder à une gamme définie de tailles de pores et de déterminer seulement certains paramètres caractéristiques de la porosité.
La détermination de la porosité totale $n$ à partir des masses volumiques dans les états hydratés et secs (*cf. § 3.2.2*) est une première approche globale qui ne permet pas de distinguer le caractère connecté ou occlus des pores, ni de renseigner sur leur morphologie. Comme décrit précédemment, cette méthode reste approximative car elle cumule les erreurs systématiques des déterminations de la teneur en eau et des masses volumiques.

Baroghel-Bouny [BAR 94] recense différentes techniques de quantification de la porosité avec les gammes de taille de pores investigués (Figure 5.1) ainsi que les spécificités de préparation des échantillons. Brièvement, les principales méthodes d'investigation sont :

**- les observations directes :** il s'agit de réaliser des observations à partir de la surface (œil, microscopes optique et électroniques…) ou en volume (scanner médical, microtomographie, résonance magnétique...). Les images ainsi acquises sont ensuite traitées par des techniques d'analyse d'images de façon à en extraire des paramètres sur les distributions et les formes des pores. Pour les images de surface, se pose le problème du passage d'une représentation bidimensionnelle à la détermination de la véritable distribution en volume, les modèles de reconstruction volumique comportant certaines hypothèses géométriques. De plus, la distinction entre porosités ouverte et occluse n'est pas aisée à partir d'observations de surface, l'obtention des surfaces (généralement par usinage ou polissage mécanique) donnant un caractère systématiquement débouchant de la porosité ainsi observée. Rappelons que, dans le cas de la microscopie électronique conventionnelle (sous vide secondaire), un dégazage peut se produire, pouvant provoquer une micro-fissuration, et par là une sur-estimation des vides accessibles en surface.
Les techniques d'observation en volume sont un apport récent pour l'investigation de la microstructure et donc de la porosité. Cependant, les outils de type scanner ou micro-tomographie X haute résolution ont encore des résolutions faibles (de l'ordre du centième de mm) ce qui ne permet d'examiner que les macro-pores ou macro-fissures induites. De plus, les tomographes de laboratoire ou sur des lignes faisceau d'accélérateurs linéaires ou synchrotrons, sont assez lourds de mise en œuvre.

**- l'intrusion de fluide :** il s'agit d'une méthode indirecte par intrusion de fluide sous pression dans le réseau poreux ouvert. Afin de connaître la porosité connectée totale, il est nécessaire de vider les pores de tout fluide liquide. Un séchage est donc effectué mais avec le risque de provoquer une modification de la microstructure (création de fissures, obstruction des pores fins…). Il est aussi possible de réaliser des mesures à des états hydriques donnés, ce qui permet alors de connaître les espaces libres des fluides présents [DAU 97][GAS 05]. Cependant dans ce cas de matériaux hydratés, il convient de corriger les résultats bruts de certains artefacts systématiques (comme la compressibilité de l'eau liquide présente dans les pores), ce qui n'est généralement pas fait dans la littérature.
La porosimétrie par intrusion de fluide ne permet pas de donner directement des informations sur la forme des pores mais des hypothèses géométriques sont classiquement émises de façon à estimer des distributions des rayons de pores en supposant des formes de pores sphériques ou elliptiques. La porosimétrie au mercure est adaptée à la caractérisation des méso- et macro-pores (2 nm à 60 μm de diamètre).

**- la diffraction :** la diffusion aux petits angles des rayons X (SAXS) ou des neutrons (SANS) utilise le fait que les densités électroniques des phases liquide et gazeuse contenues dans les pores sont différentes de celles de la phase solide, entraînant ainsi une diffraction du faisceau incident. Les échantillons peuvent être analysés sans séchage préalable et sans modification de leur état hydrique. Un autre avantage est l'investigation de la porosité totale (ouverte et fermée) jusqu'à 5 nm. Cette technique est cependant assez lourde de mise en œuvre.

**- l'adsorption/condensation :** les isothermes de sorption de vapeur d'eau fournissent l'évolution pondérale (normalisée par rapport à la teneur en eau à saturation) en fonction de l'humidité relative de l'atmosphère ambiante. Ces données renseignent sur la micro- et méso-porosité ouverte (inférieure à 50 nm) en s'appuyant sur des modèles théoriques mathématiques. L'avantage de cette technique en plus de l'investigation de la micro-porosité, est le fait que aucun pré-traitement n'est requis, ce qui laisse penser que les artefacts sont limités.

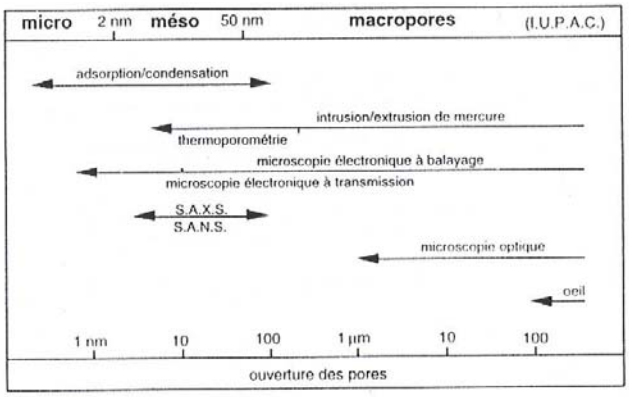



**Figure 5.1 – Domaines d'utilisation des principales techniques de caractérisation porale [BAR 94].**

Nous présentons plus en détails les techniques de **porosimétrie par intrusion de mercure** et des **isothermes de sorption**, mises en œuvre par la suite, à la fois pour caractériser le réseau poral et pour imposer un état de succion hydrique à la roche.

# 5.1 - Porosimétrie par intrusion de mercure

## 5.1.1 - Principe

La porosimétrie par intrusion de mercure (PIM) consiste à introduire progressivement du mercure dans le réseau poral initialement vide de tout fluide liquide. Le mercure étant un fluide non mouillant, il ne pénètre pas naturellement ; pour le faire pénétrer dans le réseau poral, il faut donc appliquer au fluide une pression $P_{Hg}$, pression d'autant plus forte que la porosité est petite. La pression exercée par le mercure est donc supérieure à la pression capillaire, permettant ainsi son intrusion. Cette méthode permet d'investiguer les structures macro- et méso- poreuses connectées.

Expérimentalement, l'échantillon est placé dans une cellule de volume connu dans lequel un vide grossier est réalisé (de l'ordre de 100 Pa) pendant quelques minutes afin d'effectuer un dégazage sommaire. Ensuite, du mercure est introduit avec une mesure précise du volume de celui-ci. Pour une pression de mercure faible, proche de la pression atmosphérique, le volume apparent de l'échantillon introduit peut *a priori* être déterminé, ce qui donne accès à une estimation de la masse volumique apparente.
Puis, une pression $P_{Hg}$ est appliquée au mercure de façon incrémentale. Du mercure pénètre dans les pores ; le palier de pression est jugé achevé lorsque le volume injecté n'évolue plus (l'équilibre hydrostatique est supposé atteint), la pression est alors augmentée pour atteindre l'incrément suivant. Le volume de mercure cumulé pénétré dans les pores $V_{Hg}$ est mesuré pour chaque palier de pression $P_{Hg}$ , ce qui fournit sur l'intégralité de la gamme de pression, la courbe d'intrusion $V_{Hg} = V_{Hg}(P_{Hg})$**.** Une démarche identique est menée lors de la décroissance de la pression en phase d'extrusion.

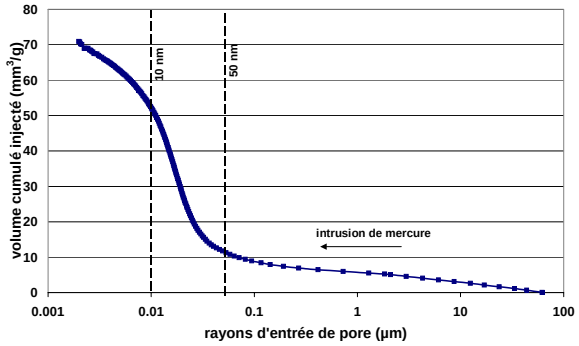
Afin d'identifier la totalité de la porosité connectée, il est nécessaire que ces pores soient exempts d'eau liquide. Dans ce but, un séchage doit être effectué au préalable pour les vider : classiquement, ce séchage est réalisé par un passage à l'étuve mais avec le risque de modifier la microstructure existante (possibilité de fissuration induite par le chauffage) ; le séchage peut aussi s'effectuer par mise en présence dans une atmosphère à hygrométrie très basse obtenue, par exemple, avec du gel de silice. Dans le cas de pores vides d'eau liquide, le volume de mercure injecté $V_{Hg}$ correspond directement au volume des pores connectés $V_p^o$, aux corrections près des compressibilités de la roche et du mercure selon les pressions exercées.

En faisant une hypothèse géométrique de pores cylindriques, la loi de Laplace relative aux pressions capillaires (Équation 1.10) fournit une relation entre la pression moyenne appliquée au mercure $P_{Hg}$ et le rayon moyen $r_p$ des pores pénétrés par le mercure à la pression $P_{Hg}$ et peut se réécrire selon :

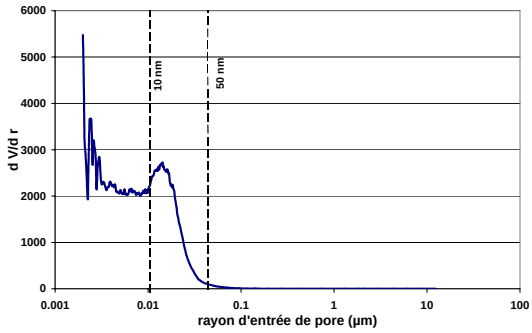
**Équation 5.1** $$r_p = \frac{-2\,\sigma_{Hg/solide}\cos\alpha}{P_{Hg}}$$

avec $\alpha$ l'angle de contact entre la surface solide et le mercure. Cet angle peut varier théoriquement entre 117 et 145° ; la valeur adoptée pour l'étude est de 141,3° (valeur retenue classiquement par beaucoup d'auteurs [BAR 94] [MET 92]),
$\sigma_{Hg/solide}$ la tension de surface du mercure ($\sigma_{Hg}$ = 0,474 N.m$^{-1}$ à une température de 21°C).

Moyennant l'hypothèse géométrique précédente de pores cylindriques, pour chaque incrément *i* de pression, la distribution cumulée des rayons de pores pénétrés $V_p = V_p(r_p)$ peut être identifiée à partir de la courbe $V_{Hg} = V_{Hg}(P_{Hg})$ comme l'illustre la Figure 5.2-a. Une autre représentation de la distribution porale obtenue par différentiation est souvent tracée sous la forme $\Delta V_p/\Delta r_p = \Delta V_p/\Delta r_p\,(r_p)$, ce qui permet de mettre en évidence des classes de pores (pics) caractéristiques d'une structure poreuse (Figure 5.2-b).



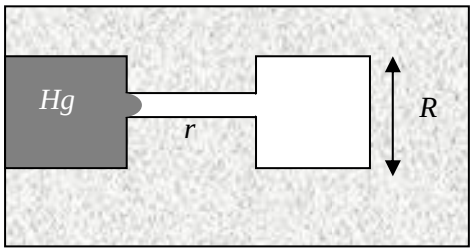

**(a) courbe $V_p = V_p(r_p)$**



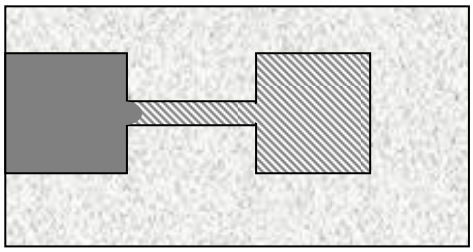

**(b) courbe $\Delta V_p/\Delta r_p = \Delta V_p/\Delta r_p\ (r_p)$**

**Figure 5.2 - Exemples de courbes typiques obtenues en PIM sur des argilites.**

La principale limitation de la porosimétrie au mercure est due à l'effet appelé couramment *bouteille d'encre*. Celui-ci se produit lorsque la distribution des rayons de pores comporte de façon discrète des classes bien identifiées et distinctes, soit en d'autres termes, des *petits* et des *gros* pores reliés entre eux.
Considérons le cas A de la Figure 5.3 avec deux *gros* pores (rayon *R*) reliés par un *petit* pore (rayon *r*), et supposons que le mercure ait déjà pénétré dans un des *gros* pores. Pour que le fluide pénètre dans le second *gros* pore, il faut que le mercure franchisse le petit pore, et donc que la pression $P_{Hg}$ soit supérieure à la pression capillaire $P_{cap}(r)$ du *petit* pore. Dès que la pression de fluide atteint cette pression capillaire, le mercure envahit à la fois le *petit* pore et le *gros* pore, si bien que le volume de mercure (volume hachuré dans le cas B de la Figure 5.3) correspondant à l'incrément de pression de fluide permettant de franchir $P_{cap}(r)$, est affecté seulement à la classe de pore de rayon *r* et non à deux classes de pores de tailles très différentes. Ce biais systématique à l'intrusion de mercure tend à sur-estimer les *petits* pores et à sous-estimer les *gros* pores (qu'il conviendrait de déterminer par d'autres méthodes).
En phase d'extrusion, les goulots se vident aux pressions capillaires identiques à celles ayant permis leur remplissage.
Ce biais est d'autant plus important que la distribution en taille des pores est étalée. Les techniques de porosimétrie par intrusion de fluide permettent **la seule détermination des distributions des volumes associés à des rayons d'entrée des pores connectés** et **non la détermination des distributions des rayons des pores.**




**cas A – intrusion : $P_{Hg} < P(r)$**



**cas B – intrusion : $P_{Hg} \geq P(r)$**

**Figure 5.3 – Illustration de l'effet *bouteille d'encre*.**

## 5.1.2 - Moyens utilisés

Les mesures par porosimétrie au mercure sont réalisées au moyen de deux porosimètres complémentaires de désignations commerciales *Pascal 140* et *Pascal 440*. L'appareil *Pascal 140* permet d'appliquer des pressions de mercure jusqu'à 400 kPa, soit d'investiguer la macro-porosité avec des rayons moyens de pores de 65 à 1,8 µm. Le second appareil (*Pascal 440*) permet d'injecter des pressions de 0,1 à 400 MPa, soit d'accéder à des rayons de pore de 7 µm à 2 nm environ. Un faible

vide de l'ordre de 100 Pa est réalisé préalablement à l'intrusion de mercure. Nous reviendrons en détails sur les conséquences possibles de ce vide sur des éventuels artefacts engendrés.
Comme abordé par la suite au *Chapitre 8* relatif à la structuration interne des argilites, deux tailles de pore sont caractéristiques dans ces matériaux : la classe à 20 nm qui correspond à la limite des pores contenant de l'eau libre ou structurée, et la classe autour de 2 à 4 nm qui marque la distinction entre l'eau structurée et l'eau adsorbée liée en position interfoliaire (se reporter à la Figure 8.7). Ainsi pour les plus fortes pressions de mercure, celui-ci pénètre dans les pores contenant de l'eau liée.
La porosimétrie au mercure est pratiquée sur des échantillons de quelques $cm^3$.

### 5.1.3 - Biais possibles introduits par un séchage préalable

La plupart des méthodes d'investigation de la structure poreuse nécessite que le réseau poral soit accessible, donc exempt d'eau résiduelle et de gaz. Pour cela, un séchage et un dégazage préalables sont réalisés. Le choix de ce pré-traitement (température, pression de vide, durée…) ainsi que le mode opératoire des appareils d'investigation (vide…) peuvent influer fortement sur les résultats obtenus, ce qui rend parfois difficile leur interprétation. Par exemple, le vide secondaire régnant dans la chambre d'un *MEB* conventionnel peut modifier la microstructure observée comme nous l'avons décrit au *Chapitre 4*. Dans le cas de la porosimétrie au mercure, différentes causes peuvent modifier les résultats obtenus ; leurs origines peuvent être :

- un séchage préalable insuffisant qui aurait pour conséquence de réduire le rayon d'entrée des pores et qui conduirait à sous-estimer la porosité et à décaler la courbe $V_p = V_p(r_p)$ vers des pores plus fins,
- un séchage trop *violent* (température élevée …) qui pourrait engendrer des modifications microstructurales importantes comme du resserrement du réseau poral ou au contraire de la microfissuration,
- des effets de bord : au cours de l'essai, le mercure pénétrant par les bords de l'échantillon, les contraintes créées par la pression de mercure ne sont pas isotropes et pourraient ainsi provoquer une altération de la microstructure (élargissement des goulots, compression de l'échantillon…) en particulier aux fortes pressions.

A travers ces exemples, est perceptible l'ambiguïté de la définition d'un état *sec* qui n'est pas une définition absolue mais qui dépend du mode de séchage employé. Nous reviendrons sur ce point ultérieurement lors de la présentation des résultats de porosimétrie au paragraphe 9.2.

Comme l'a fait remarquer Baroghel-Bouny [BAR 94], les techniques d'investigation du réseau poral ne donnent pas l'image réelle du matériau vierge. Les mesures sont le reflet d'un matériau plus ou moins altéré par des traitements préalables et nécessaires aux techniques usitées, ainsi que par certaines étapes des techniques elles-mêmes.

### 5.1.4 - Utilisation de la porosimétrie au mercure sur échantillons hydratés

Même si l'emploi classique de porosimétrie au mercure s'effectue sur des échantillons secs afin de connaître le volume poral connecté total, nous avons utilisé la porosimétrie par intrusion de mercure sur des échantillons plus ou moins hydratés dans le but de caractériser le volume poral occupé par la phase gazeuse seule et de connaître les rayons d'accès de pores selon l'état hydrique imposé. Ainsi, cette mesure permettrait théoriquement d'estimer un état de saturation en comparant les volumes de pores *exempts d'eau liquide* et le volume des pores *vidés de tout fluide liquide par séchage préalable* en faisant l'hypothèse d'une déformation nulle des volumes et formes des pores en fonction de l'état hydrique. Dans le cas de matériaux argileux, cette hypothèse est loin d'être réaliste, du moins à toutes les échelles de la porosité, en particulier pour la porosité la plus fine à l'échelle des feuillets d'argiles.

L'intrusion de mercure sous pression dans le réseau poral contenant plus ou moins de liquide pose plusieurs questions pour interpréter les données telles que :

- le **vide initial** (100 Pa) effectué sur une durée courte, préalablement à l'intrusion de mercure, modifie-t-il la quantité d'eau présente dans la roche (dégazage par vaporisation de l'eau) ?

Pour analyser ce point, nous avons effectué des mesures de masse sur des échantillons avant et après ce seul passage au vide : aucune variation pondérale n'a été détectée (du moins avec la précision de la balance utilisée qui est de 0,01 g pour des masses d'échantillon de l'ordre de 20 g soit des masses d'eau de l'ordre de 2 g).

- comment l'**eau liquide est-elle affectée** par l'action du mercure sous pression ?
  L'eau se comprimant sous l'action de la pression transmise par le mercure, pour exploiter les données de *PIM*, en plus des **compressibilités du mercure et du squelette** lui-même, il faut tenir compte de la **compressibilité de l'eau liquide**, et ce en fonction de la pression sphérique appliquée.
  De plus, malgré la pression isotrope appliquée extérieurement par le mercure et reprise en partie par la structure de la roche, de l'eau pourrait migrer poussée par le mercure pour les fortes pressions de celui-ci et pénétrer dans les espaces inter-feuillets modifiant ainsi les volumes poraux.

*travaux antérieurs de PIM sur roches hydratées*

Daupley [DAU 97] a employé la porosimétrie au mercure sur des échantillons partiellement hydratés d'argilite de Tournemire (état hydrique initial et états consécutifs à des succions contrôlées soit à des humidités de 83 et 11% RH). Pour ces trois états hydriques, deux types de préparation d'échantillons sont utilisés : d'une part des échantillons lyophilisés (congelés très rapidement), et d'autre part, des échantillons *tels quels* (sans préparation spécifique) dits *humides*. Les résultats de Daupley sont parfois contradictoires et les volumes de mercure injecté sont donnés bruts sans correction. Pour un même état hydrique, il apparaît de fortes différences sur le volume poral total et sur les classes de pores selon les deux techniques de préparation des échantillons avec eau :

- le volume de mercure pénétré dans l'état *humide* est 3 à 5 fois supérieur à celui de l'état lyophilisé,
- les pores de taille inférieure à 7 nm ne sont plus accessibles au mercure à l'état *humide* alors que des pores étaient visibles jusqu'à 3 nm pour l'état lyophilisé.

Pour les échantillons *humides*, il apparaît que **lorsque la désaturation (ou la succion) augmente, le volume poral décroît et la taille des rayons d'accès diminue**.

Plus récemment, Gasc *et al.* [GAS 05] ont utilisé la porosimétrie sur des échantillons d'argilite de Meuse/Haute-Marne, à succion imposée sur la gamme [0-98% RH], sans préparation spécifique. Comme dans le cas précédent, les volumes injectés sont bruts, sans correction de compressibilité du couple squelette-eau. Les données montrent que la classe de rayons d'accès à 10-15 nm (mise en évidence sur des états secs) reste présente quel que soit l'état de saturation, et que la succion imposée influe directement sur la quantité de mercure injecté avec des volumes moindres lorsque le matériau contient plus d'eau.

A travers ces deux exemples, nous voyons que l'interprétation des mesures de porosimétrie au mercure sur matériaux hydratés n'est pas aisée.

*aspects physiques de PIM sur roches hydratées*

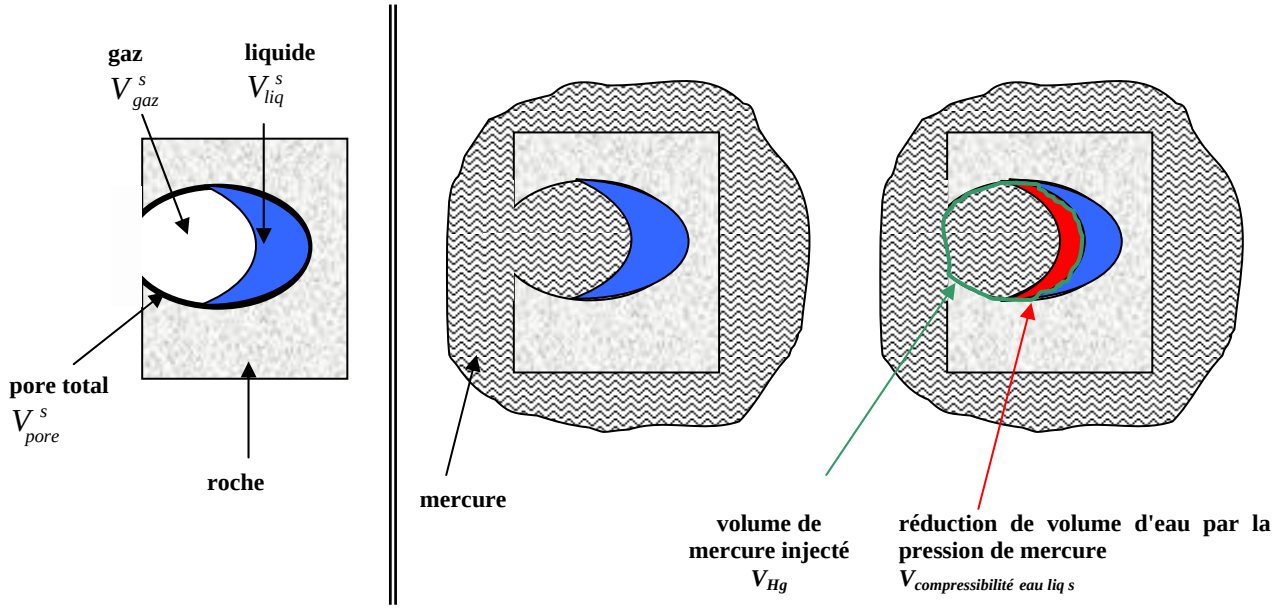
Nous présentons quelques aspects physiques relatifs à l'intrusion de mercure dans un pore contenant de l'eau liquide, ce qui nous permet d'analyser les résultats obtenus dans ces conditions au *§ 9.2*.
A un état hydrique donné, caractérisable par le niveau de succion *s*, le volume poral connecté total $V_{pore}^{s}$ peut se décomposer selon la nature des phases (Figure 5.4-a) :

**Équation 5.2** $$V_{pore}^{s} = V_{liq}^{s} + V_{gaz}^{s}$$

avec $V_{liq}^{s}$ le volume occupé par de l'eau liquide,
$V_{gaz}^{s}$ le volume d'air ou de vapeur d'eau.

Sur matériau hydraté, le volume global de liquide $V_{liq}^{s}$ est connu à partir de la teneur en eau volumique.

Dans une première approche, nous supposons que le volume global des pores $V^s_{pore}$ reste identique pour les différents états hydriques de la roche (sèche, partiellement ou totalement saturée). Le volume poral total $V^s_{pore}$ est ainsi connu par les mesures de porosimétrie sur des échantillons à l'état sec après étuvage. Nous pouvons alors en déduire les valeurs de $V^s_{gaz}$ pour les différents états hydriques.




**(a) pore partiellement rempli d'eau liquide à l'état de succion *s*.**

**(b) pore partiellement rempli d'eau liquide en présence de mercure sous pression.**

**Figure 5.4 - Schéma d'un pore dans le cas d'un matériau poreux partiellement hydraté.**

Lorsque le mercure pénètre dans un pore (donc dès lors que la pression de mercure est supérieure à la pression capillaire du pore), il occupe un volume $V_{Hg}$ correspondant au volume d'air et au volume laissé disponible par la compressibilité de l'eau liquide (volume rouge) (Figure 5.4-b) :

**Équation 5.3** dans un pore : $V_{Hg} = V^s_{gaz} + V_{compressibilité\ eau\ liq}$

Le volume $V_{compressibilité\ eau\ liq}$ peut être estimé à partir du cœfficient de compressibilité de l'eau $\chi_{H2O}$ . Celui-ci diminue avec la pression. Cependant, sur la plage de pression investiguée en porosimétrie [0-400 MPa], on peut faire l'hypothèse que $\chi_{H2O}$ est constant et est égal à $4{,}5.10^{-10}$ $Pa^{-1}$ dans une première approximation (travaux de Amagat en 1897, cités par Rapinat [RAP 82]). La réduction de volume de l'eau liquide par action de la pression de mercure est de :

**Équation 5.4**
$$\frac{dV}{V} = \chi_{H_2O}\, dP$$

soit à 400 MPa, une réduction de volume de l'eau de l'ordre de 18%.
Il conviendra de corriger les volumes de gaz qui sont donc surestimés de 18% de la quantité d'eau présente dans les pores.

De plus, les rayons d'entrée de pore peuvent être modifiés par la présence d'eau. En effet, si de l'eau se trouve dans les capillaires d'entrée et si l'énergie d'adhésion est grande entre cette eau et les parois du capillaire, le rayon capillaire est réduit et la pression d'entrée est alors supérieure. Ceci devrait alors être visible sur les spectres de volume injecté en fonction du rayon d'entrée.

# 5.2 - Isothermes de sorption

## 5.2.1 - Principe

Les expériences de sorption de vapeur d'eau fournissent les isothermes de désorption et d'adsorption[6] d'eau, c'est-à-dire la connaissance de la teneur en eau en fonction de l'hygrométrie relative imposée, à température constante et dans un état thermodynamique d'équilibre soit une fois les transferts achevés entre atmosphère et matériau.
Comme évoqué au *§1.2* (Figure 1.5), **la relation entre teneur en eau et humidité relative n'est pas univoque** car l'historique du chemin hydrique influe fortement sur les propriétés d'échange. En effet, comme mis en évidence dans plusieurs études sur des argilites [CHI 00] [DAU 97] ou sur le béton [BAR 94], **une hystérésis importante est visible entre les phases de désorption et d'adsorption**.

Le principe des isothermes de sorption consiste à suivre les évolutions pondérale et géométrique d'échantillons qui, disposés dans une atmosphère hydrique contrôlée (*i.e.* à une succion donnée), se mettent à l'équilibre hydrique avec l'atmosphère environnante par échange de vapeur.
Ces expériences de sorption permettent :

- de **corréler** ainsi **les variations pondérales et géométriques** imposées par la sollicitation hydrique au cours des succions,
- de renseigner sur les **cinétiques de transfert** pour une géométrie et des dimensions données d'éprouvette.

Comme décrit au *§ 1.1.5*, plusieurs techniques existent pour imposer un potentiel à l'eau interstitielle ou une succion selon la gamme de succion souhaitée. Dans le cadre de nos travaux, nous souhaitons prendre en compte une gamme large de teneur en eau (depuis des états quasi-saturés jusqu'à fortement désaturés) afin de se situer dans les conditions hydriques qui sont celles d'une galerie ventilée. Dans ce but, nous avons choisi de **contrôler les pressions de vapeur par des solutions salines sursaturées, méthode permettant de couvrir une large gamme de succion de 2,5 à 400 MPa environ** (*i.e.* des humidités relatives de 98 à 20% RH) par échange de vapeur d'eau. De plus, cette technique de faible coût est fiable et facile de mise en œuvre.

Cette méthode repose sur le fait qu'un sel, sa solution dans l'eau et la vapeur d'eau sont en équilibre pour une pression de vapeur et une température données. Ainsi, à une température donnée, l'humidité relative de l'air se trouvant au dessus d'une solution saline saturée donnée a une valeur bien déterminée. La pression capillaire imposée à la roche est directement reliée à l'humidité relative comme le décrit la loi de Kelvin (Equation 1.9) et est donc est dépendante de la nature du sel employé. D'après les dépendances vis-à-vis de la température aussi bien pour l'équilibre créé entre solution saline, sel et vapeur d'eau, que dans la définition même de la pression capillaire (Equation 1.9), la succion dépend de la température. Comme l'indique le terme *isothermes de succion*, il convient de se placer à une température donnée et de la maintenir constante.
Le Tableau 5.1 fournit des exemples de solutions salines avec les succions correspondantes (exprimées en MPa et en pF[7]) en mentionnant les limites de solubilité des sels [PAS 66] et les rayons capillaires affectés par le transfert hydrique aux humidités correspondantes [TES 84][BAR 94].

[6] Nous donnons les mêmes sens à :
*désaturation = dessiccat*ion = *séchage = drainage = désorption*
et *resaturation = imbibition = mouillage = humidification = adsorption*

[7] L'unité de succion traditionnellement usitée en agronomie est le *pF*, défini par : $pF = \log_{10}(h)$ avec *h* la hauteur d'eau exprimée en centimètres (pour mémoire, 1 MPa équivaut à $10^4$ cm d'eau).

**Tableau 5.1 - Données sur les solutions salines et les succions associées (à 20°C).**

| sel | formule chimique | solubilité [PAS 66] g/l | humidité relative *H* [PAS 66] % RH | succion [TES 84] MPa | succion [BAR 94] pF | rayon capillaire [TES 84] [BAR 94] nm |
|---|---|---|---|---|---|---|
| sulfate de cuivre hydraté | $CuSO_4,5H_2O$ | 317 | 98 | 2,83 | 4,45 | 52,80 |
| sulfite de sodium hydraté | $Na_2SO_3,7H_2O$ | | 95 | 6,92 | 4,84 | 20,79 |
| sulfate de zinc hydraté | $ZnSO_4,7H_2O$ | 540 | 90 | 15,1 | 5,18 | 10,12 |
| sulfate d'ammonium | $NH_4SO_4$ | 754 | 81 | 26,3 | 5,42 | 5,06 |
| chlorure de sodium | NaCl | 360 | 75 | 40,1 | 5,6 | 3,89 |
| nitrite de sodium | $NaNO_2$ | 820 | 66 | 56,3 | 5,75 | 2,57 |
| carbonate de potassium hydraté | $K_2CO_3,2H_2O$ | - | 44 | 115 | 6,06 | 1,30 |
| chlorure de calcium hydraté | $CaCl_2,6H_2O$ | 5 360 | 32,5 | 158,5 | 6,20 | 0,94 |

**Les solutions salines utilisées au cours de nos travaux apparaissent en grisé.**

### 5.2.2 - Moyens expérimentaux

Nous avons conçu et mis au point une installation expérimentale de sorptions contrôlées comme illustré en Figure 5.5. Ce dispositif comprend :

- une boîte étanche (dont les parois sont transparentes afin de pouvoir contrôler l'état de la solution saline),
- des capteurs de masse (capacité 1 000 g, résolution de 1/100 gramme),
- des capteurs de température (sonde résistive platine de type PT1000) et d'hygrométrie (modèle *Hygroclip* de marque *Rotronics*, de capacité 0-100% RH et de précision ± 0,5% RH),
- des jauges de déformation,
- divers conditionneurs et des alimentations stabilisées,
- une centrale d'acquisition *Agilent* et un ordinateur,
- un programme de pilotage et d'acquisition développé spécifiquement.

Les éprouvettes cylindriques à base circulaire (d'un diamètre de 36 mm et d'une hauteur de 72 mm) sont disposées dans une boîte hermétique sur des berceaux reliés aux capteurs de masse, eux-mêmes fixés sur la face supérieure extérieure de la boîte (ainsi non soumis aux variations hydriques imposées dans la boîte). Sur la face intérieure inférieure de la boîte, est disposée la solution saline sursaturée dans un récipient offrant une grande surface d'échange avec l'atmosphère.
Des jauges de déformation sont collées axialement et orthoradialement sur la surface de l'éprouvette cylindrique selon les remarques énoncées au *Chapitre 7*, concernant les orientations des jauges par rapport à la stratification. Des capteurs de température et d'hygrométrie sont installés dans l'enceinte.
Les différents capteurs sont reliés soit à leur conditionneur, soit directement à une centrale d'acquisition (0-10 V), elle-même pilotée par un ordinateur. Les voies de mesure sont lues toutes les minutes et leur valeur est stockée provisoirement dans une mémoire tampon. Une valeur moyenne de ces mesures est enregistrée toutes les 10 minutes. Les données se présentent sous forme de tableaux journaliers de données horodatées. Un programme désigné par *Stan* sous *Labview* a été spécifiquement développé au laboratoire par V. de Greef pour réaliser le pilotage et l'acquisition. De même, un programme de traitement des données a été développé par H.Gharbi.

Au cours de certaines succions, en plus des instrumentations de la Figure 5.5, des enregistrements des émissions acoustiques ainsi que des observations microstructurales (microscopie optique) avant et après succion sont effectués dans le but de suivre les évolutions des déformations et de mettre en évidence des phénomènes d'endommagement d'origine purement hydrique.

Afin de minimiser les perturbations sur le maintien constant de l'hygrométrie (en particulier, la dépendance thermique de la pression de vapeur saturante) et de limiter les déformations liées à la dilatation thermique, l'installation expérimentale est installée dans un lieu thermiquement stable (pièce en sous-sol, climatisée où la température moyenne est de 21 ± 0,5°C). Au cours d'essais préliminaires, nous avions mis en place des agitateurs magnétiques afin d'homogénéiser les solutions salines. La chaleur dégagée par les dispositifs perturbant fortement l'équilibre thermique du système, nous ne les avons pas utilisés pour nos essais.

Une validation du banc expérimental a été réalisée en effectuant des essais avec des masses mortes et en faisant varier l'humidité relative dans l'enceinte. Aucune dérive significative des capteurs de masse et d'hygrométrie n'a été relevée sur plusieurs semaines (*Annexe D1*).

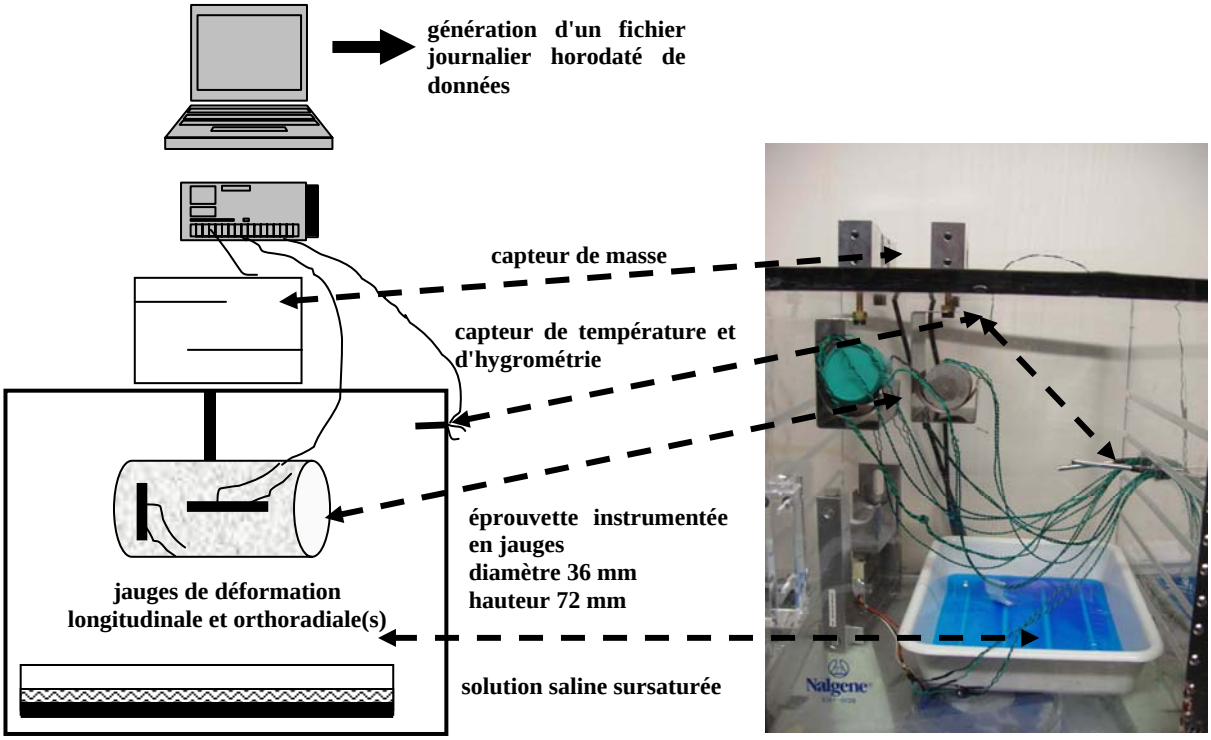



**Figure 5.5 – Dispositif expérimental de succion contrôlée sans contrainte mécanique extérieure.**

# Chapitre 6 – Extensométrie optique et émission acoustique

Les techniques présentées dans ce *Chapitre* permettent de **qualifier et quantifier des déformations et un endommagement simultanément à l'application d'une sollicitation**.
Concernant les déformations, l'extensométrie optique par corrélation d'images est une méthode sans contact pouvant être mise en œuvre à des échelles variées et complémentaires, permettant d'isoler spatialement les déformations sur des zones d'intérêt. Ainsi il est possible de qualifier le **caractère homogène ou hétérogène de la répartition des déformations.** Les techniques d'émission acoustique utilisées pour quantifier l'endommagement permettent aussi de déterminer le **caractère localisé ou diffus de l'endommagement.**

Dans le but d'étudier les champs locaux de déformation, des techniques d'extensométrie optique ont été développées par une équipe du *LMS* depuis les années 1990. Ces méthodes ont initialement été mises en œuvre sur des matériaux métalliques polyphasés à partir d'images obtenues par microscopies optique et électronique à balayage. Toutefois, leur champ d'applications est vaste et peut s'étendre à toutes les classes de matériaux, moyennant certaines adaptations techniques en particulier pour l'acquisition des images ainsi que pour le marquage de détails de l'image, détails qui permettent d'évaluer les déplacements locaux entre images successives.

En parallèle des mesures de déformation, est effectué un suivi de l'endommagement par émission acoustique, technique assez répandue pour la mise en évidence de l'endommagement. Cette technique permet de suivre les modifications microstructurales au cours de sollicitation sur des éprouvettes au laboratoire ou sur des ouvrages *in situ* (barrages, tunnels, pylônes …), et ceci sur des matériaux variés.
Comme nous l'avons évoqué précédemment, la définition du terme *endommagement* dépend fortement du contexte et des théories employées. D.François [FRA 05] définit simplement et de façon générale l'endommagement comme *l'apparition et le développement de nouvelles surfaces au sein d'un matériau ou d'une structure*. Un niveau d'endommagement peut être relié directement à des propriétés physiques parce que l'endommagement est caractérisé par des modifications en principe observables telles que :

- la dégradation des surfaces, les **microfissures**, les microcavités, la corrosion, le vieillissement par relaxation … : tous ces phénomènes ne sont pas toujours aisément observables et quantifiables, ne permettant pas une corrélation simple avec un éventuel dommage.
- dans certains cas, il est facile de **mesurer directement une grandeur caractéristique de l'endommagement** : par exemple, l'usure d'une surface est mesurée par l'épaisseur de matériau disparu …
- pour certains matériaux, des **grandeurs physiques mesurables** (tension de rupture, conductivités thermique et électrique …) peuvent varier en fonction de l'endommagement subi, et ainsi fournir **une signature indirecte du niveau d'endommagement.**

Dans le contexte des roches, pour des applications telles que les cavités souterraines ou les galeries pour le stockage des déchets radioactifs, l'endommagement est souvent corrélé à la perméabilité, paramètre toutefois difficile à mesurer dans le cas des argilites de par leurs très faibles valeurs, à la limite de la résolution des instruments de mesure (de l'ordre de $10^{-20}$ $m^2$ sur argilite *saine* de Meuse/Haute-Marne [GRE 03]).

# 6.1 - Suivi des déformations par extensométrie optique

La connaissance des déformations au cours de sollicitations d'origines diverses est une donnée déterminante pour évaluer le comportement d'un matériau. Trois types de capteurs sont classiquement utilisés : les **capteurs de déplacement**, les **jauges de déformations** et les **extensomètres**. Même si les bases de mesures de chaque capteur sont plus ou moins grandes, les données extraites restent macroscopiques et peuvent être entachées d'erreurs inhérentes à leur mise en œuvre. Par exemple, dans le cas des jauges collées sur la surface de l'éprouvette testée, le collage peut être une source d'erreur et limite la tenue des jauges pour des déformations supérieures à quelques pourcents ; dans le cas des capteurs de déplacement, la base de mesure intègre les déplacements aux interfaces entre amarrage et éprouvette, en plus des seules déformations de l'éprouvette ; l'amarrage des bras de l'extensomètre n'est pas garanti sur l'intégralité de l'essai.

Pour pallier ces limitations et pour obtenir des informations de déformation jusqu'à des échelles plus locales (typiquement corrélées à l'échelle de la microstructure observée), parmi les techniques de champ présentées au *§ 2.2.2*, nos travaux mettent en œuvre de l'extensométrie par corrélation d'images numériques, sans contact et à partir d'images de surface. Pour cela, nous avons réalisé des adaptations techniques pour le suivi des déformations sur des éprouvettes d'argilite au cours des sollicitations hydrique et mécanique.

## 6.1.1 - Principes

La technique de mesure des déformations par corrélation d'images numériques [BRUC 89] repose sur la comparaison de deux images acquises à deux états : un état initial et un état à un certain niveau de sollicitation (mécanique, hydrique, thermique …). **L'objectif est de retrouver dans l'image *déformée*[8] (temps *t*), les positions des points de l'image à l'état initial ($t_0$), *non-déformée* ou de référence,** comme le montre la Figure 6.1.

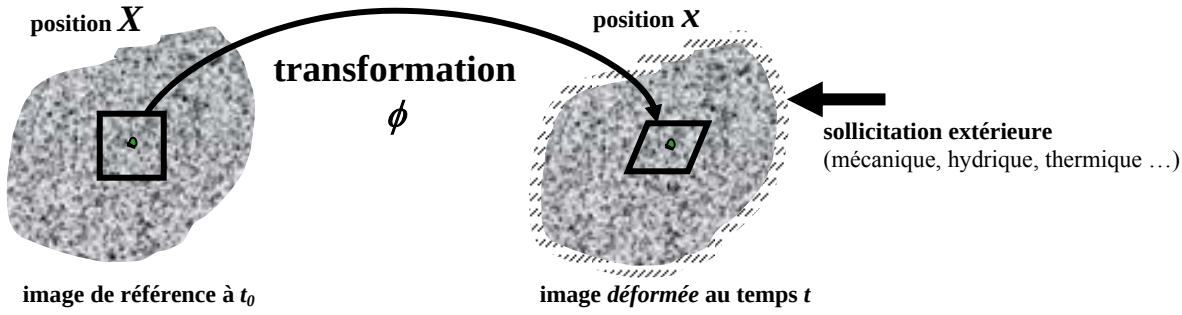



**Figure 6.1 – Démarche générale de la mesure des déformations par corrélation d'images.**

Les images doivent être suffisamment contrastées en niveaux de gris pour permettre de suivre des détails de l'image de référence dans l'image déformée par corrélation de ces deux images. Si le contraste naturel de la microstructure n'est pas suffisant, il convient alors de réaliser un marquage de la surface observée, de type gouttes aléatoires de peinture (pour des images acquises par des méthodes optiques) ou de dépôts d'or (grilles, croix) pour les images acquises au microscope électronique à balayage. De plus, le but des techniques de corrélation étant de fournir les déplacements et déformations au cours de sollicitation, il est nécessaire que le contraste accompagne le mouvement imposé entre images successives.

[8] Par abus de langage, nous emploierons les termes *d'image de référence* ou *d'image déformée* au lieu d'image d'une surface d'éprouvette dans un état de référence ou d'image d'une surface d'éprouvette dans un état déformé.

Le logiciel *CorrelManuV* développé au *LMS* par Bornert [BOR 03] permet de retrouver semi-automatiquement la position des points de l'image non déformée dans l'image déformée. Les déplacements de ces points sont alors connus, et par dérivation discrète sur un domaine défini, les composantes planes du gradient de la transformation sont alors déterminées. Dans le cas de petites transformations, les composantes de la déformation dans le plan d'observation peuvent ainsi être calculées. Typiquement pour des images acquises en microscopie optique [DOU 00], la précision est de l'ordre du centième de pixel, point sur lequel nous reviendrons au cours de ce *Chapitre*.
La corrélation d'images peut se faire entre une image de référence et une image déformée, ou entre une image de référence et une séquence d'images déformées.
Par la suite, nous désignons les techniques de corrélation d'images par le sigle DIC signifiant *Digital Image Correlation*.

### 6.1.2 - Technique de corrélation et calcul des déformations

*détermination des champs de déplacements*
Sur les images de référence (au temps $t_0$) et déformée (au temps $t$), nous pouvons définir respectivement les coordonnées planaires (en pixels) $\underline{X}_i$ et $\underline{x}_i$ du même point matériel $i$, ainsi que la fonction $\phi$ de transformation selon

**Équation 6.1** $$\underline{x}_i = \phi(\underline{X}_i)$$

Les images de référence et déformée sont caractérisées en tout point par leurs niveaux de gris, donnés respectivement par les fonctions $f$ et $g$.
Dans le cas où il y une conservation stricte du flot optique entre les deux images, on a :

**Équation 6.2** $$g(\phi(\underline{X}_i))=f(\underline{X}_i)$$

En pratique, cette condition n'est pas respectée et l'Équation 6.2 s'écrit :

**Équation 6.3** $$g(\phi(\underline{X}_i))=a.f(\underline{X}_i) + b + g'$$

avec $a$ et $b$ les évolutions du contraste et de la brillance,
$g'$ du bruit d'origine diverse.

En formulant l'hypothèse que la fonction de transformation $\phi$ est connue, le coefficient de corrélation $C$ est nul. Ce coefficient de corrélation est calculé sur les fluctuations des niveaux de gris et non sur les niveaux de gris directement, ce qui permet de s'affranchir des variations de contraste et de brillance $a$ et $b$ de l'Équation 6.3 à condition que leurs variations soient homogènes sur chaque image. Ainsi l'expression du coefficient de corrélation retenue par Doumalin [DOU 00] est la suivante :

**Équation 6.4**
$$C(\phi)=1-\frac{\sum_{i\in D}(f(\underline{X}_i)-\overline{f_D}).(g(\underline{x}_i)-\overline{g_D})}{\sqrt{\sum_{i\in D}(f(\underline{X}_i)-\overline{f_D})^2}.\sqrt{\sum_{i\in D}(g(\underline{x}_i)-\overline{g_D})^2}}$$

avec $D$ un voisinage autour du point $i$,
$f(\underline{X}_i)$, $g(\underline{x}_i)$ les niveaux de gris de référence et déformée du point $i$,
$\overline{f_D}$, $\overline{g_D}$ les moyennes des niveaux de gris sur $D$.
$C$ dépend de $\phi$ de par $g(\underline{x}_i)$ selon l'Équation 6.1.

Comme la transformation $\phi$ est inconnue, on en recherche une approximation $\phi_0$ sur le domaine de voisinage $D$, qui minimise $C(\phi)$. On fait l'hypothèse de petits déplacements et de mouvements simples de translation ou de transformation homogène du domaine $D$. Il s'agit alors de déterminer les deux composantes de déplacement minimisant le coefficient de corrélation. L'algorithme de minimisation est d'abord résolu au pixel près. Ensuite, un second algorithme de recherche *sub-pixel* développé par Doumalin [DOU 00] est résolu permettant une meilleure solution.
Cette étape [SUT 83][SUT 86] permet de connaître le déplacement $\underline{u}$ dans le plan des points de coordonnées $\underline{X}_i$ selon :

**Équation 6.5** $$\underline{u}(\underline{X}_i) = \phi_0(\underline{X}_i) - \underline{X}_i$$

*calcul des déformations*

A partir du champ local de déplacement ainsi obtenu, sont calculées les déformations locales. La déformation en un point est calculée à partir de la moyenne du gradient de transformation sur un voisinage proche [ALL 94]. Une hypothèse de linéarité du déplacement est faite entre deux points de mesure.

Plusieurs tenseurs du second ordre existent pour décrire les déformations locales d'un corps. Dans notre cas, la représentation est faite par le tenseur de Green-Lagrange, qui sur la configuration de référence, peut s'écrire :

**Équation 6.6** $$\underline{\underline{E}} = \frac{1}{2}(\underline{\underline{F}}^T . \underline{\underline{F}} - \underline{\underline{1}})$$

avec $\underline{\underline{F}}$ le gradient de la transformation $\phi$ tel que $\underline{\underline{F}} = \frac{\partial \phi}{\partial \underline{X}}$

En faisant l'hypothèse réaliste de petites déformations, il est possible d'utiliser la forme linéarisée du tenseur de déformation, plus pratique d'emploi :

**Équation 6.7** $$\underline{\underline{\varepsilon}} = \frac{1}{2}(\underline{\underline{F}}^T + \underline{\underline{F}})$$

La difficulté du calcul des déformations réside dans le fait que la transformation $\phi$ dont dérive $\underline{\underline{F}}$ n'est connue que de manière discrète. La déformation en un point est déterminée par la moyenne du gradient de la transformation sur un domaine d'intégration délimité par la position des points de mesure proches du point considéré. Cette moyenne est calculée par une intégrale de contour en formulant l'hypothèse d'interpolation linéaire du déplacement entre deux points de mesure. Plusieurs schémas d'intégration (désignés de 0 à 3) avec des tailles différentes de voisinage *D* sont disponibles dans le logiciel *CorrelManuV*, suivant si l'on souhaite privilégier l'aspect local de la grandeur ou sa précision (Figure 6.2).

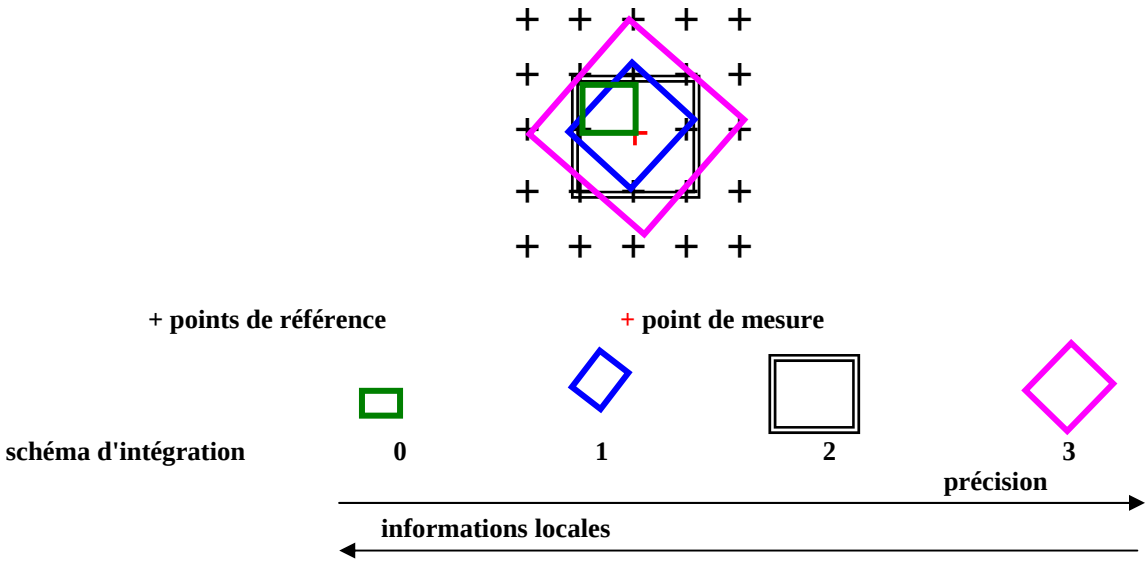



**Figure 6.2 – Schémas d'intégration.**

Le choix du schéma considéré conditionne à la fois la définition de la base de mesure des déformations, l'incertitude et la résolution spatiale. L'incertitude sur la valeur de déformation croît avec l'augmentation du nombre de points de mesure pris en compte. Mais, en contre partie, puisque le domaine considéré est plus grand, la résolution spatiale diminue. Ainsi il est nécessaire de trouver un **compromis entre incertitude de la mesure et résolution spatiale**.

La composante hors-plan (*i.e.* normale au plan de l'image) du tenseur des déformations peut être évaluée sous différentes hypothèses (axisymétrique, isochore et plane). Nous avons choisi l'**hypothèse d'axisymétrie** dont nous discuterons les intérêts lors des dépouillements dans les *Partie IV* et *Partie V*.

### 6.1.3 - Echelles d'observations et matériels utilisés

Dans nos travaux, plusieurs échelles complémentaires sont mises en œuvre pour investiguer les évolutions des déformations et de la microstructure lors des sollicitations hydriques et mécaniques. Ces échelles d'observation ainsi que les matériels utilisés dépendent du type de sollicitation (Figure 6.3). Dans tous les cas, les surfaces observées sont celles des éprouvettes cylindriques de section circulaire de diamètre 36 mm et de hauteur 72 mm.

Dans le but de qualifier le caractère hétérogène ou homogène de la réponse en déformations, en lien direct avec la structure de l'éprouvette ou la microstructure de la roche, trois échelles complémentaires sont mises en œuvre lors des sollicitations hydriques et mécaniques :

- une **approche à l'échelle globale de l'éprouvette** (hauteur 72 mm), désignée par **Macro DIC**, qui permet de visualiser des champs de 50×70 $mm^2$ avec une taille de pixel de 60 µm,
- une **approche locale à l'échelle de la microstructure** (phases minérales de quelques dizaines de microns), désignée par **Micro DIC**, qui permet d'observer des champs de l'ordre de 1,5×1,5 $mm^2$, avec une taille de pixel de 0,7 µm,
- une **approche à une échelle intermédiaire** par rapport aux deux précédentes, désignée par **Méso DIC**, soit typiquement des champs de 18×18 $mm^2$, avec une taille de pixel de la dizaine de micron.

Deux caméras numériques (caractéristiques données dans le Tableau 6.1) sont utilisées.

**Tableau 6.1 – Caractéristiques des deux caméras numériques utilisées.**

| Désignation commerciale de la caméra | *Basler* | *Spot* |
|---|---|---|
| Technologie de la matrice | CCD | CCD |
| Taille de la matrice CCD | 6×8 $mm^2$<br>1 pixel = 6,45 µm | 15,15×15,15 $mm^2$<br>1 pixel = 7,4 µm |
| Taille des images | 1 300×1 030 pixels | 2 048×2 048 pixels |
| Codage | 8 bits<br>(256 niveaux de gris) | 14 bits<br>(convertis ensuite en 256 niveaux de gris) |
| Logiciel utilisé pour les réglages d'imagerie | *Coriander* | *Spot Basic* |
| Logiciel utilisé pour l'acquisition des images | *DcamAqx* | *Spot Basic* |

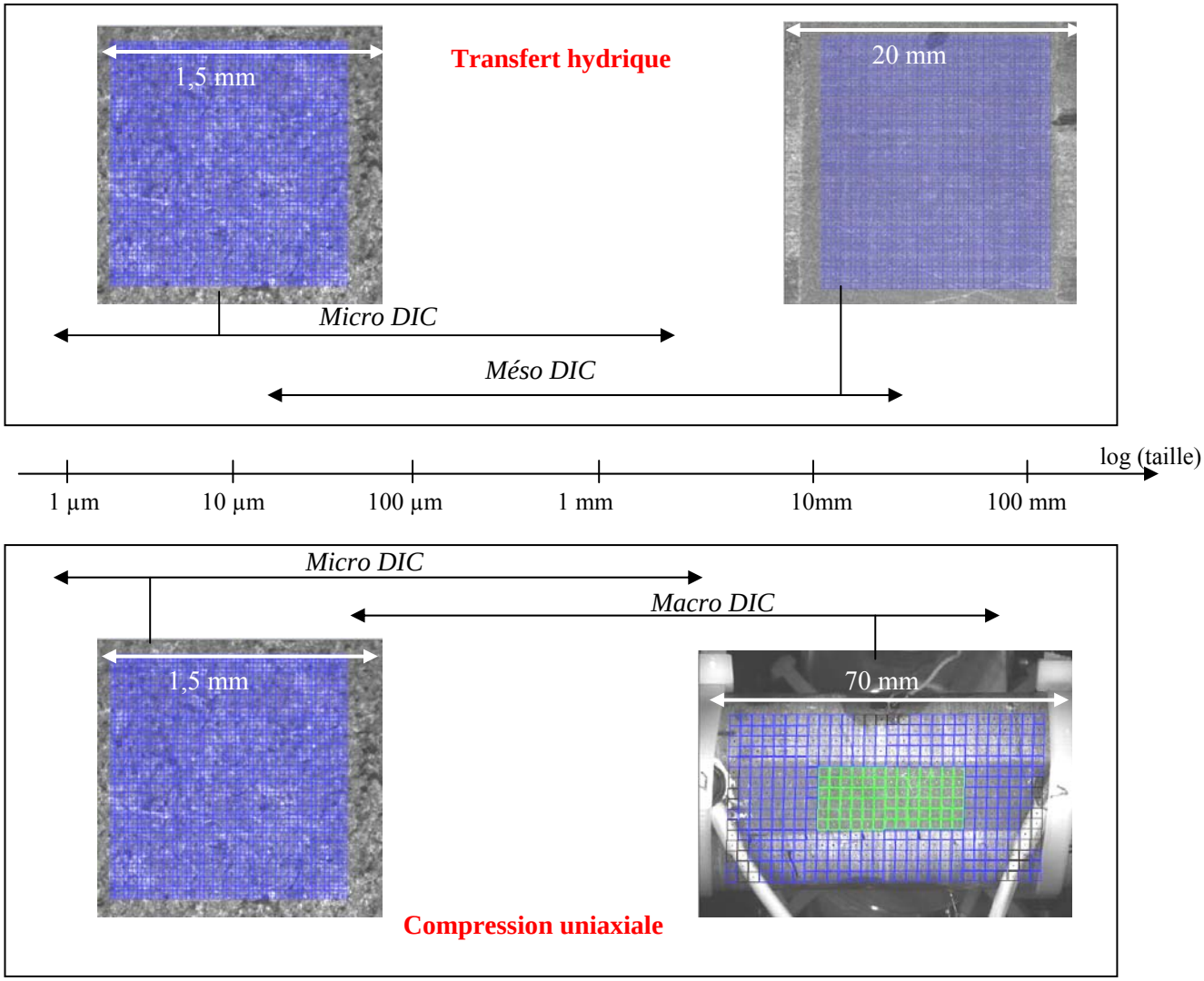



**Figure 6.3 – Mise en œuvre de l'extensométrie optique par corrélation d'images acquises à différentes échelles suivant les types d'essai.**

Les montages optiques (objectifs, bagues allonges[9] et autres accessoires) sont mentionnés ci-après selon le type d'essai. Toutefois, pour les approches Micro DIC (aussi bien pour le transfert hydrique que la caractérisation mécanique), les objectifs employés sont des objectifs de microscope optique (grandissement ×10) qui présentent une profondeur de champ quasi-nulle (de l'ordre de 4 µm comme estimé au *§ 6.1.3.2*). Ceci a pour conséquence l'observation de surfaces planes obtenues par polissage (méplat). Celui-ci est réalisé mécaniquement au papier carbure (successivement aux grades 220, 320, 500, 800, 1200, 2400 et 4000, ce dernier correspondant à des tailles de grains de 5 µm) à sec et avec une vitesse de rotation de l'ordre de 250 tr/mn pour un plateau de polissage de diamètre de 250 mm.

A l'échelle Micro DIC, l'éclairage est un point essentiel pour réaliser une corrélation satisfaisante. En particulier, l'**angle du faisceau lumineux par rapport à la surface observée** joue un rôle très important sur la représentation de la surface observée (Figure 6.4) :

- en éclairage normal, la microstructure est révélée (on distingue aisément des grains en gris clair et une matrice en gris foncé). Cependant, avec cet éclairage, le marquage au sein de

[9] Une *bague allonge* est un tube creux permettant d'ajuster le grandissement optique et ainsi la zone d'étude. L'emploi d'une bague allonge induit une perte de lumière d'autant plus importante que la longueur de la bague est grande.

chacune des phases minéralogiques n'est pas assez contrasté pour permettre d'évaluer les déformations des phases elles-mêmes (la taille caractéristique du contraste est trop importante pour réaliser une corrélation satisfaisante à l'échelle Micro DIC).

- un éclairage latéral (un angle proche de 45° entre le faisceau et la surface observée apparaît comme un compromis satisfaisant) révèle au contraire des tailles caractéristiques du contraste plus petites en particulier dans les zones de matrice argileuse (gris foncé) comme l'illustrent les agrandissements de la Figure 6.4. Par contre, la microstructure n'est plus révélée directement.

Le critère de corrélation s'effectuant sur les fluctuations des niveaux de gris (Équation 6.4), la constance de luminosité n'est pas requise. Par contre en cas de variations de luminosité au cours de la sollicitation, il est important que celles-ci soient homogènes sur une fenêtre de corrélation : les termes *a* et *b* de l'Équation 6.3 relatifs au contraste et à la brillance de l'image sont modifiés mais sans conséquence sur le critère de corrélation.

Après le développement de plusieurs solutions techniques, nous avons finalement opté pour une source lumineuse produite par diodes électroluminescentes qui ont l'avantage de fournir un faisceau lumineux constant, *froid* et focalisé parallèlement, ce qui n'est pas le cas des éclairages par filament incandescent. De plus, comme explicité par la suite, cette source lumineuse a bénéficié d'un montage d'amarrage spécifique pour garder la même position par rapport à l'axe optique et ainsi conserver le contraste local qui est associé à des phénomènes de réflexion dépendant des configurations géométriques source-objet-microscope.

Pour les différentes échelles, après différents tests, nous avons choisi :

- des tailles de domaine de 30×30 pixels, tailles nécessaires pour atteindre des incertitudes de déformations inférieures à $10^{-3}$,
- le schéma d'intégration 2 (Figure 6.2) qui fournit une déformation au point de mesure à partir de la moyenne du gradient de transformation sur le voisinage des huit premiers voisins. Ce schéma présente l'avantage d'être centré sur le point de mesure et assure un bon compromis entre incertitudes et localité de l'information. Toutefois, à l'échelle Micro DIC, nous avons aussi utilisé le schéma d'intégration 1 qui est plus local ; les résultats obtenus entre les schémas 1 et 2 ont été dans tous les cas très proches (le schéma 0 a été exclu car il n'est pas centré sur le point de mesure).

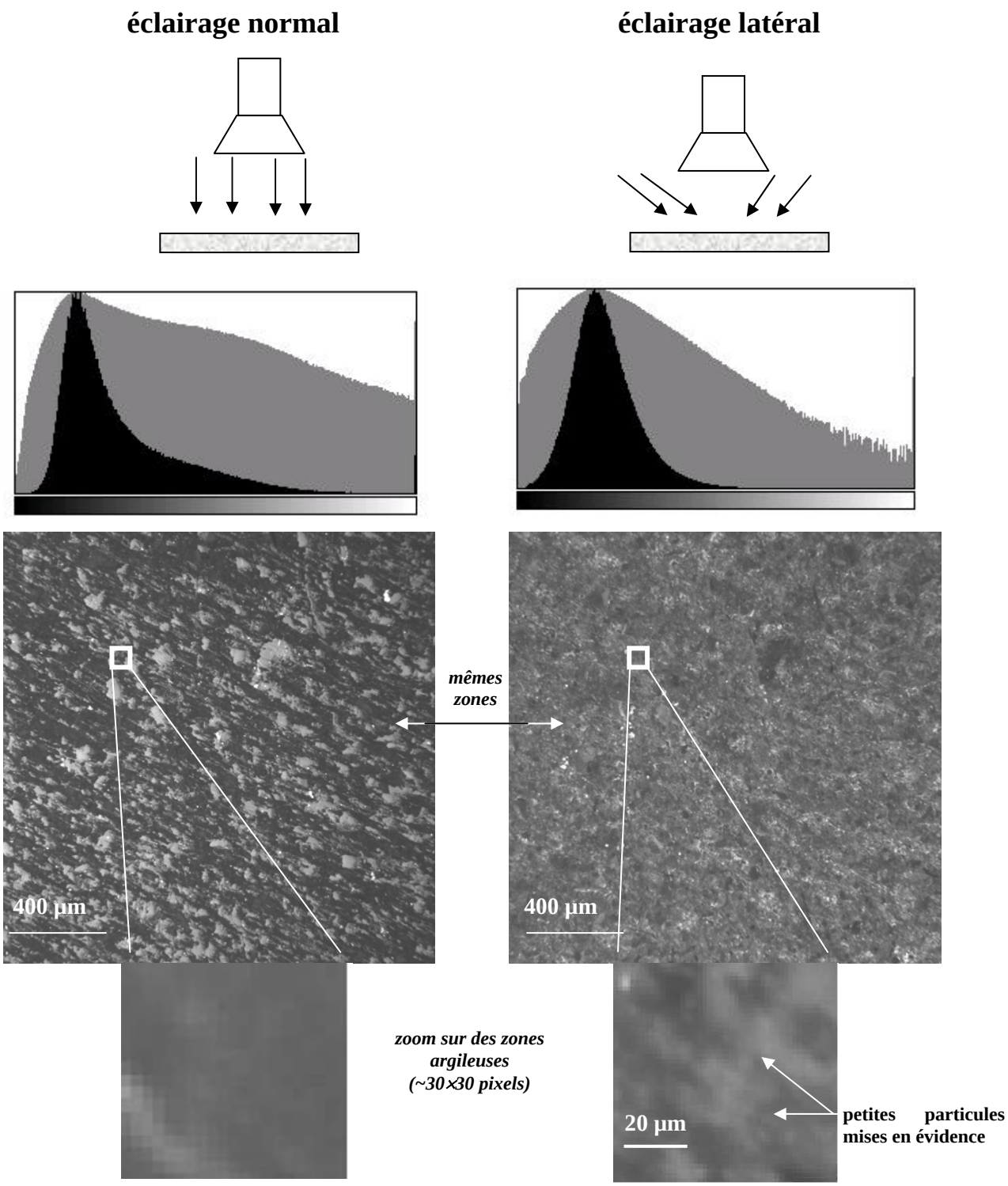



**Figure 6.4 – Images et histogrammes associés, en mode d'éclairage normal (gauche) et latéral (droite) lors d'observation Micro DIC.**

**Contrairement au mode d'éclairage normal, les niveaux de gris obtenus en éclairage latéral présentent un meilleur étalement et une non-saturation des niveaux ainsi que des tailles caractéristiques de contraste plus petites (de l'ordre de quelques microns) ; cet ensemble de conditions sur l'image permet de réaliser une corrélation d'images satisfaisante. L'acquisition des images pendant la sollicitation hydrique ou mécanique se fait en mode d'éclairage latéral, la microstructure étant préalablement observée en éclairage normal afin de superposer les cartes de déformation aux différentes phases minérales.**

### 6.1.3.1 - Extensométrie optique au cours des essais de transfert hydrique

Pour le calcul des déformations liées au transfert hydrique, **les images sont acquises avant et après la succion**. Deux échelles d'observation sont considérées : l'échelle **Méso DIC** et l'échelle **Micro DIC**. La caméra de marque *Spot* (Tableau 6.1) est utilisée et les caractéristiques des montages optiques sont données dans le Tableau 6.2 et sur la Figure 6.5.

**Tableau 6.2 – Caractéristiques des montages optiques utilisés lors des acquisitions d'images pour les essais de transfert hydrique.**

| Type d'essai | Caméra numérique | Montage optique | Eclairage | Temps de pose | Champ optique |
|---|---|---|---|---|---|
| Méso DIC | *Spot* | - lentille-objectif *Schneider* 90 mm<br>- allonges 125 mm<br>- bague de mise au point 17,4/29,4 mm<br>- adaptateur V/C (diaphragme 3) | annulaire (diamètre 112 mm) juste devant l'objectif | ~4,6 ms | 18×18 $mm^2$<br>1 pixel ~ 8,8 µm |
| Micro DIC | *Spot* | - microscope optique *Polyvar MET*<br>- objectif ×10,<br>- zoom ×1 | - normal : microscope optique (microstructure)<br>- latéral : LED (contraste) | - éclai. normal : ~4 ms<br>- éclai. latéral : ~45 ms | 1,5×1,5 $mm^2$<br>1 pixel ~ 0,74 µm |

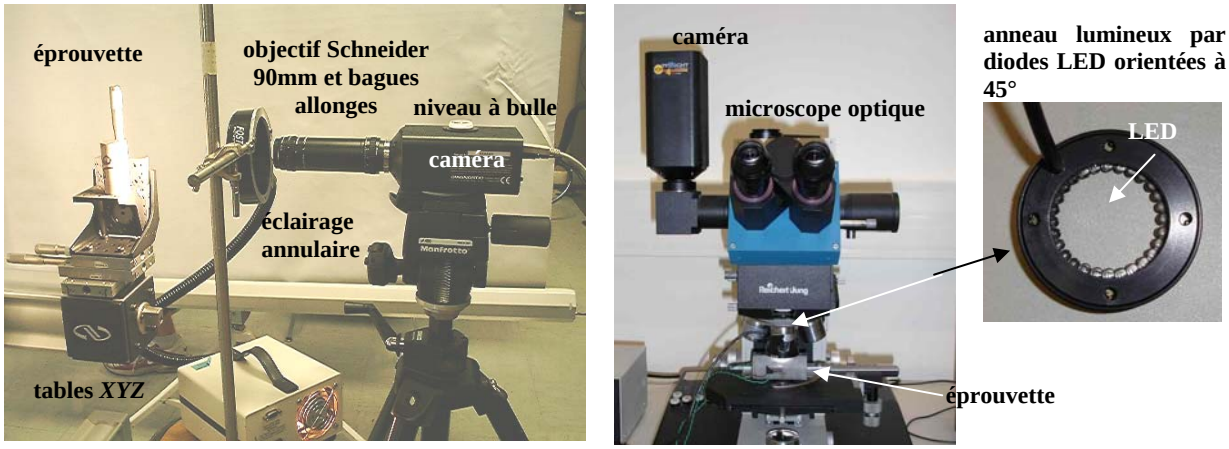


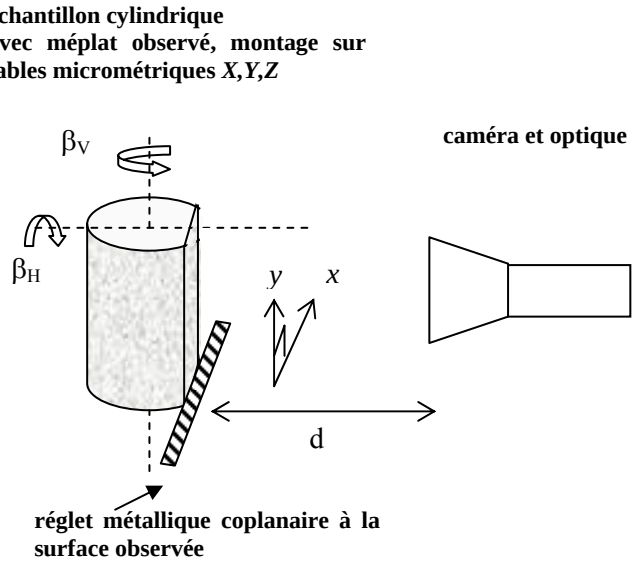

**Figure 6.5 – Montages optiques pour l'acquisition des images pour le transfert hydrique.**

Pour les acquisitions *post*-succion, une des difficultés majeures est de retrouver les zones d'intérêt sélectionnées avant la succion et de se repositionner à l'identique (distance caméra-objet[10], champs superposés, orthogonalité entre l'axe optique et la surface, conditions similaires de luminosité et de contraste…). En plus du positionnement géométrique de l'éprouvette sur le montage optique, pour certaines succions, les états de surface ont grandement évolué de par des phénomènes actifs pendant la succion (oxydation des sulfures, gonflement de certaines phases argileuses en particulier pour les fortes humidités …).

A l'échelle Méso DIC, le repositionnement géométrique est un point particulièrement délicat. Le repositionnement après succion de la fenêtre observée avant succion nécessite de retrouver des valeurs identiques pour les paramètres suivants décrits dans la Figure 6.6 :

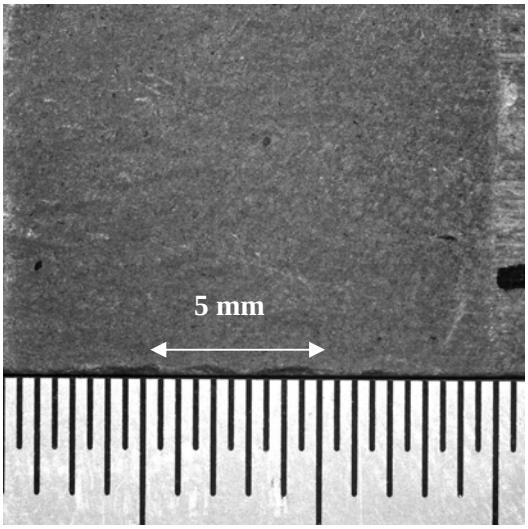
[10] La distance caméra-objet est d'abord grossièrement déterminée au mètre à coulisse d'après les abaques fournies avec les optiques, puis finement par la mise au point à l'ouverture maximale.

- coordonnées *x, y* : un repérage au feutre est réalisé tous les centimètres, sur le bord du méplat. Par comparaison des détails de l'image acquise avant succion, un ajustement est réalisé par des mouvements de l'échantillon par rapport à la caméra *via* des platines micrométriques.
- rotation $\beta_H$ par rapport à un axe horizontal non connu : afin de s'affranchir de ce point, la caméra et le support de l'échantillon sont positionnés à l'horizontale à l'aide d'un niveau à bulle.
- grandissement : afin que le grandissement soit le même avant et après succion, la distance *d* entre le méplat observé et l'objectif doit être identique, ce qui n'est pas évident à respecter précisément. Nous avons positionné sur le méplat un réglet comportant des graduations de 0,5 mm (Figure 6.6-b) ; nous ajustons alors la distance *d* pour retrouver la même valeur de grandissement.
- rotation $\beta_V$ par rapport à l'axe vertical : ce point est délicat et est corrigé à l'œil sans contrôle satisfaisant. Un écart sur $\beta_V$ se traduit par un gradient latéral sur les cartographies comme illustré en *Annexe D2*.




*x, y* : repère cartésien relatif au méplat
$\beta_V$ : angle de rotation de l'échantillon par rapport à un axe vertical
$\beta_H$ : angle de rotation de l'échantillon par rapport à un axe horizontal
*d* : distance entre le méplat et l'objectif.

**(a) positionnement géométrique de l'échantillon par rapport à la caméra.**




**(b) observation d'un réglet positionné sur le méplat pour ajuster le grandissement.**

**Figure 6.6 - Positionnement des échantillons en Méso DIC.**

**Le réglet est solidaire du support de l'éprouvette (et non de la caméra). Celle-ci est disposée sur ce support et le méplat est positionné de telle sorte qu'il soit coplanaire au réglet. Il s'agit d'un simple ajustement à l'œil qu'il faudrait améliorer dans le futur.**

Pour l'échelle Micro DIC, les images sont acquises selon les deux modes d'éclairage décrits précédemment (faisceau lumineux normal qui est celui du microscope optique et un éclairage latéral par diodes électroluminescentes en lumière blanche, portées par un anneau s'adaptant sur les objectifs du microscope, avec une orientation du faisceau lumineux à 45° par rapport à l'axe optique comme l'illustre la Figure 6.5). A cette échelle, le repositionnement des surfaces après succion est facilité par la profondeur de champ quasi-nulle du microscope optique qui, sur des critères de netteté, sert de contrôle pour ajuster *d*, $\beta_H$ et$\beta_V$.

Les bases de mesure des déformations dans *CorrelManuV* avec le schéma d'intégration 2, sont respectivement de 520 µm et de 44 µm pour les échelles Méso DIC et Micro DIC.

### 6.1.3.2 - Extensométrie optique au cours des essais de compression uniaxiale

Au cours des essais de compression uniaxiale, deux échelles sont investiguées : l'échelle **Macro DIC** sur l'ensemble de la hauteur de l'éprouvette, et l'échelle **Micro DIC**. Les caractéristiques des montages optiques mis en œuvre pour l'acquisition des images pendant la sollicitation mécanique sont données dans le Tableau 6.3.

Pour l'échelle Macro DIC, nous utilisons la caméra de marque *Basler* (Tableau 6.1), équipée d'un objectif *Schneider* 90 mm et de bagues allonges (Tableau 6.3 et Figure 6.7). Le champ optique couvre l'ensemble de la hauteur de l'éprouvette. Même si la profondeur de champ est suffisante pour observer toute la surface d'une éprouvette cylindrique de diamètre 36 mm, un méplat poli (de largeur 15 mm sur toute la hauteur de l'éprouvette) est réalisé pour des raisons de symétrie vis-à-vis des contraintes appliquées (un méplat est nécessaire pour l'échelle Micro DIC et est diamétralement opposé à celui observé en Macro DIC). Toutefois, l'*Annexe E1* montre l'importance de ce méplat à l'échelle Macro DIC pour le calcul des déformations. Le contraste naturel éclairé par un anneau de lumière circulaire (filament incandescent avec guides par fibres optiques) permet d'obtenir des niveaux de gris à la fois étalés et distribués spatialement de manière satisfaisante pour réaliser l'appariement par corrélation comme l'illustre la Figure 6.7 sur le méplat poli et la surface brute de carottage. Afin d'éviter des problèmes de réflexion localement trop importante (en particulier sur les bords du méplat) conduisant à des zones saturées sur les images, des polariseurs croisés sont disposés devant l'éclairage et devant l'objectif. Au cours de la sollicitation mécanique, les images sont acquises toutes les secondes.

Les observations réalisées à l'échelle plus fine (Micro DIC) ont nécessité des **développements spécifiques** et des choix techniques au niveau des optiques et de l'éclairage pour obtenir des qualités d'image et un contraste satisfaisants (Figure 6.8). Nous nous sommes attachés particulièrement à réduire quasi-totalement le vignettage qui, dû à une répartition inégale de la lumière, se traduit par une réduction progressive de la luminosité du centre vers la périphérie de l'image. L'acquisition est réalisée avec la caméra de marque *Spot* (Tableau 6.1).
Un objectif de microscope optique (de marque *Mitutuyo*, de grandissement ×10) est combiné à une lentille de tube de 200 mm. La profondeur de champ $P_c$ peut être calculée à partir de la relation suivante :

**Équation 6.8** $$P_c \approx \frac{n\varepsilon'}{G\alpha'}$$

avec $n$ l'indice du milieu observé,
$\varepsilon'$ le rayon de la tâche de diffraction,
$G$ le grandissement,
$\alpha'$ l'ouverture numérique de l'objectif.
soit dans notre cas :
$n = 1$ (air) ; $\varepsilon' = 10$ µm (dans le cas de l'objectif ×10 utilisé) ; $G = 10$ ; $\alpha' = 0{,}28$
d'où $P_c \approx 4$ µm

Etant donnée cette très faible valeur de profondeur de champ, le banc optique est monté sur une table micrométrique à trois axes *XYZ* pour permettre des positionnements fins du système optique par rapport à la surface observée et suivre en cours d'essai la zone d'intérêt dans son mouvement global. Ce dernier point a pour but de garder la zone de recouvrement la plus grande possible sur l'ensemble des images acquises pendant l'essai, et de conserver les configurations locales de l'éclairement. En considérant une déformation maximale de 1%, le centre de l'éprouvette de hauteur 72 mm se déplace de 360 µm, ce qui représente environ le quart de la zone d'intérêt en Micro DIC : il est donc nécessaire de suivre la zone choisie en déplaçant la caméra. Ce recentrage manuel effectué en cours d'essai a une précision de l'ordre de la vingtaine de microns entre les première et dernière images d'un essai. L'éclairage se fait par l'intermédiaire de diodes électroluminescentes montées sur des volets mobiles

orientables, eux-mêmes solidaires de l'objectif[11]. Pour l'acquisition des images traitées postérieurement par corrélation, nous avons choisi un angle entre le faisceau et la surface observée de l'ordre de 45°, ce qui fournit une dispersion étalée des niveaux de gris. Un repérage initial de la microstructure sur la zone suivie au cours du chargement est effectué en éclairage normal (le dispositif lumineux se fait par l'intermédiaire d'un cube-miroir semi-réfléchissant monté juste en amont de l'objectif).

**Tableau 6.3 – Caractéristiques des montages optiques utilisés lors des acquisitions d'images pour les essais mécaniques.**

| Type d'essai | Caméra numérique | Montage optique | Eclairage | Temps de pose | Taille de l'image |
|---|---|---|---|---|---|
| Macro DIC | *Basler* | - lentille-objectif *Schneider* 90 mm<br>- allonges 56 mm<br>- bague de mise au point 17,4/29,4 mm (réglage mini) | - annulaire (diamètre 112 mm) à 15 cm devant l'éprouvette<br>- polariseurs sur annulaire et objectif en extinction | ~40 ms | 72×56 $mm^2$<br>1 pixel ~ 55 µm |
| Micro DIC | *Spot* | - tube 230 mm + lentille de tube de distance focale 200 mm<br>- cube-miroir semi-réfléchissant<br>- objectif *Mitutoyo* ×10 (f=20mm)<br>$\alpha' = 0,28$ | - normal : LED (microstructure)<br>- latéral : 2 LED 45° (contraste) | - éclai. normal : ~21 ms - $\gamma$ 0,4<br>- éclai. latéral : ~6 ms - $\gamma$ 1 | 1,5×1,5 $mm^2$<br>1 pixel ~ 0,74 µm |

**$\gamma$ correspond à la fonction de transfert de linéarisation de la caméra.**

[11] Le fait de rendre solidaire l'éclairage de l'axe optique permet d'assurer un centrage constant de l'éclairage sur la zone d'intérêt observée qui se déplace au cours de la sollicitation, et de conserver ainsi le contraste local lié aux réflexions locales, ce qui est déterminant pour le critère de corrélation en Micro DIC.

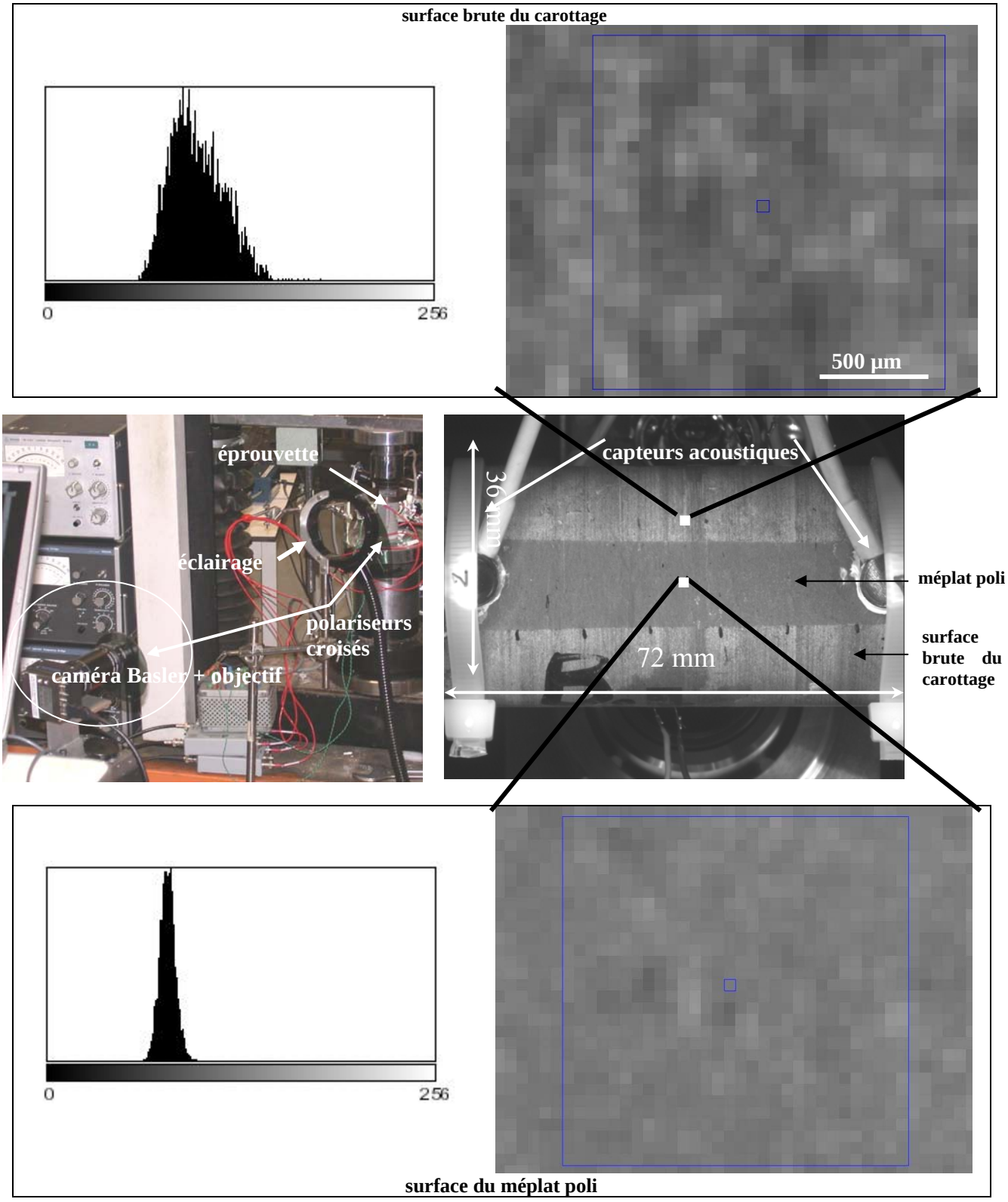



**Figure 6.7 – Matériels et images acquises dans l'approche Macro DIC au cours des compressions uniaxiales.**

**Les carrés bleus correspondent à des domaines de corrélataion de 30×30 pixels.**
**La surface brute de carottage apparaît plus propice pour la corrélation par rapport à la taille caractéristique des fluctuations spatiales du contraste et sa dynamique en niveaux de gris.**

L'ensemble du montage est disposé sur un pied Newport, assemblé de telle sorte qu'il soit le plus stable possible (Figure 6.8). En effet, les vibrations mécaniques sont particulièrement critiques pour la qualité des images (netteté) à l'échelle Micro DIC. C'est la raison pour laquelle les essais sont conduits sur une **presse électromécanique** et non sur une machine hydraulique pour laquelle les vibrations mécaniques du vérin et du groupe hydraulique sont transmises par le sol.
En Micro DIC, des images sont acquises à des intervalles de temps de l'ordre de 5 secondes (la durée d'un essai est typiquement de 800 s). L'**acquisition est manuelle** car, en cours d'essai, il faut d'une part, refaire la mise au point, et d'autre part, recadrer la zone d'intérêt car cette zone se déplace, d'où l'intérêt de l'utilisation de tables micrométriques *XYZ* pour effectuer ces recalages de façon précise.

A l'échelle de l'éprouvette, les déformations obtenues par Macro DIC sont comparées aux données des jauges de déformation et présentent l'avantage de connaître les niveaux de déformation en tout point de la surface observée, ce qui permet de mettre en évidence des hétérogénéités de déformation à l'échelle de la structure, et de pallier certaines ruptures prématurées des jauges. La base de mesure en Macro DIC est de 3,6 mm, ce qui est inférieur d'un facteur 3 par rapport aux jauges (base de mesure de 10 mm).
A l'échelle locale (Micro DIC), la base de mesure étant de l'ordre de 45 µm (avec le schéma 2 d'intégration et une taille de domaine *D* de 30 pixels), **les déformations peuvent être corrélées aux zones soit fortement carbonatées ou silteuses, soit fortement argileuses, ou aux grains de taille supérieure à la base de mesure**. La déformabilité de chacune de ces zones (identifiées par des images acquises en éclairage normal) peut ainsi être appréhendée.

### 6.1.4 - Données de sortie

Plusieurs types de données peuvent être produits par les traitements des images par corrélation. Les démarches suivies pour la mesure des déformations par extensométrie optique (acquisition et exploitation des données) sont présentées au *§ 6.1.6* de façon synthétique pour les sollicitations hydriques (Figure 6.10) et mécaniques (Figure 6.11).
Au cours de la sollicitation, les grandeurs conventionnelles (lors des succions : masse et déformations par jauges ; lors des essais mécaniques : déformation par jauges, force, déplacement) sont mesurées ; en parallèle, des images sont acquises à des intervalles donnés de temps au cours de la sollicitation. Ces images sont ensuite traitées *via* le logiciel *CorrelManuV*. Les données de sortie sont les déformations selon les définitions explicitées au *Chapitre 7* (axiale, orthoradiale, volumique, équivalente…) dont les représentations peuvent être présentées sous forme :

- de **cartographies de déformation** sur le champ optique investigué : afin de visualiser correctement ces déformations, les échelles de couleur sont souvent adaptées au niveau des déformations de chaque carte, ce qui rend parfois difficile leur lecture, en particulier lors de la réalisation d'un montage en diaporama de ces cartes. Mais pour l'ensemble des cartes, adopter l'amplitude des déformations maximales (*a priori* celle de la rupture finale) masquerait des éventuelles hétérogénéités de déformation à des stades bien antérieurs à la rupture. Les cartographies permettent une représentation visuelle agréable, explicitant au cours du chargement, les éventuelles hétérogénéités de localisation des déformations aux différentes échelles. En particulier, ces cartographies fournissent une corrélation au moins qualitative, des déformations locales avec la microstructure.

- de **tableaux chiffrés** : pour chaque image traitée, les déformations peuvent être calculées sur la globalité de la zone d'intérêt ou une sous-zone de celle-ci. Il est ainsi possible de comparer les déformations ainsi acquises par les techniques d'extensométrie, aux déformations *globales* provenant des méthodes conventionnelles telles que les jauges de déformation ou le capteur de déplacement.

Ces deux formats de visualisation permettent d'examiner le caractère homogène ou hétérogène des déformations ainsi que leur répartition spatiale en fonction du niveau de sollicitation et selon l'échelle choisie.

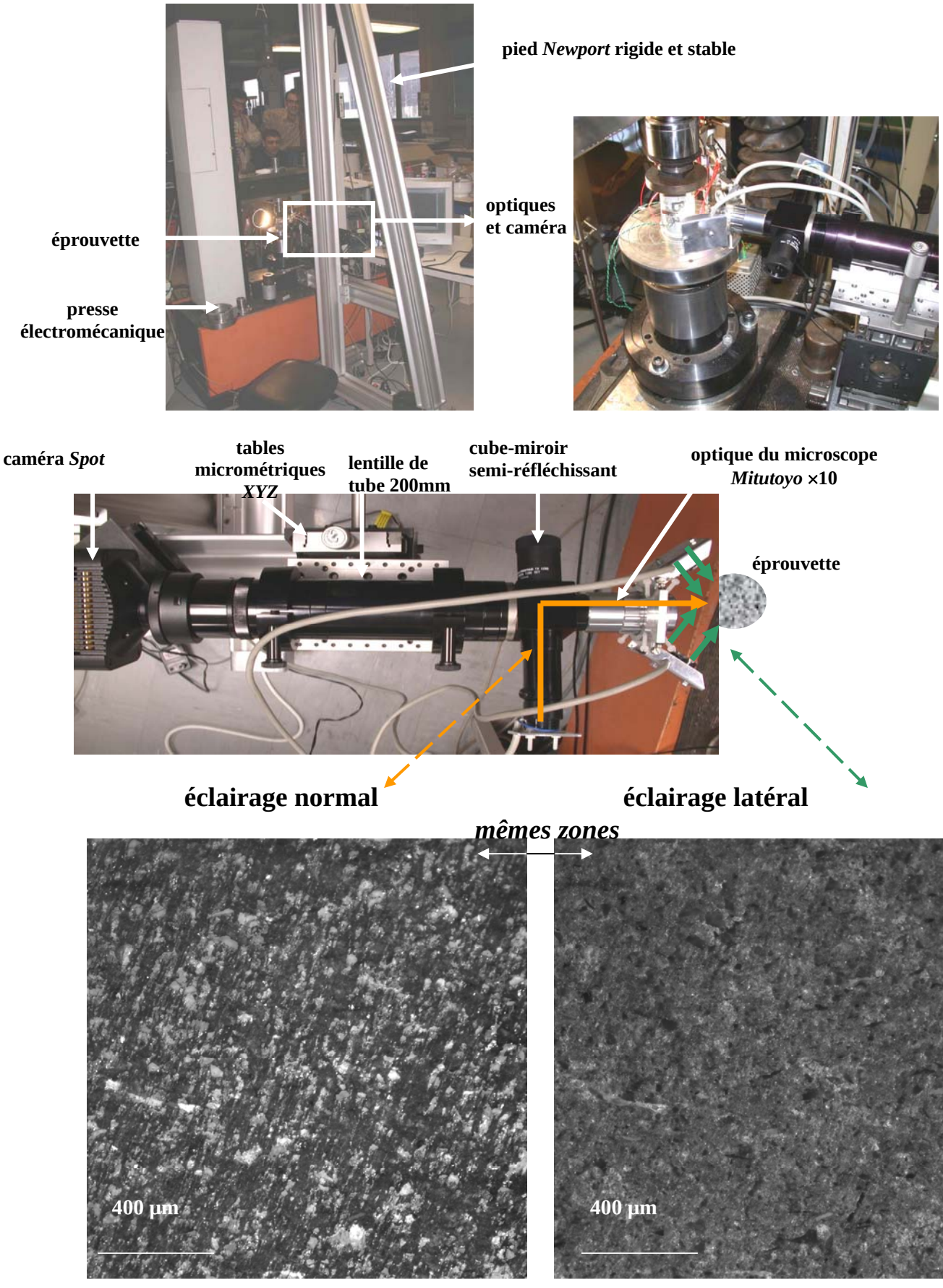



**Figure 6.8 – Matériels et images acquises à l'échelle Micro DIC au cours des compressions uniaxiales.**

### 6.1.5 - Incertitudes sur les mesures de déformation par corrélation d'images

Dans cette paragraphe, nous cherchons à estimer les incertitudes de mesure des déformations par la technique d'extensométrie à partir d'images acquises par caméra numérique. Le lecteur pourra aussi se reporter à la communication de M.Bornert *et al.* [BOR 08] dans laquelle sont discutés les niveaux et les causes d'incertitude des mesures de déformation par *DIC* effectuées dans nos travaux.
Les erreurs de cette technique de mesure mettant en œuvre des images peuvent avoir diverses origines telles que :

- le positionnement géométrique,
- la qualité des images,
- les calculs des champs de déplacement et des déformations.

Le premier point a déjà été discuté selon le type de montage et certains aspects sont traités dans les *Annexe D* et *Annexe E*.

#### 6.1.5.1 - Qualité des images

Afin d'apparier par corrélation les images successives acquises au cours d'une sollicitation, ces images doivent être acquises dans des conditions similaires en termes de positionnement géométrique et d'éclairage. Même si nous avons vu que le critère de corrélation choisi est insensible aux variations globales d'éclairage, nous avons choisi d'utiliser un éclairage dont le flux lumineux est stable (notre choix s'est ainsi porté sur des diodes électroluminescentes de puissance à l'échelle Micro DIC). A cette échelle, en éclairage latéral, il est important aussi que le contraste local entre images soit conservé, ce qui impose que les états de surface ne doivent pas évoluer trop grandement entre deux images successives (réflexions locales).
La conservation de ces états de surface au sens des propriétés optiques dépend de la nature de la sollicitation pour laquelle les conditions d'acquisition diffèrent :

- **transfert hydrique** : dans ce cas, l'extensométrie optique consiste en un appariement par corrélation entre une image acquise avant succion et une image acquise après succion. Entre ces deux images, l'éprouvette est démontée puis est placée dans l'atmosphère de succion pendant une période typique de un mois pendant laquelle son état de surface évolue (parfois grandement comme dans le cas des fortes humidités, rendant impossible la corrélation comme nous le verrons par la suite) ; l'éprouvette est ensuite remontée sur le banc optique avec les difficultés de retrouver les mêmes conditions d'imagerie comme évoqué précédemment.
  Pour le cas des transferts hydriques, la conservation des états de surface est le point de faiblesse de notre démarche. Dans l'avenir, il serait souhaitable de réaliser des acquisitions d'images en continu (typiquement avec des intervalles de temps de quelques heures) pendant la succion de façon à avoir des évolutions faibles des surfaces entre deux images successives.

- **essais mécaniques instantanés** : les essais sont d'une durée de quelques minutes (typiquement 800 s) pendant lesquelles l'éclairage par diodes électroluminescentes peut être considéré comme constant. Le mode d'acquisition des images est automatique à l'échelle macroscopique (1 image par seconde). Par contre, pour l'échelle plus locale en Micro DIC, l'acquisition est réalisée manuellement (environ 1 image toutes les 5 secondes) avec un réglage de la mise au point lorsque celle-ci se dégrade et un recadrage de la zone d'observation. Ces réglages interviennent en moyenne toutes les 60 secondes. A cette échelle, de par un déplacement hors-plan de la surface observée, la source la plus importante d'erreurs est une dégradation de la mise au point pour les images acquises juste avant les re-réglages. C'est pour cette raison que ces images sont repérées et ôtées manuellement lors du calcul de corrélation. De plus, les mouvements hors-plan introduisent des variations de grandissement qui même faibles, sont une source d'erreur supplémentaire (*cf. Annexe E*).

Les choix des optiques, des bagues allonges, des éclairages et des caméras à haute résolution sont faits de façon à limiter fortement les imperfections des images acquises (distorsion géométrique sur les bords, vignettage).

Afin de permettre une corrélation satisfaisante, il convient que la surface observée contienne un marquage local de motif suffisamment fin par rapport à la taille du domaine de corrélation, ce qui revient à dire qu'il faut l'**existence d'un contraste local en tout point de la surface**. A l'échelle Macro DIC, ce contraste est fourni par la surface brute de carottage de l'éprouvette et celle du méplat poli (*cf.* Figure 6.7), et pour les échelles Méso et Micro DIC, le contraste du méplat plan poli est satisfaisant pour la corrélation (*cf.* Figure 6.8). Ainsi, le dépôt d'un mouchetis n'est pas utile, ce qui présente l'avantage de ne pas masquer la microstructure.

### 6.1.5.2 - Incertitudes sur les mesures des déplacements et des déformations

Nous avons vu que à partir de la mesure des champs locaux de déplacement, on accède au gradient de la transformation $F$ à partit duquel sont déterminées les composantes de la déformation. Des erreurs peuvent ainsi être engendrées.
Nous décrivons brièvement les calculs de ces erreurs ; pour plus de détails, le lecteur pourra se référer aux travaux de Allais *et al.* [ALL 94] et Doumalin [DOU 00].

*erreurs sur le gradient de transformation F*
Pour deux points notés 1 et 2, le gradient de la transformation s'écrit selon :

$$F_{xx}=\frac{x_1-x_2}{X_1-X_2}$$

avec $X_1$ et $X_2$ les coordonnées des points 1 et 2 dans la configuration initiale,
$x_1$ et $x_2$ les coordonnées des points dans la configuration déformée,
$F_{xx}$ le gradient moyen de la transformation sur la base de mesure $X_1$-$X_2$.

L'erreur et la variance peuvent s'écrire :

$$erreur(F_{xx})=\frac{erreur(x_1-x_2)}{X_1-X_2}$$

$$variance(F_{xx})=\frac{variance(x_1-x_2)}{(X_1-X_2)^2}=2\frac{variance(x)}{(X_1-X_2)^2}$$

Dans le calcul de la variance, est faite l'hypothèse de l'indépendance des mesures des positions $x_1$ et $x_2$.

Les erreurs sur $F$ sont liées à la base de mesure choisie donc au schéma d'intégration (Figure 6.2).

L'écart-type $\sigma_{Fxx}$ de la transformation s'exprime en fonction des écarts-types du déplacement $\sigma_x$ et de la base de mesure utilisée selon :

**Équation 6.9** $$\sigma_{F_{xx}}=\frac{\sqrt{2}\sigma_x}{l}$$

avec $l$ la base de mesure.

Doumalin [DOU 00] propose l'expression suivante dans le cas du schéma d'intégration 2 :

**Équation 6.10** $$\sigma_{F_{xx}}=\frac{\sqrt{3}\sigma_x}{2l}$$

*hypothèses sur le calcul des déformations à partir du gradient F*
Le gradient de la transformation *F* est déterminé de façon partielle : les déplacements *u* sont calculés par projection dans le plan d'observation que l'on peut définir par les directions *1* et *2*, la composante 3 hors-plan ne pouvant donc pas être estimée. On a ainsi :

$$\underline{u}=\begin{pmatrix} u_1 \\ u_2 \\ ? \end{pmatrix} \qquad F=\frac{\partial \underline{u}}{\partial \underline{x}}=\begin{pmatrix} F_{11} & F_{12} & ? \\ F_{21} & F_{22} & ? \\ ? & ? & ? \end{pmatrix}$$

Dans le cas du tenseur des déformations de Green-Lagrange, il est nécessaire de faire des hypothèses sur la forme de la transformation ; ainsi l'axe *3* est considéré normal au plan *(1,2)* de l'image et le déplacement $u_3$ selon cet axe est considéré comme constant.

Sous la forme linéarisée du tenseur des déformations, il convient de faire une hypothèse de transformation infinitésimale :

$$\varepsilon=\begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & 0 \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33} \end{pmatrix}$$

Sous différentes hypothèses des modes de déformation (axisymétrique, isochore, plane), la composante hors-plan $\varepsilon_{33}$ peut être évaluée. Cependant, dans l'analyse des résultats d'essai mécanique, nous nous intéresserons aux composantes dans le plan avec une hypothèse d'axisymétrie comme dit au *§ 6.1.2*. Cette hypothèse d'axisymétrie revient à supposer que $\varepsilon_{33}$ est en valeur absolue, la plus petite des déformations principales dans le plan *1,2*.

### 6.1.5.3 - Applications à nos essais : incertitudes sur les mesures des déformations selon le type d'essai et les échelles considérées

Pour évaluer les incertitudes en extensométrie optique par corrélation d'images numériques, nous mettons en œuvre la méthode préconisée par Doumalin [DOU 00] pour des traitements de corrélation sur des images *MEB*. Récemment, Racine [RAC 05] a déterminé les incertitudes par cette méthode à partir d'images acquises par caméras numériques (moyens d'acquisition optique similaires aux nôtres) sur des matériaux métalliques. Ainsi en début d'essai, Doumalin préconise d'effectuer une série de déplacement objet-caméra selon des translations et rotation pures, de traiter les images avec *CorrelManuV* et d'en extraire les champs de déplacement et de déformation résultant de ces tests. Les déformations apparentes résultant de ces déplacements globaux homogènes renseignent sur les incertitudes des calculs de déplacement et de déformation.
Ainsi la procédure de tests développée par Doumalin consiste à acquérir une image avant et après les configurations suivantes :

- absence de transformation : le même champ est acquis deux fois de suite sans aucune modification des conditions de position et d'acquisition,
- translations pures en *x* puis en *y*, d'amplitude comparable aux déplacements attendus au cours de la sollicitation imposée,
- combinaison d'une translation et d'une rotation (une rotation de petite amplitude permet d'évaluer les incertitudes sur des mouvements plus complets et réalistes que lors d'une translation pure).

Notre montage n'étant pas équipé d'un dispositif précis permettant d'effectuer un mouvement de rotation[12], nous effectuons seulement les deux premières étapes.

[12] Pour cela, il aurait fallu disposer d'une platine de précision en rotation montée sur les platines de déplacement linéaire.

Ainsi, nous réalisons les étapes suivantes :
pendant l'essai : acquisitions successives d'images selon les configurations suivantes :

- sans translation,
- translation selon *x,*
- translation selon *y* consécutivement à la translation précédente.

dépouillement avec *CorrelManuV* :

- maillage et corrélation des points dans l'image *déformée* - schéma 2 d'intégration (intégrant les 8 plus proches voisins) et interpolation *subpixel* bilinéaire des niveaux de gris dans l'image *déformée*.
- informations globales : pour chaque configuration, *CorrelManuV* permet de réaliser des analyses statistiques des déplacements apparents calculés en faisant soit une hypothèse de translation pure (commande *StaTranslat*), soit une hypothèse de transformation homogène (commande *StaTransHom*). Ainsi, sont disponibles :
  - en analyse de translation pure, les valeurs moyennes, écarts-types et écarts maxima des déplacements selon les directions *x* et *y*.
  - en analyse de transformation homogène, l'écart-type et les écarts maxima de la différence entre le déplacement mesuré et celui qui serait associé à une transformation homogène de même amplitude que la transformation moyenne mesurée sur la zone d'analyse. Cette analyse peut être plus pertinente qu'une analyse en translation pure dans la mesure où les imperfections géométriques du montage[13] et du mouvement mécanique[14] peuvent induire une déformation apparente même pour un mouvement de translation dans le plan.
- informations locales : les niveaux des déformations calculées pour chaque configuration de déplacement, et leur distribution sont accessibles à partir des tracés des cartes des différentes composantes de déformations ainsi que de leur histogramme de distribution locale (dans *CorrelManuV,* pour chaque cartographie, l'histogramme est calculé et tracé sur la légende des déformations).

Les analyses en mouvement rigide sont des sous-estimations des erreurs réelles : d'autres phénomènes (évolution du contraste, inadaptation de la transformation supposée par rapport à la transformation réelle…) s'ajoutent aux erreurs évaluées dans le cas idéal. Dans le cas des succions hydriques, le repositionnement des éprouvettes sur le banc optique entre les étapes avant et après succion[15], ainsi que les évolutions du contraste pour les fortes humidités sont des sources importantes d'erreur.

*informations globales :*
Le Tableau 6.4 fournit les écarts de déplacement (en pixels) pour les montages de succion à l'échelle Méso DIC et d'essai mécanique à l'échelle Macro DIC pour des déplacements linéaires imposés respectivement de quelques centièmes de millimètre pour les succions et d'incréments de 0,5 mm pour les essais de compression.

[13] Les imperfections géométriques du montage proviennent du parallélisme caméra/platine, de la perpendicularité méplat/axe optique, de distorsions optiques.
[14] Les mouvements linéaires sont imposés au montage optique *via* les tables micrométriques ; toutefois, il est difficile d'imposer une translation pure sans petite rotation associée de par les actions sur le support optique et les jeux des tables micrométriques. Ceci explique les translations vues de quelques dixièmes de pixels sur l'axe autre que celui selon lequel la translation a été effectuée.
[15] L'*Annexe D2* aborde les *fausse*s déformations induites par des variations de grandissement liées au repositionnement.

**Tableau 6.4 – Analyse des tests de déplacements simples selon les types d'essai et d'échelle.**

| **Succion Méso DIC**<br>$D$ = 30×30 pixels<br>Base de mesure des déformations locales = 60 pixels<br>1 pixel = 8,8 µm | | | absence de translation | translation en $x$ | translation en $y$ |
|---|---|---|---|---|---|
| analyse en translation pure | translation moyenne en $x$ :<br>écart-type (écart max) | | 0,01<br>±0,01 | 38,315<br>±0,025 (0,096) | -0,10<br>±0,022 (0,176) |
| | translation moyenne en $y$ :<br>écart-type (écart max) | | -0,08<br>±0,02 | -0,227<br>±0,016 (0,076) | -15,09<br>±0,023 (0,170) |
| analyse en déformation homogène | écart de la fluctuation /<br>transformation homogène | $x$<br>$y$ | - | 0,018<br>0,010 | 0,020<br>0,012 |

| **Compression Macro DIC**<br>$D$ = 30×30 pixels<br>Base de mesure des déformations locales = 60 pixels<br>1 pixel = 55 µm | | | absence de translation | translation en $x$ | translation en $y$ |
|---|---|---|---|---|---|
| analyse en translation pure | translation moyenne en $x$ :<br>écart-type (écart max) | | 0,106<br>±0,022 (0,106) | 9,57<br>±0,020 (0,067) | -0,077<br>±0,051 (0,143) |
| | translation moyenne en $y$ :<br>écart-type (écart max) | | 0,089<br>±0,015 (0,024) | 0,072<br>±0,037 (0,122) | 9,83<br>±0,029 (0,200) |
| analyse en déformation homogène | écart de la fluctuation /<br>transformation homogène | $x$<br>$y$ | 0,018<br>0,012 | 0,017<br>0,018 | 0,030<br>0,018 |

**Les valeurs de déplacement sont en pixel.**

**Aux échelles Méso et Macro DIC**, les incertitudes sur les mesures locales sont de l'ordre de quelques centièmes de pixels, ce qui d'après l'Équation 6.10 introduit d**es incertitudes sur les déformations locale de l'ordre de 8.10$^{-4}$** avec une base de mesure de 60 pixels intégrant les 8 premiers voisins, soit 3,6 mm et 520 µm pour respectivement les échelles Macro (compression) et Méso (succion) DIC.

*informations locales :*
A partir des cartographies des déformations de la déformation équivalente (Tableau 6.5), nous obtenons la moyenne et les écarts-types des déformations équivalentes locales. Ces cartographies comportent quelques hétérogénéités de déformation qui sont positionnées sur quelques points isolés. Leur origine peut être due à des niveaux de gris ponctuellement moins étalés (ce qui pénalise alors le calcul de corrélation) et à des évolutions des réflexions locales. Ce dernier cas est particulièrement visible sur la dernière cartographie autour d'une fissure existante (quart supérieur droit de l'image) : le relief créé par la fissure induit des réflexions locales différentes lorsque la position de cette fissure évolue par rapport à l'axe optique lors des déplacements latéraux.
Pour les différentes configurations d'essai **à l'échelle Micro DIC, les incertitudes des déformations locales sont de l'ordre de 5.10$^{-4}$** avec des bases de mesure de l'ordre de 50 µm.

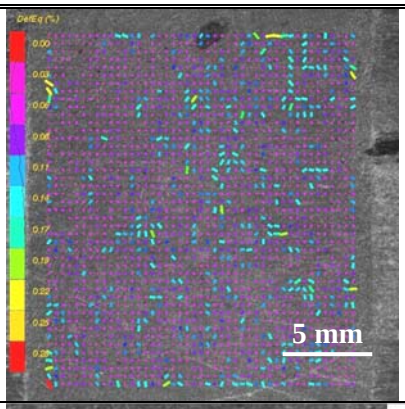
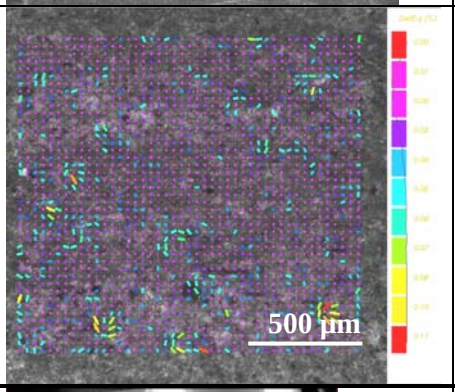
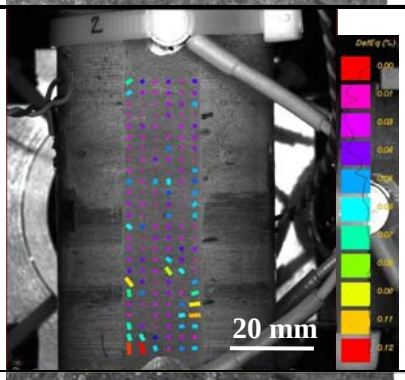
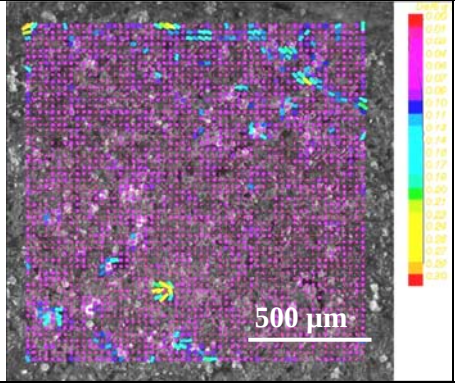
A partir des incertitudes sur les déformations fournies par les histogrammes de $\varepsilon_{équivalent}$ (avec une base de mesure de 60 pixels), l'incertitude sur le déplacement $\sigma_x$ peut être estimée d'après l'Équation 6.10 selon :

**Équation 6.11** $$\sigma_x = \frac{2l\sigma_{F_{xx}}}{\sqrt{3}}$$

avec $\sigma_x$ et $l$ en pixels.

Les incertitudes de déplacement ainsi déterminées sont reportées dans la colonne de droite du Tableau 6.5 et sont de l'ordre de quelques centièmes de pixels quels que soient les montages utilisés.
Les valeurs ainsi obtenues à partir des cartographies locales sont cohérentes avec celles obtenues précédemment à l'échelle plus globale.

**Tableau 6.5 - Cartes de déformation $\varepsilon_{équivalente}$ et écart-type de la déformation après les translations pures selon *x* et *y* pour les sollicitations hydriques et mécaniques aux différentes échelles investiguées (éprouvette *B17*).**

| Sollicitation et échelle | Type de translation | Cartographie des déformations équivalentes | Déformation équivalente moyenne et écart-type | Incertitude sur le déplacement $\sigma_x$ (pixel) d'après Équation 6.11 avec une base de mesure de 60 pixels |
|---|---|---|---|---|
| Succion Méso DIC | après translations *x* et *y* |  | $\overline{\varepsilon_{équivalente}}$ = 0,06 ± 0,06% (écart max=0,20%) | 0,04 |
| Succion Micro DIC | après translations *x* et *y* |  | $\overline{\varepsilon_{équivalente}}$ = 0,02 ± 0,02% (écart max=0,10%) | 0,02 |
| Compression Macro DIC | après translations *x* et *y* |  | $\overline{\varepsilon_{équivalente}}$ =0,04 ± 0,04% (écart max=0,15%) | 0,04 |
| Compression Micro DIC | après translations *x* et *y* |  | $\overline{\varepsilon_{équivalente}}$ =0,035 ± 0,03% (écart max=0,20%) | 0,02 |

*erreurs géométriques :*

Des déplacements hors plan sont possibles en particulier lors des essais mécaniques et se traduisent par des variations de grandissement, ce qui a pour conséquence des erreurs sur les déformations.
Ce type d'erreur est principalement attendu pour le suivi des essais mécaniques à l'échelle Macro DIC. En effet, pour le suivi Micro DIC des essais de compression, nous refaisons régulièrement la mise au point au cours de l'essai du fait de la très faible profondeur de champ des optiques employées à cette échelle (estimée à 4 µm d'après l'Équation 6.8).

Pour évaluer l'incertitude globale liée à des déplacements normaux aux plans *xy* de l'image soit l'axe *z*, une série d'images est acquise en Macro DIC en déplaçant la caméra par rapport à l'objet par incréments successifs de 50 µm sur une course totale de 700 µm. Les images sont ensuite traitées par *CorrelManuV* (l'image *non déformée* est la première acquise) ; les déformations selon les axes *x* et *y* ainsi la déformation équivalente sont reportées sur la Figure 6.9 pour différentes positions hors plan. Ainsi la variation de grandissement est de l'ordre de 0,09% pour 700 µm soit de 0,128% par mm. Au cours de l'essai, le mouvement potentiel de l'échantillon par rapport à la caméra peut être estimé selon le produit du rayon par la déformation transverse maximale (typiquement 1%) soit un mouvement en z de 180 µm. Ce déplacement induit une variation de grandissement de 0,025%, ce qui est négligeable par rapport aux déformations réelles qui sont de l'ordre de 1%.

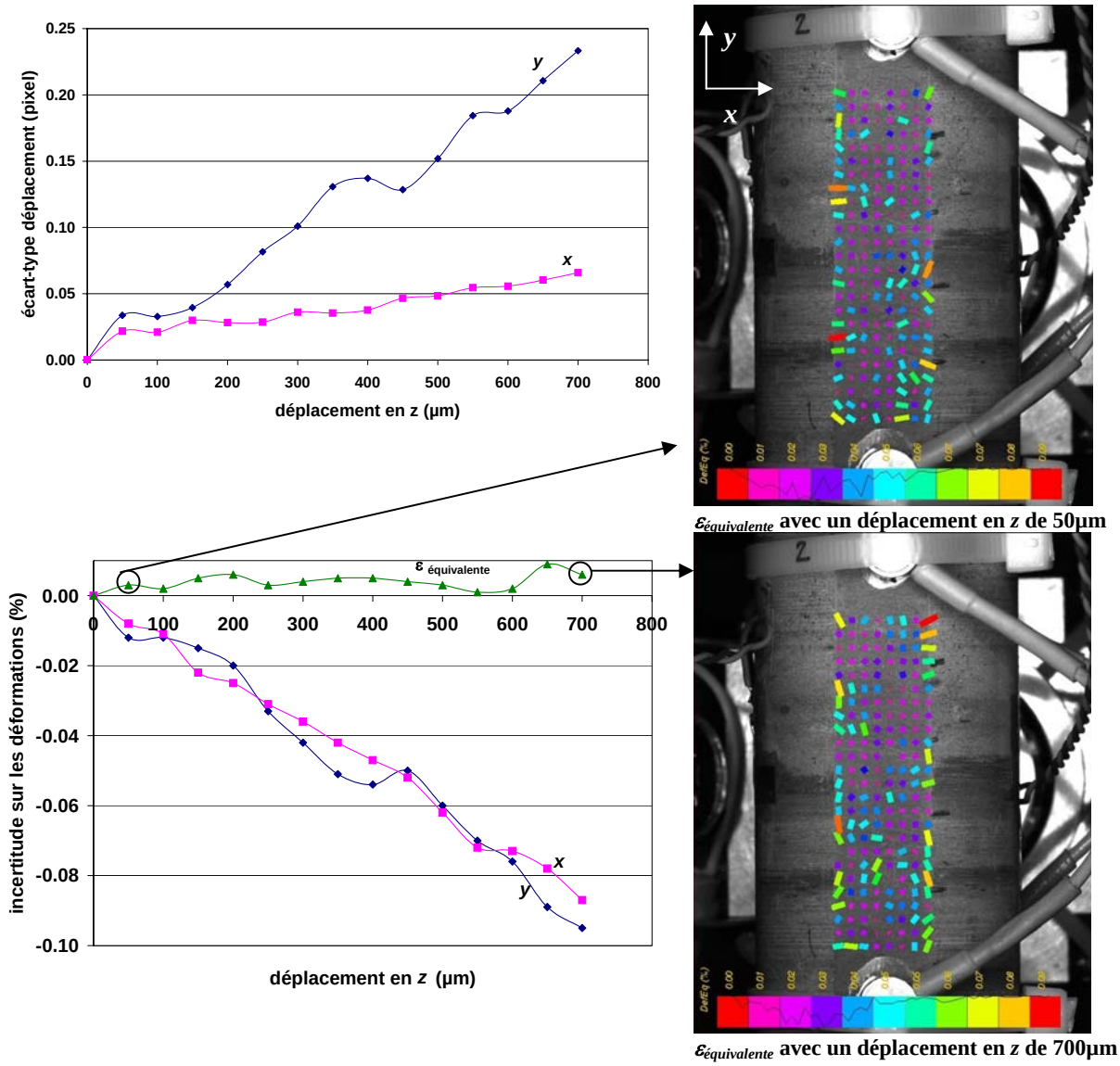



**Figure 6.9 - Incertitudes sur les déformations liées à des déplacements hors plan.**

Le fait que les déformations équivalentes soient quasi nulle (inférieure à $10^{-4}$ sur les cartographies) confirme qu'il s'agit bien d'une variation de grandissement pure.

*erreurs systématiques :*

Des erreurs systématiques liées à la discrétisation en pixel et à l'interpolation utilisée pour reconstruire des niveaux de gris continus [SCHR 00] peuvent entacher les valeurs des déformations, ceci d'autant plus que les niveaux des déformations sont faibles comme l'illustre l'*Annexe E1*. Ces erreurs se traduisent par des **fluctuations régulières** sur les courbes $\sigma$–$\varepsilon$ et par un **effet de moiré** sur les cartographies spatiales de déformation. L'effet de moiré est visible sous forme de lignes sombres et claires résultant de la superposition de deux réseaux de lignes globalement parallèles qui interférent spatialement. Ainsi, le moiré donne l'illusion de l'existence de bandes où des déformations se concentreraient. Dans le cas d'une série de *N* images acquises à des niveaux de sollicitation croissants et proches, afin de déterminer si la cartographie *N* contient ou non un tel phénomène de moiré, il faut comparer les cartographies obtenues aux niveaux *N-1* et *N+1* : si ces bandes se déplacent régulièrement sur les différentes cartographies, alors il s'agit d'un artefact de moiré ; au contraire si les bandes restent placées sur les mêmes positions, il s'agit bien d'une zone de concentrations des déformations.

### 6.1.6 - Synthèse

Les caractéristiques générales des matériels sont répertoriées dans le Tableau 6.6. Les démarches mises en œuvre pour acquérir des images dans le but d'observer les évolutions des déformations et de la microstructure sont synthétisées dans la Figure 6.10 pour le transfert hydrique, et dans la Figure 6.11 pour les essais de caractérisation mécanique.

**Tableau 6.6 – Paramètres relatifs au système d'acquisition d'images et du traitement par *CorrelManuV*.**

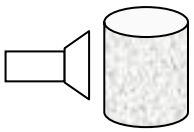
| | | Transfert hydrique | | Essais mécaniques | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | Méso DIC | Micro DIC | Macro DIC | Micro DIC |
| Paramètres du système d'acquisition des images | optique | - objectif *Schneider* 90 mm<br>- bagues allonges | *MO Polyvar MET* objectif ×10, zoom ×1 | - objectif *Schneider* 90 mm<br>- bagues allonges 73 mm | - objectif microscope *Mitutuyo* ×10<br>- lentille tube 200 mm<br>- cube-miroir |
| | distance surface/objectif | 40 cm | 5 mm | 90 cm | 34 mm |
| | caméra | *Spot*<br>CCD<br>15,15×15,15 mm$^2$<br>1 pixel = 7,4 µm | *Spot*<br>CCD<br>15,15×15,15 mm$^2$<br>1 pixel = 7,4 µm | *Basler*<br>CCD<br>6×8 mm$^2$<br>1 pixel = 6,45 µm | *Spot*<br>CCD<br>15,15×15,15 mm$^2$<br>1 pixel = 7,4 µm |
| | taille image | 2 048×2 048 pixels | 2 048×2 048 pixels | 1 300×1 030 pixels | 2 048×2 048 pixels |
| | taille du champ otique | 18×18 mm$^2$ | 1,5×1,5 mm$^2$ | 75×60 mm$^2$ | 1,5×1,5 mm$^2$ |
| | représentation réelle d'1 pixel | 1 pixel = 8,8µm | 1 pixel = 0,74µm | 1 pixel = 55 µm | 1 pixel = 0,74 µm |
| | temps d'obturation | 4,6 ms | - normal ~4 ms<br>- latéral ~45 ms | ~40 ms | - normal ~21 ms<br>- latéral ~6 ms |
| | fréquence acquisition | 1 image avant succion<br>1 image après succion | 1 image avant succion<br>1 image après succion | mode automatique<br>1 image / 1 s | mode manuel<br>~ 1 image / 5 s |
| | surface | méplats polis | méplats polis | méplats polis | méplats polis |
| | éclairage | annulaire (fibres optiques) placé à 15 cm devant l'éprouvette | - normal MO (microstructure)<br>- latéral LED (contraste DIC) | annulaire par fibres optiques + halogène | normal LED (microstructure)<br>lateral LED (contraste DIC) |
| Paramètres du système de dépouillement *CorrelManuV* | taille du domaine de corrélation | 30×30 pixel$^2$<br>260×260 µm$^2$ | 30×30 pixel$^2$<br>22×22 µm$^2$ | 30×30 pixel$^2$<br>1,8×1,8 mm$^2$ | 30×30 pixel$^2$<br>22×22 µm$^2$ |
| | nombre de domaines | 60×60 | 45×45 | 35×10 | 55×55 |
| | nombre de points de mesure | 3 600 | 2 025 | 350 | 3 025 |
| | schéma d'intégration | 2 | 2 (1) | 2 | 2 (1) |
| | nature de l'interpolation | subpixel bilinéaire | subpixel bilinéaire | subpixel bilinéaire | subpixel bilinéaire |
| | base de mesure des déformations | 520×520 µm$^2$ | 44×44 µm$^2$ | 3,6×3,6 mm$^2$ | 44×44 µm$^2$ |
| | résolution en déplacement | 0,04 pixel | 0,01 pixel | 0,03 pixel | 0,02 pixel |
| | résolution de la mesure des déformations *locales* | 0,06% | 0,02% | 0,04% | 0,04% |

Le Tableau 6.7 rassemble les caractéristiques principales des différents moyens à notre disposition pour mesurer les déformations en cours de sollicitation. Le choix des techniques est dicté par un compromis entre les aspects global et local des déformations, les facilités de mise en œuvre et de dépouillement et la précision de la mesure.

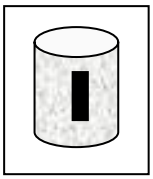
**Tableau 6.7 – Comparaison entre les différentes techniques de mesure des déformations.**

| | capteur de déplacement | jauge de déformation | extensométrie optique | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | Macro DIC | Méso DIC | Micro DIC |
| base de mesure | 100 mm | 10 mm | 3,6×3,6 $mm^2$ | 520×520 $\mu m^2$ | 44×44 $\mu m^2$ |
| zone mesurée | = base de mesure | = base de mesure | 75×60 $mm^2$ | 18×18 $mm^2$ | 1,5×1,5 $mm^2$ |
| interface capteur/échantillon | cales d'amarrage | collage | directe | directe | direct |
| déformation maximale | - | 2% | >10% | >10% | >10% |
| résolution sur la mesure des déformations | 0,05% | 0,01% | 0,04% | 0,085% | 0,04 % |

**Transfert hydrique : acquisition des données physiques en continu et des images avant et après succion**

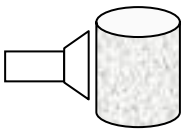


avant succion $t_0$



succion (30 jours)

jauges de déformation,
capteur de déplacement,
capteur de masse,
émission acoustique

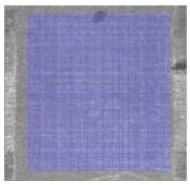


après succion $t_f$

pour une zone : acquisition de 1 image avant succion et de 1 image après succion aux deux échelles Méso et Micro DIC

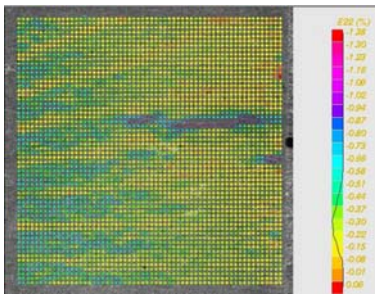
**Traitement des images par *Correlmanuv***

- définition des domaines de corrélation
- calcul des champs de déplacement et de déformation



**Données générées : 1 seul état déformé après succion**

cartographie des déformations superposée à la microstructure



➔ critère sur l'homogénéité ou non des déformations

pour l'image déformée, tableur des déformations ($\varepsilon_{11}$, $\varepsilon_{22}$, $\varepsilon_{12}$, $\varepsilon_{éq}$ …) pour des champs global, partiel ou ponctuel

```
# Overall strain, in phase 1 and at point 1751 ;
# Deformations de Green-Lagrange
#
# Composantes calculees
# dans les axes de l'image de reference.
#
# Tenseur deformation suppose axisymetrique
# Calcul sans interface.
#
# Rapport de forme de pixel utilise =  1.00000E+00
# Angle de distorsion utilise en degres =  0.00000E+00
# Variation relative de grandissement en % =  0.00000E+00
# Angle de la rotation associee a la variation de grandissement en degres =  0.00000E
#
# Components E11(%) E22(%) E12(%) Eis(%) EEq(%) theta(deg) rota(deg) E33(%) :
Step 0 | 0.001 0.001 -0.001 0.001 0.001 49.753 0.000 -0.000 | 0.001 0.001 -0.001 0.00
```

Comparaison entre les différentes techniques de mesure des déformations

➔ mise en évidence du caractère homogène ou non des déformations en prenant en compte l'effet de la structure (Méso DIC) et de la microstructure (Micro DIC)

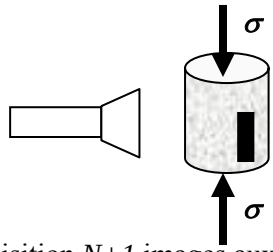
**Figure 6.10 – Transfert hydrique : démarche et exploitation des données issues de l'extensométrie optique.**

**Essai mécanique : acquisition des données mécaniques et des images en continu, simultanément au chargement**

$t_0$

…

$t_N$

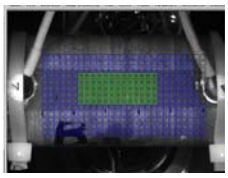



données conventionnelles :
jauges de déformation,
capteur de déplacement,
cellule de force
+ émission acoustique

acquisition *N+1* images aux deux échelles Macro et Micro DIC

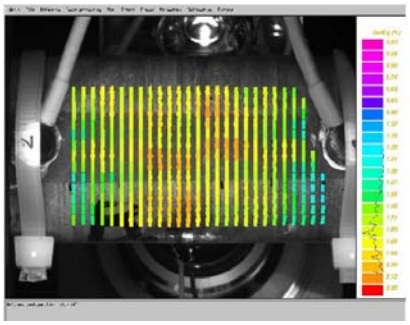
**Traitement des images par *Correlmanuv***

- définition des domaines de corrélation
- calcul des champs de déplacement et de déformation



**Données générées : N états déformés**
**(N~400 en Macro DIC et N~100 en Micro DIC)**

cartographie des déformations superposée à la microstructure



➔ critère sur l'homogénéité ou non des déformations

pour chaque image, tableur des déformations ($\varepsilon_{11}$, $\varepsilon_{22}$, $\varepsilon_{12}$, $\varepsilon_{éq}$ …) pour des champs global, partiel ou ponctuel

```
# Overall strain, in phase 1 and at point 1751 ;
# Deformations de Green-Lagrange
#
# Composantes calculees
# dans les axes de l'image de reference.
#
# Tenseur deformation suppose axisymetrique
# Calcul sans interface.
#
# Rapport de forme de pixel utilise =  1.00000E+00
# Angle de distorsion utilise en degres =  0.00000E+00
# Variation relative de grandissement en % =  0.00000E+00
# Angle de la rotation associee a la variation de grandissement en degres =  0.00000E+
#
# Components E11(%) E22(%) E12(%) Eis(%) EEq(%) theta(deg) rota(deg) E33(%) :
Step 0 | 0.001 0.001 -0.001 0.001 0.001 49.753 0.000 -0.000 | 0.001 0.001 -0.001 0.001
```

**Comparaison entre les différentes mesures des déformations (échelles et techniques)**

➔ mise en évidence du caractère homogène ou non des déformations à différentes échelles (Macro et Micro DIC)

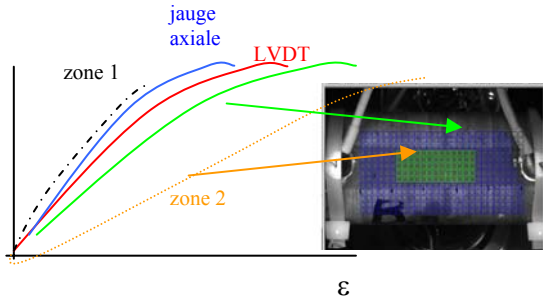



**Figure 6.11 – Essai de compression simple : démarche et exploitation des données issues de l'extensométrie optique.**

# 6.2 - Suivi des modifications microstructurales par émission acoustique

## 6.2.1 - Principes

**L'émission acoustique (notée *EA*) désigne toute manifestation d'une onde acoustique dont la source se trouve au sein d'un matériau subissant une modification microstructurale lors d'une sollicitation quelconque** (déformation plastique localisée ou non, création et propagation de fissures, transformation de phases sans diffusion dans les métaux …). Ainsi chaque fois qu'il se produit un dégagement subit et irréversible d'énergie dans le matériau, une partie de cette énergie est restituée dans le matériau sous forme d'ondes élastiques qui se propagent de manière isotrope ou privilégiée (selon les propriétés du matériau) jusqu'aux frontières de la structure (éprouvette, structure, massif …) en fonction de l'atténuation du milieu. Le signal acoustique peut ainsi être récupéré à partir de la surface de la structure étudiée.
L'analyse des signaux acoustiques permet de déterminer quantitativement des paramètres décrivant leur dénombrement, les localisations spatiales et temporelles des sources émettrices, et de relier ces signaux à des mécanismes physiques de modifications microstructurales. Les données ainsi fournies sont des informations volumiques acquises simultanément à la sollicitation de l'éprouvette, sans perturbation engendrée, la sollicitation pouvant avoir des origines diverses (thermique, hydrique, mécanique …).

Le phénomène de l'émission acoustique est connu, sous sa forme audible, depuis longtemps par les forgerons en particulier pour l'étain lors de sa mise en forme (*cris de l'étain* lors du pliage) ou par les mineurs qui parlent *du chant de la mine*. Les premiers travaux importants ont été réalisés par Kaiser en 1950, qui a observé des émissions acoustiques et les a associées à des phénomènes de glissement aux joints de grains pour des matériaux métalliques tels que le zinc, l'aluminium ou le cuivre. Il a montré que les émissions acoustiques accompagnent des déformations irréversibles.

La détection du signal acoustique se fait par l'intermédiaire d'un capteur dont l'élément sensible est une céramique piézoélectrique. Le contact entre le capteur et l'éprouvette doit être intime afin d'assurer une transmission correcte des ondes de l'éprouvette vers les capteurs. Ce contact est généralement réalisé grâce à un couplant.
Les capteurs sont caractérisés par leur diamètre et leur fonction de transfert. Pour les applications aux géomatériaux, les capteurs utilisés sont résonnants ce qui leur confère une grande sensibilité ; leurs bandes-passantes en fréquence sont typiquement comprises entre 5 et 1000 kHz. Les signaux acoustiques en sortie du capteur sont ensuite amplifiés et acquis (Figure 6.12). La carte de détection possède un seuil en amplitude. Le réglage de ce seuil est très important car il convient de travailler à la fois avec des seuils *suffisamment élevés* afin d'éliminer le bruit continu parasite, et avec des seuils *pas trop élevés* pour conserver des signaux d'énergie faible mais pouvant être associés à des phénomènes précurseurs en tout début de l'endommagement.

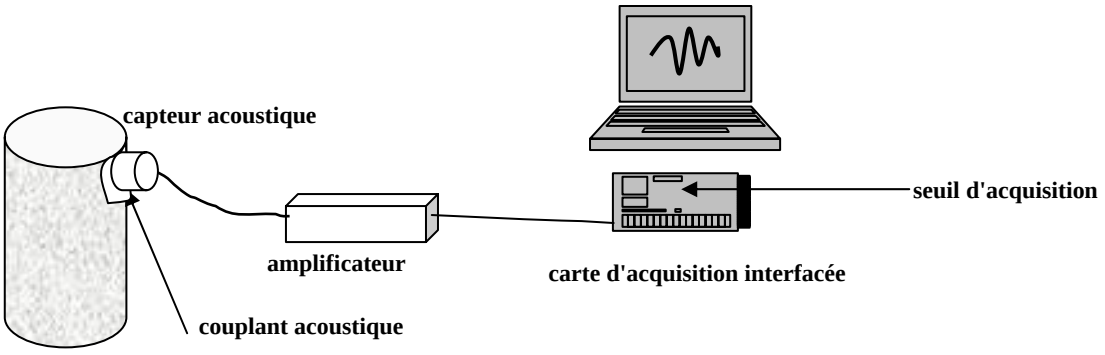



**Figure 6.12 – Principe d'une chaîne d'acquisition d'émission acoustique.**

Un signal acoustique ainsi acquis a la forme typique illustrée en Figure 6.13 et possède des paramètres caractéristiques qui sont déterminés afin d'identifier et de discriminer des familles de signaux acoustiques, dans le but de les relier à des mécanismes physiques. On définit par *salve* (ou *hit*) tout signal acoustique détecté par un capteur acoustique (dont l'amplitude est donc supérieure au seuil de détection). Sans être exhaustive, une liste de paramètres usuels décrivant une salve acoustique est présentée :

- le **comptage de coups** au dessus du seuil,
- l'**amplitude maximale** (en dB),
- l'**énergie** du signal acoustique : plusieurs façons de déterminer l'énergie d'un signal coexistent et sont liées historiquement à la limitation des moyens de calculs. L'énergie réelle correspond à l'intégrale du signal au carré sur la durée de la salve et s'exprime en Joule. D'autres définitions de l'énergie existent, basées par exemple sur le calcul de l'enveloppe du signal.
- la **durée** de la salve,
- le **temps de montée** (ou *rise time*) qui se définit par la durée pour atteindre l'amplitude maximale de la salve,
- son horodage par rapport à une origine des temps que nous prenons comme le début de l'essai (mise en succion, mouvement de la traverse de la machine d'essai).

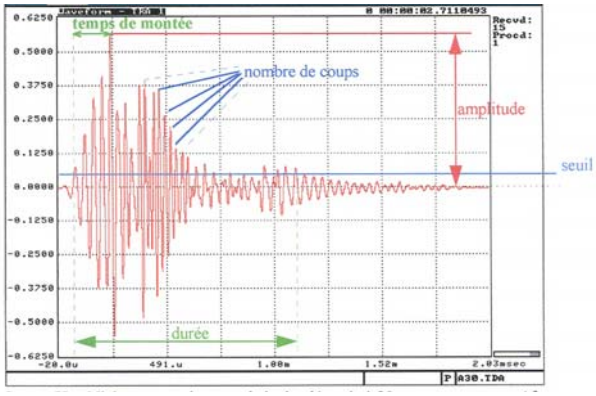
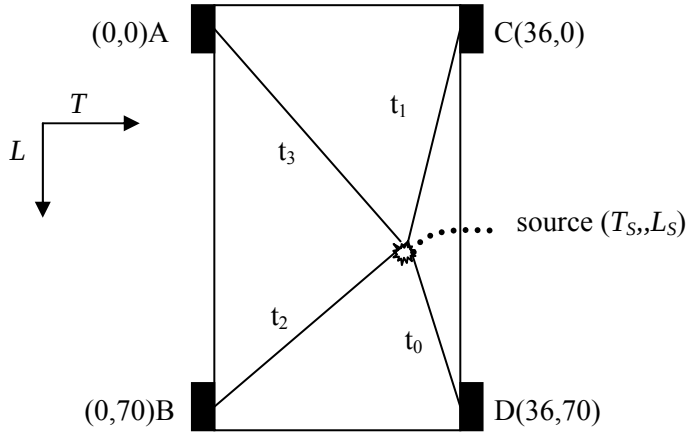



**Figure 6.13 – Forme d'une salve acoustique acquise et paramètres caractéristiques extraits.**

Une première approche d'analyse de l'activité acoustique consiste en un simple dénombrement des signaux acoustiques en fonction, par exemple, de l'application d'une charge (ou de la mesure des déformations induites) au cours d'une sollicitation mécanique.

En utilisant plusieurs capteurs acoustiques judicieusement disposés sur l'éprouvette (Figure 6.14), il est possible de localiser les sources acoustiques. Cette localisation nécessite de connaître les positions relatives des capteurs acoustiques, les temps d'arrivée des signaux sur chacun des capteurs (les salves provenant de la même source sont détectées sur les différents capteurs à des temps différents) ainsi que la célérité des ondes acoustiques dans le milieu. Un algorithme de localisation permet alors de déterminer la possibilité d'associer ces différentes salves à une seule source acoustique par reconstruction des trajets suivis par l'onde. Si les temps de vol sont compatibles avec les positions géométriques des capteurs, les différentes salves acoustiques sont associées à une seule source et constituent alors un **événement acoustique** (ou *event*).

De plus, dans le cas du suivi acoustique lors d'essais mécaniques, la localisation permet de rejeter les signaux acoustiques qui ne sont pas émis par l'éprouvette mais qui proviennent du montage mécanique (lignes d'amarrage, rotule …) ou de la presse de compression elle-même. Ce dernier point est important car il permet de s'affranchir du type de presse utilisée (de par leur asservissement, les presses hydrauliques sont plus *bruyantes* que les presses électromécaniques).




Le repère (*T*,*L*) est défini par rapport à la géométrie de l'éprouvette comme indiqué sur la Figure 7.3.

**Figure 6.14 – Positionnement des capteurs ultrasoniques sur une éprouvette cylindrique de compression (représentation planaire).**

**Les coordonnées planaires (en mm) des quatre capteurs acoustiques sont mentionnées pour une éprouvette cylindrique (de diamètre 36 mm et de hauteur 72 mm). Les trajets des ondes élastiques de la source (position $T_S$, $L_S$) vers les capteurs sont reportés schématiquement en projection planaire.**

La connaissance de la célérité de propagation est la principale difficulté de la localisation des sources émettrices. En effet, d'une part les célérités évoluent au cours du chargement par modification microstructurale du matériau (par exemple, lors d'une sollicitation mécanique de compression, la refermeture des fissures et pores pendant la phase de serrage, l'expulsion de l'eau des pores ou l'apparition de nouvelles fissures modifient fortement la célérité de propagation des ondes acoustiques), et d'autre part, la célérité est très dépendante de l'orientation de la direction de propagation par rapport à la stratification dans des roches comportant à la fois des hétérogénéités mésoscopiques de constitution et une anisotropie marquée comme pour les argilites.

Pour pallier ce problème, Dill-Langer *et al.* [DIL 02] ont développé une procédure expérimentale de localisation des sources *EA* sur des éprouvettes de bois[16] (matériau fortement anisotrope) sollicitées en traction uniaxiale. La première phase consiste à établir une abaque de la célérité des ondes élastiques de compression en fonction de l'angle par rapport aux plans de stratification. L'éprouvette est équipée de six capteurs acoustiques lors de l'essai mécanique. Un algorithme de reconstruction en *2D* a été développé pour établir le chemin des ondes dans l'éprouvette à partir de la position des capteurs, des temps d'arrivée des impulsions ultra-soniques et de l'abaque des célérités en fonction de l'angle par rapport à l'anisotropie structurelle. Les résultats montrent une corrélation satisfaisante entre la localisation calculée des sources acoustiques et la position connue de certains défauts et des zones de rupture finale.
Nous n'avons pas mis cette méthode en application sur nos essais[17], mais, dans le futur, il faudrait développer un tel algorithme intégrant les évolutions de célérité et la dépendance angulaire de la propagation des ondes. Actuellement, nous avons seulement accès à une localisation des sources par projection linéaire sur deux génératrices de l'éprouvette, soit les segments A-B et C-D de la Figure 6.14. Ainsi, par exemple, nous pouvons visualiser les projections des sources selon la contrainte appliquée et les corréler aux déformations mesurées en surface par Macro DIC. La hauteur de l'éprouvette étant de 72 mm et les capteurs ayant des diamètres de l'ordre du centimètre, la zone utile de localisation des sources acoustiques se situe entre les positions 10 et 60 mm sur l'axe *L* de la Figure 6.14. L'incertitude de la localisation spatiale est déterminée par des cassés de mine de crayon réalisés sur la surface de l'éprouvette et dont la position géométrique est repérée par du papier millimétré.

[16] De par sa forte anisotropie, de la dépendance de ses propriétés par rapport à son état de saturation hydrique et de son utilisation en traction et en compression, le bois présente de fortes analogies avec les argilites, en terme de propagation des signaux acoustiques.
[17] Nous nous sommes fixés comme premier objectif de valider les enregistrements *EA* sur les argilites, c'est-à-dire de récupérer et traiter des signaux et de les relier à des mécanismes physiques.

Ainsi, nous estimons que la position des sources est connue à ± 2,5 mm à partir de la reconstruction des chemins des ondes acoustiques.
Des mesures d'activité acoustique peuvent aussi être réalisées lors de sollicitations triaxiales comme décrit dans certaines études récentes sur roches [CHAN 04] [DON 04].

### 6.2.2 - Description de la chaîne d'acquisition

L'équipement utilisé au cours de l'étude provient de la société *Euro Physical Acoustics*. La chaîne d'acquisition (Figure 6.15) se compose de :

- une **carte d'acquisition** (*PCI-DSP4*) disposant de quatre entrées de données acoustiques. Cette carte numérise les signaux *EA* amplifiés par des pré-amplificateurs, et procède à l'extraction des paramètres *EA*. Ces données sont ensuite transmises à l'ordinateur pour affichage, stockage et traitement. De plus, la carte dispose de quatre entrées de voies paramétriques (-10/+10 V) afin d'acquérir les voies des grandeurs mécaniques (force, déplacement, déformation ...) au cours de l'essai dans le but de corréler l'ensemble des données.
- des **capteurs piézoélectriques** : *Nano 30* (de diamètre 8 mm et de bande passante 125-750 kHz).
- un **logiciel d'acquisition** *AEWIN* (*EPA*) qui permet d'effectuer la localisation spatiale des sources émettrices.

Au cours de nos essais, nous avons utilisé quatre capteurs diamétralement opposés, disposés aux extrémités de l'éprouvette soit pour le suivi en cours d'isotherme hydrique, soit lors de sollicitation mécanique à degré de saturation imposé (Figure 6.15). A l'état hydrique initial, les célérités en mode principal sont de l'ordre de 2 700 m/s pour la direction perpendiculaire aux strates et de 3 000 m/s pour dans les plans de strates (rapport de ~1,1). Toutefois, nous avons fait en première approximation l'hypothèse d'une célérité de propagation isotrope (mesurée sur chaque éprouvette avant essai) comme donnée d'entrée de la détermination spatiale de la source acoustique (la valeur considérée de célérité est celle mesurée perpendiculairement au strates en mode *P*). Le couplant utilisé est une pâte lubrifiante à base de silicone. Le seuil de détection est fixé à 32 dB.

Les données se présentent sous forme d'un tableau comportant les caractéristiques des ondes (amplitude, énergie, durée, nombre de coups …) ainsi que leur temps d'arrivée. Cet horodatage des données permet d'associer les évènements acoustiques aux données physiques et mécaniques acquises par ailleurs, comme les évolutions pondérales et géométriques lors des essais de transfert hydrique, ou comme les contraintes et les déformations lors des essais mécaniques.

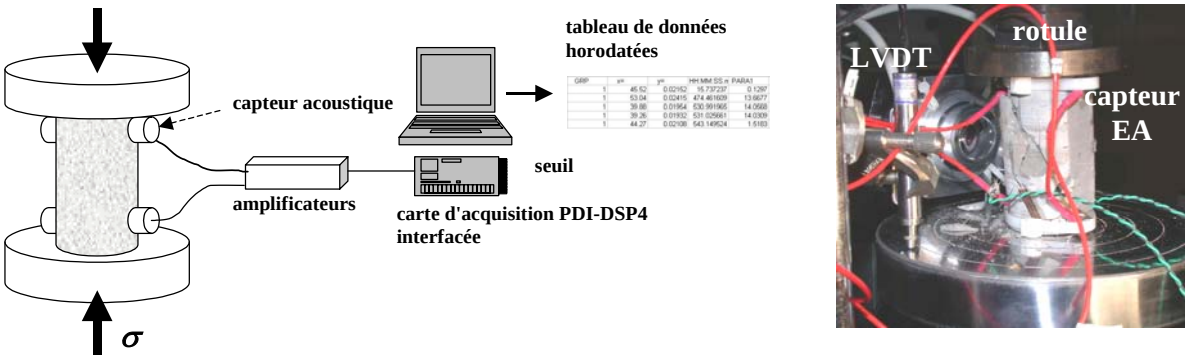



**Figure 6.15 – Installation des capteurs acoustiques dans la configuration de l'essai de compression uniaxial.**

**Les quatre capteurs acoustiques sont diamétralement opposés deux à deux, placés par paire en haut et en bas de l'éprouvette cylindrique à base circulaire. Les méplats aménagés pour l'extensométrie optique permettent de positionner correctement les capteurs acoustiques. Lorsque les éprouvettes ne sont pas suivies en extensométrie optique (absence de méplats), de petits méplats sont alors réalisés par limage.**

### 6.2.3 - Traitements des données acoustiques

Une première étape dans le traitement des données est de les compiler avec les données soit de sorption (masse et déformations) dans le cas du transfert hydrique, soit aux paramètres mécaniques (contrainte, déformations) lors des sollicitations mécaniques. Dans ce dernier cas, un dénombrement sur la courbe $\sigma$–$\varepsilon$ est effectué, ce qui permet de définir des densités d'événements en fonction du chargement. Pour cela, une routine spécifique sous *Labview* a été développée.

Un des paramètres acoustiques souvent corrélé aux courbes de comportement est l'amplitude des signaux acoustiques. Citons par exemple, des travaux récents de Meille [MEI 01] qui a effectué des enregistrements acoustiques lors d'essais de propagation de fissures sur éprouvette entaillée de plâtre sec, sollicitée en flexion. Lors de la propagation de la fissure, le nombre d'événements acoustiques apparaît bien corrélé à l'évolution de la courbe charge-flèche : la partie linéaire de cette courbe ne comporte pas d'activité acoustique ; par contre lorsque de la non-linéarité apparaît, des signaux acoustiques sont émis et les décrochements observés dans la courbe de charge se traduisent par une forte activité acoustique et sont associables à de la propagation soudaine de la fissure. Les amplitudes des signaux acoustiques sont analysées selon les phases de la propagation de la fissure et montrent que, à l'approche de la rupture dans la zone des décrochements, le nombre de signaux et leur amplitude augmentent fortement avant la rupture finale.

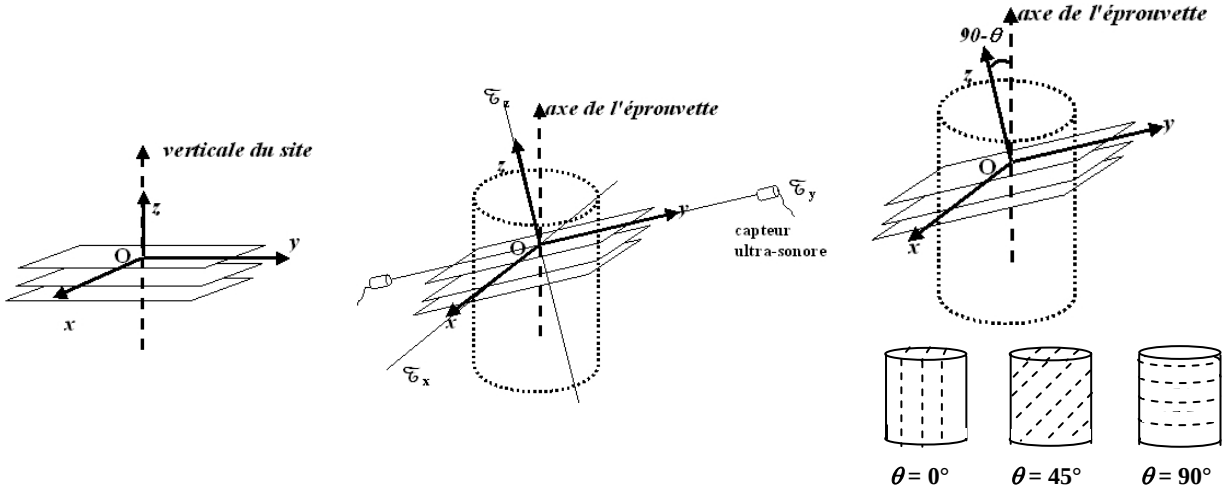
Mais l'amplitude n'est pas le seul paramètre intéressant des salves. Par exemple, Ohtsu *et al.* [OHT 03] proposent un critère de classification des signaux d'émission acoustique à partir de données obtenues sur des structures en béton soumises à des sollicitations externes (thermique, hydrique, vibrations mécaniques). Les auteurs proposent deux paramètres *RA* et *Fa* définis respectivement comme le rapport entre le temps de montée et l'amplitude maximale, et le rapport entre le nombre de coups et la durée en temps (*Fa* a la dimension d'une fréquence). Les auteurs distinguent ainsi des évènements associés à des modes en traction qui favorisent la création de nouvelles fissures, et des modes de cisaillement qui se développent à partir de fissures existantes. D'autres auteurs utilisent une discrimination sur le nombre de coups par salves et sur les durées des salves [WU 00]. Les différentes classes de signaux sont ensuite associées à des mécanismes de déformation. Ces paramètres présentent l'avantage d'être insensibles à l'atténuation du matériau, ce qui n'est pas le cas de critères en énergie ou en amplitude.

En nous inspirant de quelques travaux récents de la littérature, menés sur des matériaux similaires aux nôtres et sous sollicitation mécanique instantanée, nous essayons de mettre en évidence les mécanismes produisant de l'endommagement à chaque stade des courbes de déformabilité sous chargement mécanique uniaxial (*Partie V)*. De plus, les enregistrements acoustiques sont dans la mesure du possible couplés aux distributions spatiales des déformations, mises en évidence par extensométrie optique.

# Chapitre 7 - Caractérisation mécanique

## 7.1 - Spécificités liées à la constitution des argilites

Comme la majorité des roches et sols hérités de dépôts par sédimentation, les argilites présentent une nature stratifiée qui a des répercussions plus ou moins marquées, sur les différentes propriétés de la roche. Le comportement mécanique des argilites est approximé par une loi d'élasticité d'orthotropie de révolution ou d'isotropie transverse dans le repère défini par les plans de stratification [NIA 97] [CAB 01]. Avant d'exprimer cette loi, il convient de définir un repère lié à la roche et de l'identifier physiquement sur le matériau.
Un repère orthonormé *Oxyz* est choisi tel que les axes *Ox* et *Oy* soient situés dans le plan de stratification et *Oz* perpendiculaire à la stratification (Figure 7.1-a). Les éprouvettes d'essai aussi bien lors des transferts hydriques que pour la caractérisation mécanique sont des cylindres à section circulaire. Ces éprouvettes sont usinées par re-carottage des cellules *T1* selon un repérage précis de la stratification.
La position des strates est repérée par l'intermédiaire des célérités ultra-sonores selon la technique présentée au *§ 3.2.5*. De par des densités présentant un caractère anisotrope dû à la stratification, les temps de vol $\tau$ sont plus courts dans le sens du litage (selon *Ox*, *Oy* ou une combinaison des deux) que dans une autre direction (Figure 7.1-b).
Par la suite, pour identifier la position de la stratification dans les différentes éprouvettes d'essai, un angle désigné par $\theta$ est défini comme l'angle entre l'axe de révolution de l'éprouvette (appelé aussi axe vertical) et le plan des strates[18] selon le schéma de la Figure 7.1-c. Ainsi d'après la définition de cet angle, la stratification est perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette lorsque $\theta$ est égal à 90°, et respectivement parallèle lorsque $\theta = 0°$.




**(a) système de coordonnées lié à la constitution stratifiée des argilites.**

**(b) repérage de la position des strates par mesures ultra-sonores.**

**(c) repère de la stratification par rapport à la géométrie cylindrique circulaire des éprouvettes.**

**Figure 7.1 - Définition et détection du repère de la stratification.**

[18] En Géologie, l'angle de repérage de la stratification se fait classiquement par rapport à l'horizontale et est alors désigné par "*pendage*". Dans notre cas, l'angle $\theta$ est défini par rapport à la verticale, du fait du prélèvement de la matière depuis la surface selon l'axe vertical ; $\theta$ correspond ainsi au complémentaire du pendage.

# 7.2 - Formalisme mécanique utilisé

En première approximation, l'argilite peut être considérée comme un milieu continu. La mécanique des milieux continus permet alors d'établir des liens entre contraintes imposées et déformations induites. Sous l'hypothèse de petites transformations (petits déplacements et petites rotations), une loi de comportement élastique linéaire s'écrit dans un repère orthonormé (O, $\vec{e}_1, \vec{e}_2, \vec{e}_3$) selon :

**Équation 7.1** $$\varepsilon_{ij} = S_{ijkl}\sigma_{ij}$$

avec $\sigma_{ij}$ le tenseur des contraintes,
$Sijkl$ le tenseur de souplesse,
$\varepsilon_{ij}$ le tenseur des déformations.

Dans le cas d'orthotropie transverse, l'Équation 7.1 peut s'écrire sous la forme suivante dans un repère orthonormé (*O,x,y,z*) comme celui défini par la Figure 7.1-a :

**Équation 7.2**
$$\begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{yz} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{xz} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_{xx}} & \frac{-\nu_{xy}}{E_{yy}} & \frac{-\nu_{xz}}{E_{zz}} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-\nu_{yx}}{E_{xx}} & \frac{1}{E_{yy}} & \frac{-\nu_{yz}}{E_{zz}} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-\nu_{zx}}{E_{xx}} & \frac{-\nu_{zy}}{E_{yy}} & \frac{1}{E_{zz}} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2G_{yz}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2G_{xz}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2G_{xy}} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sqrt{2}\sigma_{yz} \\ \sqrt{2}\sigma_{xz} \\ \sqrt{2}\sigma_{xy} \end{bmatrix}$$

avec $E_{ii}$ le module de Young selon la direction *i*,
$G_{ij}$ le module de cisaillement dans le plan défini par les directions *i* et *j*,
$\nu_{ij}$ le coefficient de Poisson pour la direction *i* sous l'effet d'une sollicitation selon la direction *j*.

De par les raisons de symétrie par rapport à l'axe *Oz*, l'Équation 7.2 ne comporte que cinq paramètres indépendants $E_1$, $E_2$, $\nu_1$, $\nu_2$ et $G_2$, définis de la façon suivante :

$E_{xx}=E_{yy}=\boldsymbol{E_1}$
$\nu_{xy} = \nu_{yx} = \boldsymbol{\nu_1}$
$G_{yz} = G_{zx} = \boldsymbol{G_2}$
$G_{xy} = E_1 / (2(1+\nu_1))$

$E_{zz}=\boldsymbol{E_2}$
$\nu_{xz} = \nu_{yz} = \boldsymbol{\nu_2}$
$\nu_{zx} = \nu_{zy} = \nu_2 (E_1/E_2)$

Ainsi, dans le repère du matériau, l'Équation 7.2 peut être réécrite de la façon suivante :

**Équation 7.3**

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{yz} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{xz} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_1} & \frac{-\nu_1}{E_1} & \frac{-\nu_2}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-\nu_1}{E_1} & \frac{1}{E_1} & \frac{-\nu_2}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-\nu_2}{E_2} & \frac{-\nu_2}{E_2} & \frac{1}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2G_2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2G_2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1+\nu_1}{E_1} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sqrt{2}\sigma_{yz} \\ \sqrt{2}\sigma_{xz} \\ \sqrt{2}\sigma_{xy} \end{bmatrix}$$

La détermination de ces cinq coefficients indépendants est possible par le biais de sollicitations mécaniques simples sur des éprouvettes orientées avec des angles $\theta$ différents.

En faisant l'hypothèse de petites perturbations, le tenseur des déformations peut être exprimé de façon linéarisée et s'écrire en fonction de ses valeurs propres dans le repère défini par ses directions principales (*I, II, III*), selon :

**Équation 7.4**

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \begin{pmatrix} \varepsilon_I & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{II} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{III} \end{pmatrix}_{(I,II,III)}$$

Comme tout tenseur euclidien de dimension 2 dans un espace de dimension 3, le tenseur des déformations possède trois invariants notés $\mathcal{E}_1$, $\mathcal{E}_2$ et $\mathcal{E}_3$ qui sont :

**Équation 7.5**

$$\begin{cases} \mathcal{E}_1 = tr(\underline{\underline{\varepsilon}}) \\ \mathcal{E}_2 = \frac{1}{2}\, tr(\underline{\underline{\varepsilon}} . \underline{\underline{\varepsilon}}) \\ \mathcal{E}_3 = \frac{1}{3}\, tr(\underline{\underline{\varepsilon}} . \underline{\underline{\varepsilon}} . \underline{\underline{\varepsilon}}) \end{cases}$$

De plus, ce tenseur peut être décomposé sous la forme d'une somme de deux tenseurs de telle sorte que l'un soit sphérique $\underline{\underline{\mathbb{S}}}$ et que l'autre ait une trace nulle $\underline{\underline{\mathbb{D}}}$ (ce dernier est alors désigné par déviatorique) selon la formulation suivante :

**Équation 7.6**

$$\begin{cases} \underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\mathbb{S}}} + \underline{\underline{\mathbb{D}}} \\ \underline{\underline{\mathbb{S}}} = \frac{1}{3} tr(\underline{\underline{\varepsilon}})\ \underline{\underline{I}} \\ \underline{\underline{\mathbb{D}}} = \underline{\underline{\varepsilon}} - \frac{1}{3} tr(\underline{\underline{\varepsilon}})\, \underline{\underline{I}} \end{cases}$$

avec $\underline{\underline{I}}$ le tenseur identité.

Physiquement, le tenseur sphérique traduit les évolutions de volume sans changement de forme alors que le tenseur déviatorique transcrit le seul changement de forme (il n'y a pas de variation volumique puisque la trace est nulle) comme le schématise la Figure 7.2.

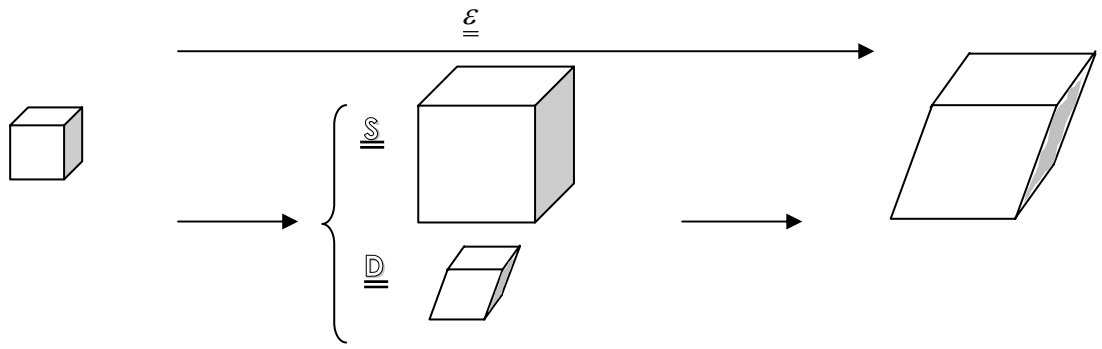



**Figure 7.2 - Représentation schématique des contributions sphérique et déviatorique du tenseur des déformations sur un petit élément en petites perturbations.**

Afin d'effectuer des comparaisons entre différents états déformés sous l'action d'une sollicitation, il est intéressant de représenter le tenseur des déformations par un scalaire indépendant du repère choisi. Ainsi, nous choisissons d'utiliser la déformation équivalente de Von Misès notée $\varepsilon_{équivalente}$ qui se définit par rapport au second invariant (donc sous hypothèse isochore) selon :

**Équation 7.7** $$\varepsilon_{équivalente} = \sqrt{3\,\varepsilon_2}$$

Dans le cas d'essais uniaxiaux comme ceux que nous réalisons à la *Partie V*, si la direction principale *I* correspond avec l'axe de compression, les déformations $\varepsilon_{II}$ et $\varepsilon_{III}$ sont considérées égales avec les hypothèses effectuées précédemment. La contrainte équivalente de Von Misès correspond à $\sigma_I$ et la déformation équivalente de Von Misès s'écrit alors :

**Équation 7.8** $$\varepsilon_{équivalente} = \frac{2}{3}\left|\varepsilon_I - \varepsilon_{II}\right|$$

# 7.3 - Positionnement des jauges de déformation

Au cours de nos essais (en particulier au *Chapitre 14*), trois orientations entre le chargement et la stratification sont considérées : $\theta = 0$, *45 et 90*°. Les jauges de déformation d'une longueur utile de 10 mm étant collées avant essai, il convient de les disposer judicieusement, en particulier celles en position orthoradiale pour les angles $\theta \neq 90°$.
Pour ce faire, nous définissons un référentiel (*L, T*) propre à l'éprouvette cylindrique à section circulaire (Figure 7.3-a) : *L* est l'axe du cylindre, direction selon laquelle le chargement mécanique uniaxial est appliqué, et *T* correspond à une direction orthoradiale. Les déformations mesurées dans ce référentiel sont alors notées par $\varepsilon_L$ ou $\varepsilon_T$.
Ainsi, selon l'angle $\theta$ et les faces selon lesquelles les déformations sont mesurées (par jauge ou par extensométrie optique), nous avons :

- pour la direction $\theta = 0°$ : les déformations orthoradiales sont mesurées dans les plans parallèles et perpendiculaires aux strates. D'après la Figure 7.3-b, nous avons :
  - selon la direction *Oy* (repérée par le temps minimal $t_{mini}$ de transmission des ondes ultra-sonores), la jauge orthoradiale collée mesure les déformations dans le plan des strates et est notée $\varepsilon_{T//}$.
  - selon *Oz* (direction où le temps de transmission des ondes est maximal, $t_{maxi}$), la jauge rapporte les déformations orthoradiales perpendiculaires au litage et est notée $\varepsilon_{T\perp}$.

- pour $\theta = 45°$ : le repérage de *Ox,y,z* est effectué de façon similaire ; les jauges sont collées dans le référentiel géométrique *(L, T)* de l'éprouvette et non dans le repère des strates. Dans le

cas d'un matériau isotrope, un changement de repère doit être effectué sur la matrice précédente pour permettre d'accéder au module de cisaillement $G_2$. En effet, il est possible d'identifier le module de cisaillement à partir du module axial noté $E_{45°}$ (estimé à partir de la jauge $L$) en connaissant les autres modules $E_1$ et $E_2$, selon :

**Équation 7.9**

$$\frac{1}{E_\theta} = \frac{\sin^4\theta}{E_2} + \left[\frac{1}{G_2} - \frac{\nu_2}{E_2} - \frac{\nu_1}{E_1}\right]\sin^2\theta\cos^2\theta + \frac{\cos^4\theta}{E_1}$$

avec $\theta$ l'angle entre le plan des strates et l'axe vertical (dans notre cas $\theta = 45°$),
$E_\theta$ le module d'élasticité déterminé selon l'axe de l'éprouvette cylindrique carottée selon l'angle $\theta$.

- pour la direction $\theta = 90°$ : pour les raisons d'isotropie transverse, la jauge orthoradiale peut être placée indifféremment sur la circonférence de l'éprouvette ; elle fournit des déformations orthoradiales parallèles aux plans de stratification $\varepsilon_{T//}$.

Le Tableau 7.1 résume les paramètres d'élasticité identifiés au moyen des jauges lors des essais mécaniques.

**Tableau 7.1 – Paramètres d'élasticité identifiés selon les positions des jauges de déformation lors des essais mécaniques sur éprouvettes cylindriques.**

| désignation des jauges | $\theta = 0°$ | $\theta = 45°$ | $\theta = 90°$ |
|---|---|---|---|
| $L$ | $E_1$ | $E_{45°}$ | $E_2$ |
| $T_\perp$ | $\varepsilon_{T\,max\,i} = -\nu_2 \frac{E_1}{E_2}\varepsilon_L$ | hors axes | $\nu_2$ |
| $T_{//}$ | $\nu_1$ | hors axes | |

**La contrainte est appliquée selon l'axe *L* de l'éprouvette.**

Pour l'ensemble des résultats présentés, nous adoptons cette convention de repérage.

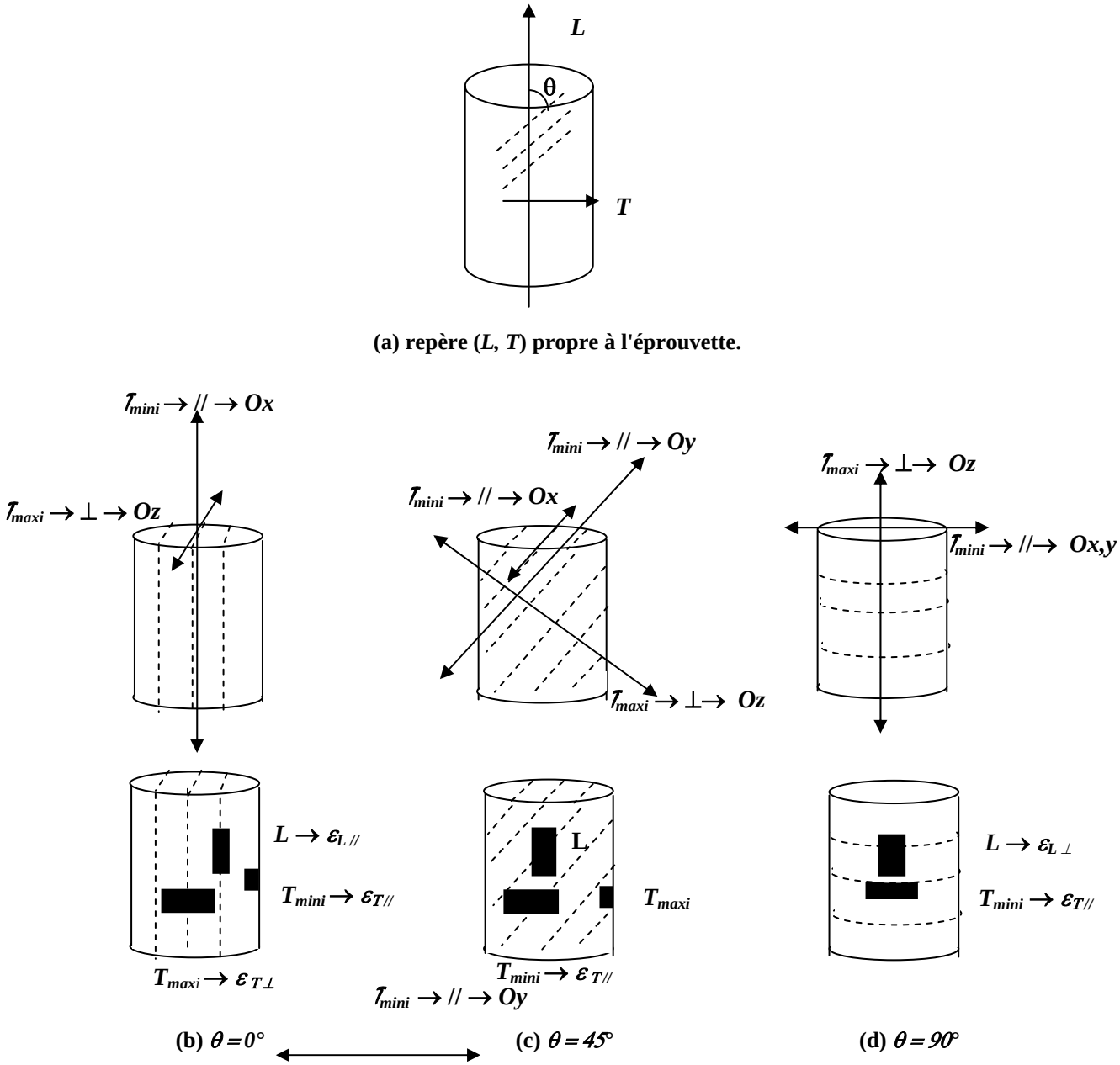



**Figure 7.3 - Position des jauges de déformation par rapport à l'orientation de prélèvement des éprouvettes.**

**$\tau$ correspond au temps de vol des ondes ultra-sonores ; les valeurs maximale $\tau_{maxi}$ et minimale $\tau_{mini}$ sont identifiées selon les plans de stratification, ce qui permet de repérer les plans des strates et le repère associé (O*xyz*).**

**$\varepsilon_{L\perp}$ et $\varepsilon_{L//}$ correspondent aux déformations axiales (co-axiales à la contrainte mécanique) dans les directions perpendiculaires et parallèles aux plans de stratification.**

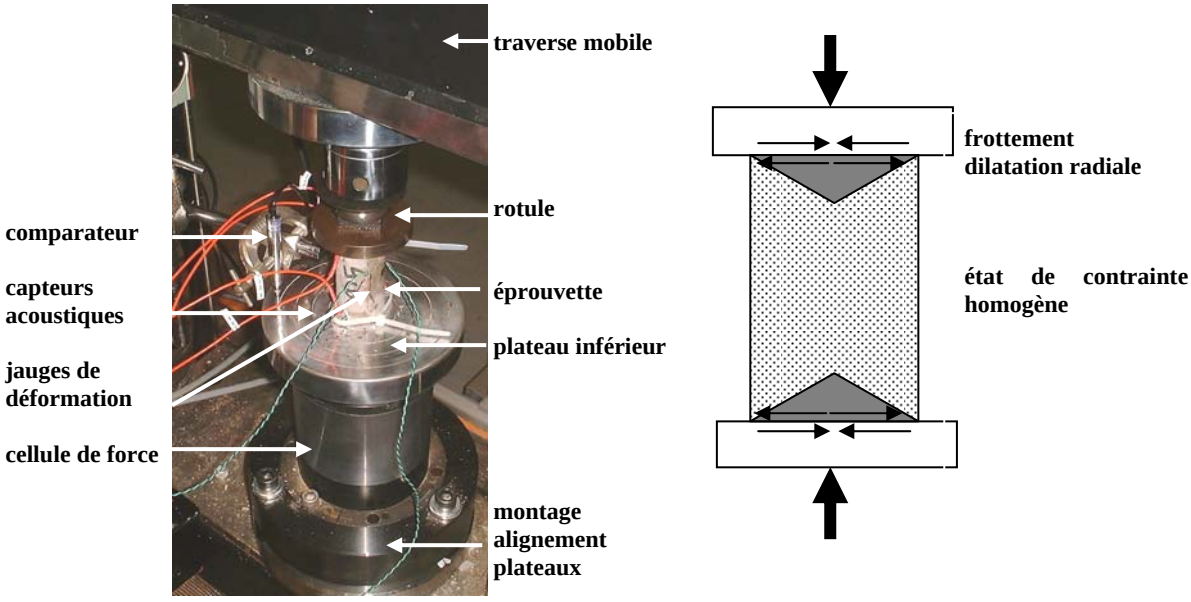
**$\varepsilon_{T\perp}$ et $\varepsilon_{T//}$ correspondent aux déformations orthoradiales dans les directions perpendiculaires et parallèles aux plans de stratification.**

# 7.4 - Méthodologie et moyens d'essai de compression uniaxiale

## 7.4.1 - Précautions

Au cours d'un essai de compression, outre les erreurs liées aux différentes chaînes de mesure comme celles du déplacement, des déformations ou de la force (erreurs dont nous avons parlé au Chapitre 6), des sources d'imperfection existent en lien direct avec les conditions de contact entre machine d'essai et éprouvette. Celles-ci conduisent à des états de contrainte non homogènes au sein de l'éprouvette. Les principales causes et les solutions employées pour les pallier sont :

- un parallélisme incorrect entre plateau et éprouvette. Pour pallier cela, le parallélisme des plateaux est réglé systématiquement avant essai grâce à un montage réalisé spécifiquement permettant un réglage fin (Figure 7.4-a). De plus, une rotule équipe le plateau supérieur, empêchant une rotation de l'éprouvette. Par contre, l'emploi de la rotule requiert un centrage rigoureux de l'éprouvette.
- un frottement plateau-éprouvette empêchant plus ou moins le déplacement libre des sections de l'éprouvette et induisant du frettage. Celui-ci est distribué dans le volume de l'éprouvette sous forme de cônes dont l'ampleur dépend directement du diamètre de l'éprouvette (Figure 7.4-b). Pour diminuer son impact, une solution serait d'augmenter la hauteur de l'éprouvette pour un diamètre donné, mais cela introduirait alors des risques de flambement. Ainsi, un élancement de 2 (rapport longueur sur diamètre) est recommandé par la SIMR (Société Internationale de Mécanique des Roches) et les normes AFNOR (NFP 94-420, 422, 423, 425, 426).
  De plus, pour limiter le frottement, les plateaux de compression en acier durci sont rectifiés et polis afin d'ôter toute aspérité.
- des effets de bord qui existent si le plateau et la section de l'éprouvette sont de même diamètre, de par l'extension radiale de l'éprouvette lors de l'essai. Nous employons donc des plateaux élargis (Figure 7.4-a).




**(a) montage.** **(b) frettage théorique d'une éprouvette en compression.**

**Figure 7.4 - Montage de l'éprouvette sur la machine d'essai.**

Comme dans le cas des matériaux à comportement mécanique de type plutôt fragile, l'effet d'échelle est particulièrement important dans les argilites. Le comportement mécanique, en particulier la résistance à la compression, dépend de la taille de l'éprouvette d'essai. Cet effet peut être expliqué de manière assez simpliste, par une approche probabiliste souvent désignée par la théorie du maillon le

plus faible ou l'effet Weibull : la probabilité de trouver un défaut critique menant à la ruine augmente avec le volume de l'éprouvette, ce qui tendrait à utiliser des éprouvettes de taille petite. Par contre, afin d'être représentatif, il convient classiquement d'utiliser des éprouvettes de taille supérieure de deux ordres de grandeur à la taille des grains. Comme décrit par la suite au Chapitre 9, l'argilite a des tailles de grains (carbonates-quartz) de l'ordre de 200 à 300 µm avec des hétérogénéités de constitution (par exemple, des zones comportant des grains plus petits) et des hétérogénéités méso- ou macro-scopiques (bioclaste, gros grains de mica…).

Ainsi, de par les considérations énoncées, la quantité disponible de matériau et la capacité des machines d'essai, **la détermination des propriétés mécaniques statiques est réalisée sur des éprouvettes cylindriques à base circulaire de diamètre 36 mm et de hauteur 72 mm.**

### 7.4.2 - Moyens d'essai

La sollicitation en compression uniaxiale est menée à l'aide d'une presse électromécanique *Instron* de capacité 100 kN, équipée de :

- deux **plateaux de compression** et d'une **rotule** de transmission de l'effort mécanique,
- une **cellule de force** de capacité 100 kN,
- un **capteur de déplacement** de type transformateur différentiel (*LVDT*) de course 2 mm,
- des **jauges de déformation** connectées à des ponts de Wheastone (¼ pont),
- de l'**extensométrie optique** et d'**émission acoustique** (*cf. Chapitre 6*),
- une **carte d'acquisition** *National Instrument* et un programme d'acquisition *Agnès* développé par V. de Greef au *LMS*.

La presse est pilotée en déplacement de traverse à une vitesse de 0,1 mm/mn.

### 7.4.3 - Détermination des paramètres mécaniques macroscopiques

La contrainte mentionnée par la suite correspond à la contrainte moyenne macroscopique calculée par le rapport entre la force appliquée et la section initiale de l'éprouvette testée.
La courbe contrainte-déformation $\sigma$–$\varepsilon$ obtenue au cours d'un essai monotone de compression uniaxiale a la forme caractéristique donnée sur la Figure 7.5-a : après une phase initiale de serrage, une zone d'élasticité linéaire sur laquelle sont estimés les paramètres d'élasticité, n'existe pas systématiquement. Afin d'accéder aux paramètres d'élasticité, sont réalisés des cycles de charge/décharge jusqu'à 50% de la contrainte à la rupture ou résistance $R_c$ (Figure 7.5-b). Les cycles que nous avons effectués sur les échantillons d'argilite ont la forme type illustrée par la Figure 7.5-c (les points suivants sont référencés par rapport à celle-ci) : une phase de décharge décrite par la courbe [ABC] qui traduit une phase initiale visqueuse (augmentant avec le niveau de chargement mécanique) et une phase de recharge [CDE] quasi-linéaire (les points A et E étant systématiquement confondus dans nos essais). Nous avons choisi de déterminer les paramètres d'élasticité (module et coefficient de Poisson) sur la recharge [CDE].
Nos éprouvettes étant des cylindres à base circulaire, les déformations volumiques peuvent être estimées selon :

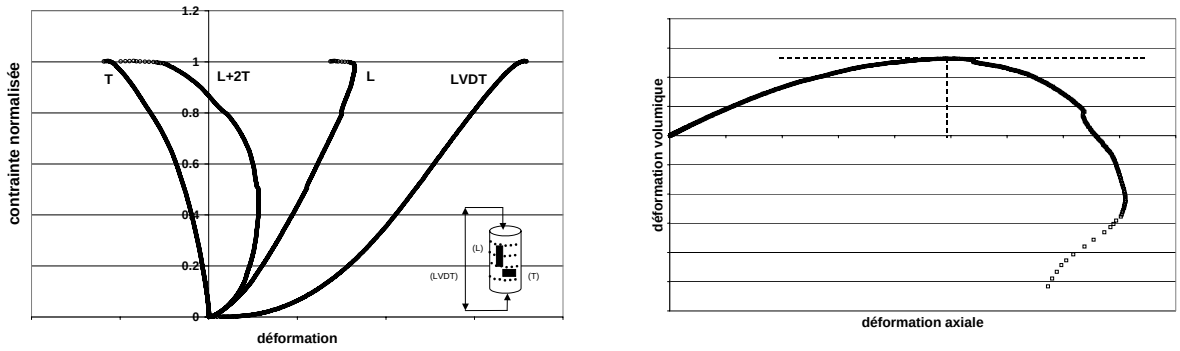
**Équation 7.10** $\varepsilon_{volumique} = \varepsilon_L + 2\varepsilon_T$ pour $\theta = 90°$,

**Équation 7.11** $\varepsilon_{volumique} = \varepsilon_L + \varepsilon_{T\perp} + \varepsilon_{T//}$ pour $\theta = 0$ et $45°$.

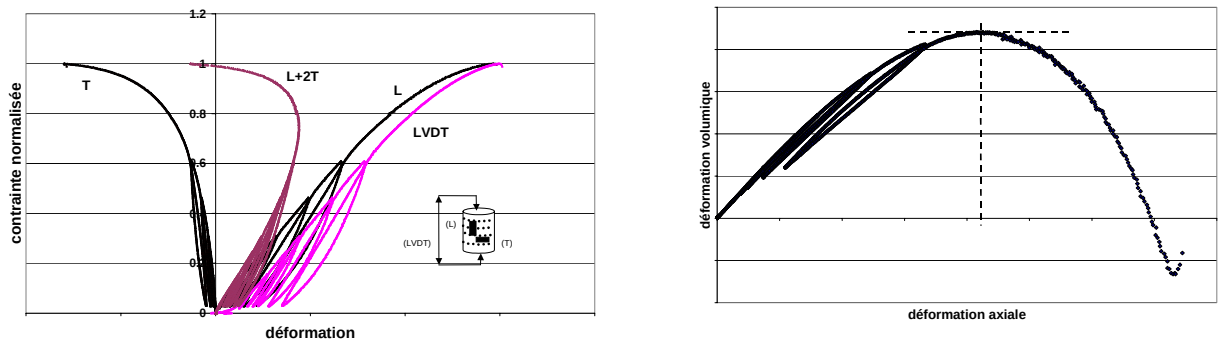
Le tracé des déformations volumiques sur la courbe $\sigma_{axiale}$–$\varepsilon$ ou sur une courbe $\varepsilon_{volumique}$-$\varepsilon_L$ permet de visualiser le caractère contractant ou dilatant en fonction de l'état de contrainte. Lorsque la courbe $\sigma_{axiale}$–$\varepsilon_{volumique}$ présente une partie linéaire (parfois visible jusqu'à la contrainte de contraction maximale ou seuil de dilatance), la pente de cette courbe fournit un module équivalent désigné par module de compressibilité $K$ sous hypothèse d'un matériau isotrope. Ainsi, en élasticité linaire, s'écrit la relation suivante reliant la contrainte moyenne et la déformation volumique :

**Équation 7.12** $$\sigma_{moyenne}=\frac{1}{3}.(\sigma_x+\sigma_y+\sigma_z)=K.\varepsilon_{volumique}=K.(\varepsilon_x+\varepsilon_y+\varepsilon_z)$$

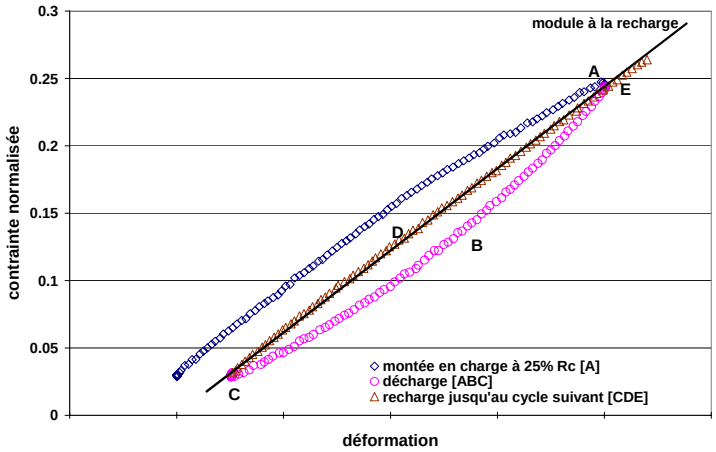
Les paramètres de rupture (résistance $R_c$, déformations à la rupture $\varepsilon_{Lmaxi}$ et $\varepsilon_{Tmaxi}$) ainsi que le comportement sont analysés sur les sollicitations monotones ; en effet, le cyclage mécanique nécessaire pour la détermination des paramètres d'élasticité peut modifier le comportement de la roche (écrouissage).




**(a) essai de compression uniaxiale monotone.**




**(b) essai de compression uniaxiale avec cycles de charge/décharge jusqu'à 0,50 $R_c$.**




**Au point A, le sens de la traverses est inversé et la décharge s'opère selon le trajet [ABC]. Ai point C, le déplacement de la traverse est de nouveau inversé et le recharge s'effectue selon [CDE].**

**(c) calcul du module de Young sécant sur la zone linéaire de recharge d'un cycle à 0,25 $R_c$, sur un tracé $\sigma$–$\varepsilon_L$.**

**Figure 7.5 – Représentation schématique des courbes contrainte normalisée par $R_c$ - déformation.**

**(a) et (b) : les déformations macroscopiques obtenues par jauges de déformation axiale et orthoradiale sont reportées ainsi que les déformations axiales macroscopiques mesurées à partir du capteur de déplacement *LVDT*.**

**La contrainte est normalisée par rapport à la résistance $R_c$.**

# 7.5 - Modules dynamiques d'élasticité

Des paramètres d'élasticité peuvent aussi être déterminés à partir des célérités de propagation des ondes acoustiques. Les modules ainsi estimés sont dits *dynamiques* ou *acoustiques*. Par rapport aux paramètres d'élasticité statiques obtenus par des essais mécaniques, les conditions de sollicitation ne sont pas les mêmes [MAN 66] : dans le cas de propagation des ondes ultra-sonores, la sollicitation est dynamique et les variations de température engendrées par l'onde n'ont pas le temps de se diffuser par conduction thermique : il n'y a pas d'échange de chaleur (comportement isentropique) ; au contraire dans le cas d'une sollicitation mécanique statique, les conditions sont proches de l'isotherme. De plus, lors des propagations des ondes acoustiques, le mouvement de l'eau contenue dans les pores ne s'effectue pas à l'identique des essais statiques : l'eau n'a pas le temps de se mouvoir ce qui crée des conditions non drainées. Pour ces raisons, sur des matériaux hydratés, les paramètres d'élasticité identifiés par les méthodes acoustiques et statiques diffèrent. Par exemple, sur différents calcaires, des données de la littérature citées par Al-Shayea [SHA 04] montrent que les modules *dynamiques* sont en moyenne supérieurs aux modules statiques d'un facteur variant entre 1,20 et 1,70 ; il en est de même pour les coefficients de Poisson.

Les modules de Young et de cisaillement ainsi que le coefficient de Poisson *acoustiques* sont donnés par les relations suivantes à partir des célérités ($V_P$ et $V_S$ selon les modes de propagation de compression et de cisaillement) et la masse volumique $\rho$ :

**Équation 7.13**
$$E_{acoustique} = \rho \frac{3V_P^2 V_S^2 - 4V_S^4}{V_P^2 - V_S^2}$$

**Équation 7.14**
$$G_{acoustique} = \rho V_S^2$$

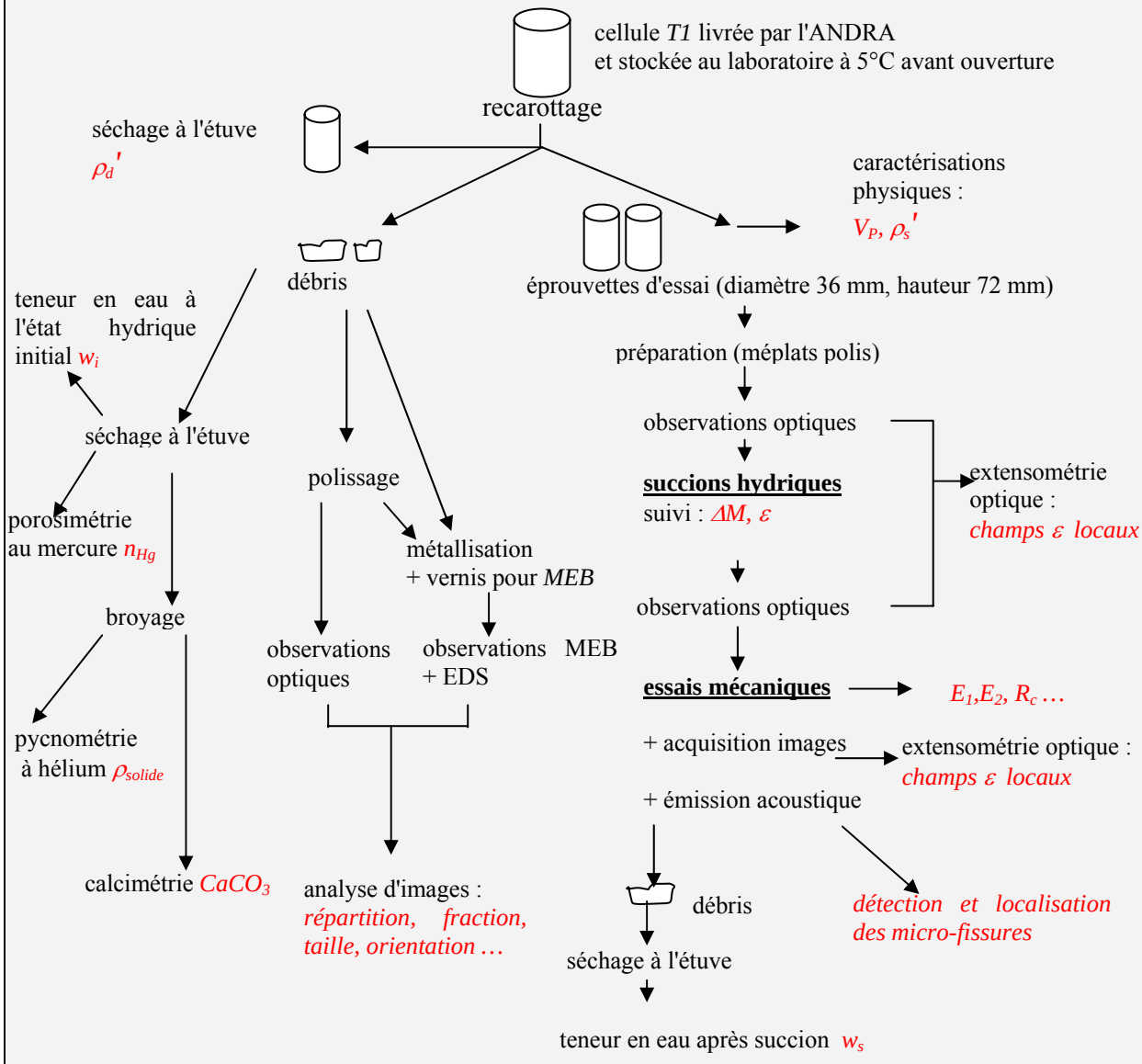
**Équation 7.15**
$$\nu_{acoustique} = \frac{V_P^2 - 2V_S^2}{2(V_P^2 - V_S^2)}$$

Pour la mesure des célérités des ondes élastiques, nous adoptons la même désignation de positionnement par rapport aux strates que dans le cas du positionnement des jauges de déformation. Par contre, la masse volumique est considérée comme une grandeur isotrope.

# Synthèse de la Partie II

Un certain nombre de paramètres et de techniques de mesure ont été présentés afin de **suivre et de quantifier les évolutions du matériau avant/après ou pendant une sollicitation extérieure** (hydrique ou mécanique). En plus des évolutions de certains paramètres physiques globaux (masse, célérité…), les évolutions de la microstructure sont considérées en termes d'évolutions des **déformations** et de l'**endommagement**. Différentes échelles complémentaires sont prises en compte en particulier pour la caractérisation microstructurale et pour le suivi des évolutions de surface. En ce sens, les outils et les démarches définies sont **multi-échelles**.

Le synoptique suivant résume la démarche suivie avec mention des techniques employées et des paramètres mesurés.




**En italique rouge, sont mentionnés les paramètres caractéristiques mesurés.**

# Partie III
# Microstructure des argilites

# Partie III
# Microstructure des argilites

L'ensemble des données collectées dans cette *Partie* a pour but de **caractériser l'organisation interne de la roche et d'en fournir une représentation conceptuelle multi-échelles**. Cette démarche constitue une étape première indispensable pour mettre en œuvre le suivi des déformations et endommagements par extensométrie optique jusqu'à l'échelle de la microstructure sous sollicitation. La connaissance de l'organisation des différentes phases constituantes est aussi un préalable à l'identification de mécanismes potentiellement actifs jusqu'aux échelles fines (dans nos travaux, typiquement de l'ordre du micron), mécanismes parfois locaux qui contribuent aux comportements macroscopiques instantanés et à long terme de l'argilite.

Le *Chapitre 8* présente les caractéristiques générales pétrologiques des différentes phases (solides, liquides et gazeuses) constituant les argilites. Cette approche plutôt naturaliste aborde aussi bien la nature que la diagenèse des différentes phases recensées dans ce type de roche, dans le but d'aider à la **compréhension de l'organisation interne et de la relation entre microstructure et les propriétés étudiées par la suite**. Une description sommaire de la géologie du site de Bure, Meuse/Haute-Marne (ANDRA), ainsi que certaines propriétés caractéristiques générales de cette roche sont présentées à partir de données issues de la littérature et de caractérisations que nous avons effectuées au laboratoire.

Des observations microstructurales sont menées à différentes échelles sur la roche dans son état hydrique de réception au laboratoire (*Chapitre 9*). Ces observations ont pour but premier de caractériser la structuration de la roche (identifications minéralogiques, distributions spatiales des phases, mise en évidence d'éventuelles hétérogénéités…).

**Sommaire Partie III**

*Chapitre 8 - Spécificités générales des roches argileuses silto-carbonatées ou argilites ..... III.3*

**8.1 - Minéralogie / Pétrologie des argilites ..... III.4**
**8.1.1 - Minéraux argileux ..... III.4**
8.1.1.1 - Classification générale ..... III.4
8.1.1.2 - Quelques données détaillées des différentes phases argileuses ..... III.6
8.1.1.3 - Quelques définitions de paramètres physiques ..... III.7
**8.1.2 - Minéraux non-argileux ..... III.8**
8.1.2.1 - Les carbonates ..... III.8
8.1.2.2 - Le quartz ou silice ..... III.9
8.1.2.3 - Les sulfures ..... III.9
8.1.2.4 - L'halite ou sel gemme ..... III.9
8.1.2.5 - Les oxydes ..... III.9
8.1.2.6 - Les micas ..... III.10
8.1.2.7 - La matière organique ..... III.10
**8.1.3 - Espace poral ..... III.10**
**8.1.4 - Eaux ..... III.11**
8.1.4.1 - Une eau structurée ..... III.11
8.1.4.2 - Une eau libre ..... III.12
8.1.4.3 - Mise en évidence expérimentale ..... III.12

**8.2 - Origines géologiques et dégradations des roches argileuses ..... III.12**
**8.2.1 - Diagenèse des argiles ..... III.12**
**8.2.2 - Processus d'altération des argiles ..... III.13**
**8.2.3 - Altération des minéraux dans le cas des argilites ..... III.14**

**8.3 - Argilite de Meuse/Haute-Marne ..... III.15**
**8.3.1 - Site ..... III.15**
**8.3.2 - Matériaux livrés ..... III.16**
**8.3.3 - Données générales physiques et mécaniques des argilites de Meuse/Haute-Marne ... 16**
8.3.3.1 - Propriétés physiques et minéralogiques ..... III.16
8.3.3.2 - Propriétés mécaniques générales ..... III.19
8.3.3.3 - Propriétés des phases présentes dans les argilites ..... III.20

*Chapitre 9 - Microstructure à l'état hydrique initial ..... III.21*

**9.1 - Observations microstructurales ..... III.21**
**9.1.1 - Observations à l'œil nu ..... III.22**
**9.1.2 - Observations au microscope optique ..... III.24**
**9.1.3 - Observations au microscope électronique à balayage associé à l'analyse chimique .. 33**

**9.2 - Investigation de l'espace poral par porosimétrie par intrusion de mercure ..... III.39**
**9.2.1 - Porosité à l'état sec ..... III.39**
9.2.1.1 - Séchage à l'étuve ..... III.39
9.2.1.2 - Séchage au dessiccateur ..... III.41
**9.2.2 - Utilisation de la porosimétrie au mercure sur des états hydratés ..... III.42**
**9.2.3 - Conclusions sur les mesures de porosité par porosimétrie au mercure ..... III.43**

**9.3 - Représentation schématique de l'organisation microstructurale ..... III.44**

*Synthèse de la partie III ..... III.46*

# Chapitre 8 - Spécificités générales des roches argileuses silto-carbonatées ou argilites

Le terme *argilite* désigne l'ensemble des roches argileuses d'origine sédimentaire ou résiduelle, à grains très fins et contenant au moins 40% volumiques de minéraux argileux, auxquels peuvent s'ajouter d'autres minéraux divers, détritiques ou non. Les argilites peuvent présenter une stratification plus ou moins importante.
Plus précisément, les argilites sont des roches silto-carbonatées indurées, cohésives[1] et multiphasiques, composées :

- de **minéraux argileux** (silicates d'alumine de différentes natures) et de **minéraux non argileux** (principalement, du quartz, des carbonates, des feldspaths, des sulfures, des oxydes et de la matière organique),
- d'**eau liquide** avec des caractéristiques diverses (nature chimique, *pH*, énergie de liaison, pression...) liées à la localisation de cette eau et à l'état hydrique de la roche (soit intra-particules argileuses, soit inter-agrégats argileux ou inter-grains non argileux),
- des **fluides gazeux** (vapeur d'eau, air, gaz issus de réactions diverses ...) occupant le volume poral accessible.

D'une façon générale comme l'illustre la Figure 2.3 pour les argilites étudiées au laboratoire, la répartition est la suivante : minéraux argileux (30 à 50% pondéraux), minéraux non argileux (50 à 70%), eau (de quelques % à 15% : par exemple, 4% pour les argilites de Tournemire, 8-10% pour les argilites de Bure) et espace poral (5 à 15% volumique).
Les différentes phases peuvent être présentées schématiquement par l'organigramme de la Figure 8.1.

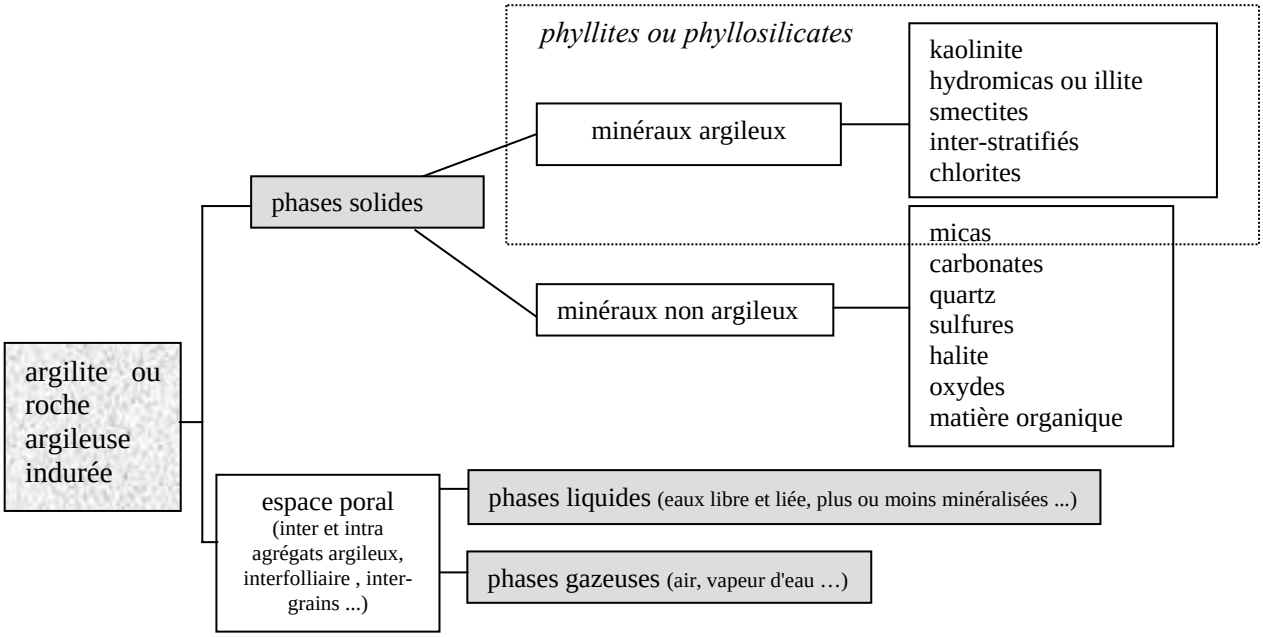



**Figure 8.1 - Organigramme des différentes phases présentes dans les roches argileuses indurées.**

Une description générale des différentes phases (solides, liquides et pores) constituant les roches de type argilite, est maintenant proposée en mentionnant succinctement les mécanismes de genèse et de dégradation. Les caractéristiques propres au cas des argilites de Meuse/Haute-Marne à la profondeur des ouvrages horizontaux de stockage, sont synthétisées au *§ 8.3*.

[1] Le mot *argile* est plutôt employé pour des roches argileuses meubles, sans cohésion.

# 8.1 - Minéralogie / Pétrologie des argilites

Les données pétrologiques [CAI 82] [MIL 64] [FOU 88] sont brièvement détaillées dans le but de comprendre l'organisation structurale de la roche et de pouvoir ainsi identifier les phases lors des observations microstruturales (en particulier lors des analyses chimiques réalisées au microscope électronique à balayage au *Chapitre 9*).

D'une façon générale, l'écorce terrestre est composée majoritairement de silicates (92%) qui se caractérisent par la répétition du motif élémentaire tétraédrique $[SiO_4]^{4-}$, comportant un atome Si au centre et des atomes O aux quatre sommets. Ces tétraèdres sont reliés entre eux soit par des ions tels que $Al^{3+}$, $Ca^{2+}$, $Na^{+}$, $K^{+}$, $Mg^{2+}$, $Fe^{2+}$, $OH^{-}$ ..., soit par un ou plusieurs atomes O, communs alors à deux tétraèdres voisins (Figure 8.2). Dans le cas des alumino-silicates, des atomes Al peuvent remplacer le silicium dans le tétraèdre.

Trois groupes principaux sont classiquement distingués dans la famille des alumino-silicates :

- les **feldspaths** qui sont des alumino-silicates anhydres avec présence de K, Na ou Ca selon les types. Ils sont altérables facilement, en particulier aux affleurements (par hydrolyse), et donnent naissance, sous certaines conditions, à des minéraux argileux. Le groupe des feldspaths comporte un grand nombre de minéraux et en particulier presque tous ceux qui constituent les roches magmatiques et métamorphiques.

- les **pyroxènes** et amphibioles : ces ferro-magnésiens sont peu présents dans les roches sédimentaires.

- les **phyllites** ou phyllosilicates qui comprennent environ 180 espèces ou variétés, parmi lesquelles les groupes très importants des **micas** et des **argiles**. La structure de base se compose de rubans de tétraèdres $[SiO_3]$ étendus de manière illimitée dans deux directions de l'espace, ce qui aboutit à des structures en feuillets avec généralement un excellent clivage basal. Autour de $[SiO_3]$, sont présents les éléments Al, K, Mg (plus rarement Fe) ainsi que systématiquement le groupement $OH^{-}$. Les minéraux argileux se rencontrent soit en phases pures, soit en inter-stratifiés plus ou moins réguliers.

## 8.1.1 - Minéraux argileux

Comme signalé au *Chapitre 8.3*, les minéraux argileux des argilites de Meuse/Haute-Marne sont d'origine détritique provenant d'érosion antérieure au dépôt des couches.

### 8.1.1.1 - Classification générale

Les minéraux argileux sont soit un produit de dégradation par lessivage (hydrolyse) constituant alors des sols, soit un produit d'agradation en milieu confiné et riche en ions (il s'agit alors de minéraux reconstitués). Les grandes classes d'argiles sont la kaolinite, la smectite, l'illite, la chlorite, décrites plus en détail par la suite. Les éléments et groupements principaux sont oxygène - silicium - aluminium - magnésium – ion hydroxyle. D'autres ions s'organisent dans cette structure de base.

Une définition assez ancienne décrit **les argiles comme une roche sédimentaire à grains fins (typiquement de taille inférieure à 2 µm). Plusieurs niveaux d'organisation interne existent et peuvent être décrits selon les échelles spatiales considérées, depuis l'échelle élémentaire atomique jusqu'à celle des agrégats argileux** (de l'ordre de quelques dizaines de microns).

Par ordre croissant de taille, les différentes **unités de structuration des argiles** sont (Figure 8.2) :

- un **plan** se définit par l'empilement à deux dimensions d'atomes O ou ions hydroxyles $OH^-$ ; cet empilement est soit compact *C*, soit hexagonal *H*.

- une **couche** est la superposition de deux plans avec la création de sites interstitiels de géométrie différente selon le type de plans superposés :
  - la couche tétraédrique *T* est la superposition de deux plans *H* et *C*,
  - la couche octaédrique *O* correspond à la superposition de deux plans *C*.

- un **feuillet** est la superposition de plusieurs couches *T* et *O*. Suivant le nombre de couches (de deux à quatre), les feuillets répertoriés par leurs nombres de couches *T* et *O*, ont des épaisseurs moyennes et des propriétés caractéristiques propres (Figure 8.3).
Les feuillets ont des surfaces de charge négative, variable selon le *pH* de la roche (généralement élevé, de l'ordre de *pH* 8) et selon les éventuelles substitutions entre groupements. Des ions positifs ou cations sont présents, assurant ainsi l'électroneutralité des feuillets. Ces ions sont dits cations compensateurs et sont généralement $Ca^{2+}$, $Na^+$, $Mg^{2+}$. Les natures des feuillets et des cations confèrent aux argiles des propriétés propres (aptitude au gonflement, altération …).

- les **particules** sont des empilements, ordonnés ou non, de feuillets. A une échelle plus grossière, le regroupement de particules est désigné par le terme **agrégat**.

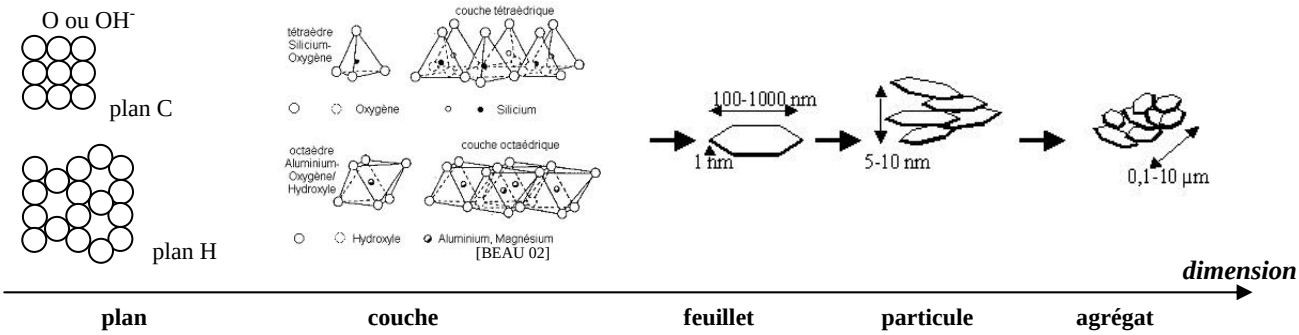



**Figure 8.2 - Représentations schématiques multi-échelles des différentes unités de structuration des argiles.**

La nature des liaisons chimiques dépend de l'échelle considérée. En effet, au sein des feuillets, les liaisons sont de nature iono-covalente (mise en commun de deux électrons et attraction électrostatique entre ions de charges opposées). Il s'agit de liaisons fortes entre Si et O ou entre Al et O. Par contre, les liaisons inter-feuillets et inter-particules sont de natures différentes, plus faibles que les liaisons iono-covalentes, et peuvent être regroupées selon trois types :

- les forces de van der Waals (entre dipôles à l'échelle des couches et de la surface des feuillets),
- les liaisons hydrogène entre les ions $H^+$,
- les liaisons coulombiennes dues à la présence de cations compensateurs entre les feuillets comme les ions $K^+$ dans l'illite.

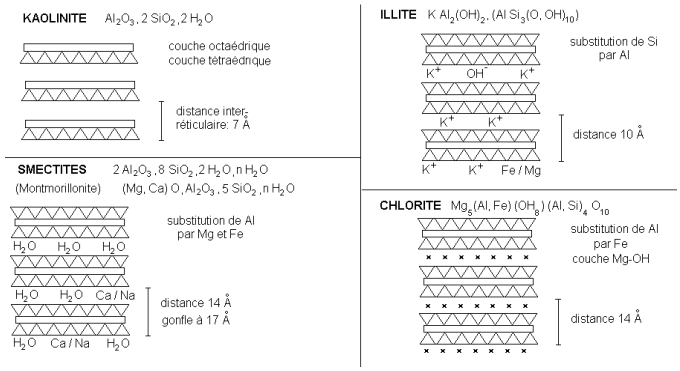



**Figure 8.3 - Structures des phyllo-silicates argileux [BEAU 02].**

**8.1.1.2 - Quelques données détaillées des différentes phases argileuses**

Les différents types d'argiles sont présentés brièvement à partir de la littérature [CAI 82][FOU 88] [GAS 02][BRG 97][BEAU 02]. Etant donné leur grande variété, par la suite, nous employons pour cette famille de minéraux, les termes d'*argiles* au pluriel ou de phase argileuse.

a - Kaolinite

La kaolinite est un phyllosilicate sans substitution. Les feuillets sont composés de deux couches dans la configuration *TO* noté aussi 1:1, électriquement neutre et de distance inter-feuillets de 7 Å (Figure 8.3). La formule minéralogique de référence est : $Al_4[(OH)_8Si_4O_{10}]$ (cas non hydraté).

b - Groupe des hydromicas

Le terme hydromica désigne des micas ou gneiss altérés ayant perdu une partie de leurs ions métalliques. Ces départs sont électriquement compensés par des ions $K^+$ en position interfoliaire. L'illite (du nom de l'Etat de l'Illinois USA où l'espèce a été découverte en 1937) ou hydromuscovite appartient au groupe de phyllite *TOT* ou 2:1, constitué de feuillets sans expansion dans le système cristallin monoclinique et de distance interfoliaire de 10 Å (Figure 8.3).
La composition chimique des illites peut s'exprimer sous les formes suivantes :

$K_xAl_4(Al_xSi_{8-x}O_{20})(OH)_4$ avec $1<x<1,5$ [CAI 82]

$(K,H_3O)(Al,Mg,Fe)_2(Si,Al)_4O_{10}\{(OH)_2,H_2O\}$ [BRG 97]

L'illite a de fortes similitudes avec la muscovite (*cf.* les micas au *§ 8.1.2.6*) mais comporte cependant moins d'ions potassium $K^+$. Ce déficit en potassium est responsable des liaisons entre les feuillets d'illite, et d'un empilement moins régulier de ces derniers. L'élément K bloque le mouvement des feuillets **empêchant ainsi tout gonflement**.

c - Groupe des smectites

Le groupe des smectites est le même que celui des illites (2:1) mais avec une organisation moindre dans l'empilement des feuillets (Figure 8.3). **Ce désordre ainsi que la faible charge des feuillets facilitent leur écartement**. Dans cet espace interfoliaire, peuvent se loger divers cations, de l'eau et des molécules organiques, c'est pourquoi la distance interfoliaire peut varier de 14 à 17 Å (la valeur moyenne de 15 Å est souvent mentionnée), ce qui explique aussi la grande variété de minéraux rattachés à cette famille. Par exemple, la montmorillonite et la beidellite sont des variétés de smectite.
La formule chimique générale des smectites peut s'écrire de la façon suivante :

$(Na,Ca)_{0,3}(Al,Mg)_2Si_4O_{10}(OH)_2.nH_2O$

Il existe deux grandes variétés de smectites suivant le cation compensateur majoritaire : les smectites à **pôle sodique** Na et les smectites à **pôle calcique** Ca. Il existe un lien direct entre la nature du cation compensateur et la présence des éléments Al ou Mg pour respecter des occupations de site et d'électroneutralité (quand Al - resp. Mg - est majoritaire, la smectite est plutôt à pôle sodique - resp. calcique -). De plus, la nature des cations compensateurs influe directement sur l'aptitude à la prise d'eau. **Une smectite sodique est gonflante alors que lorsque le calcium est majoritaire, l'aptitude au gonflement est beaucoup plus faible**.

Le matériau se présente sous forme de masses blanches, grises ou rosées, absorbant l'eau en augmentant de volume sans devenir plastique (pour les smectites sodiques). Ces roches sont formées par altération de roches basiques dans des conditions alcalines (climat semi-aride, eaux stagnantes).
Ce type d'argile porte divers noms commerciaux en fonction du taux de pureté. On peut citer en particulier les termes de *bentonite* (issu de la formation *Benton shale* dans la région du Wyoming aux USA) qui se subdivisent pour les smectites Na en *bentonite du Wyoming*, et pour les smectites Ca en *Southern bentonite* ou terre à foulon.

d - Groupe des chlorites

Les chlorites sont des aluminosilicates de magnésium, fer et aluminium formant un groupe de minéraux ressemblant aux micas mais avec un clivage moins facile (Figure 8.3). Les feuillets des chlorites sont la superposition de couches *TOTO* ou 2:1:1, d'épaisseur 14 Å.
Sont classiquement distinguées :

- les **chlorites magnésiennes** $(Mg,Al,Fe)_3[(OH)_2AlSi_30_{10}]Mg_3(OH)_6$ (pennine, clinochlore, ripidolite) : très répandues, elles proviennent de la transformation hydrothermale de silicates ferro-magnésiens de type biotite, et se rencontrent dans les roches sédimentaires formant des bancs au milieu des calcaires sous forme de cristaux désordonnés.
- la **serpentine** $Mg_6[(OH)_8Si_4O_{10}]$ : de couleur généralement vert à brun, la serpentine se présente sous forme de cristaux distincts agrégés soit massivement, soit sous forme fibreuse avec des cassures conchoïdales à fibreuses. La serpentine provient de la transformation de roches basaltiques et prend la forme de nodules et lentilles dans les roches calcaires.

e - Inter-stratifiés

Les inter-stratifiés sont l'association intime de deux (ou plus) types d'argiles. Dans le cas de l'argilite de Meuse/Haute-Marne, il s'agit principalement d'inter-stratifiés d'illite et de smectite. On peut les dissocier en deux groupes : inter-stratifiés réguliers illite – smectite notés *R1*, et inter-stratifiés irréguliers illite – smectite notés *R0*. Ces derniers sont les plus répandus.
Ce type d'inter-stratifiés est la conséquence de la transformation incomplète (antérieure au dépôt) de smectite en illite sous certaines conditions (enfouissement, température et pression) selon la formule suivante :

$$\text{smectite} + Al^{3+} + K^{+} \rightarrow \text{illite} + Si^{4+}$$

f - Organisation des phases argileuses

Tessier [TES 84] définit trois types principaux d'agrégats dans les minéraux argileux que l'on retrouve dans les argilites du Callovo-Oxfordien étudiées dans nos travaux. Ainsi d'après les travaux de Bouchet *et al.* [BOUC 00], selon leur nature, on peut distinguer des structurations différentes comme illustré en Figure 8.4 :

- des cristallites isolées qui se présentent sous forme de plaquette pour la kaolinite (Figure 8.4-a),
- des microdomaines qui sont assemblages réguliers de cristallites pour les illites (Figure 8.4-b),
- des quasi-cristaux pour les smectites (Figure 8.4-c) qui ne sont pas stables ce qui se traduit par des dimensions variables.

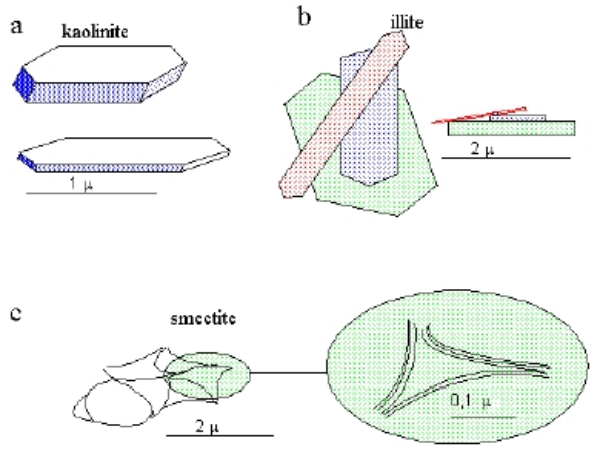



**Figure 8.4 - Structuration des phases argileuses [BOUC 00].**

### 8.1.1.3 - Quelques définitions de paramètres physiques

En lien direct avec des propriétés caractéristiques des argiles, deux paramètres peuvent être définis à ce stade :

a - Surface spécifique

La surface spécifique ($m^2/g$) se caractérise par la surface totale (et non la surface apparente) de l'échantillon rapportée à la masse de matière. Les travaux de Langmuir (1881-1957) ont validé une méthode consistant à déposer par adsorption une couche mono-moléculaire (souvent de l'azote gazeux) sur les surfaces libres d'échantillons exempts d'eau. La détermination de la quantité de gaz ainsi déposé permet de déterminer indirectement la surface totale de l'éprouvette. La théorie de Langmuir a

été par la suite généralisée à l'adsorption de multi-couches par les travaux de Brunauer, Emmet et Teller en 1938 [BRU 38], méthode souvent désignée par leurs initiales *B.E.T.*.

b - Capacité d'échange cationique

La Capacité d'Echange Cationique (*CEC* exprimée en milli-équivalent/100g) caractérise les échanges entre la solution interstitielle et les cations (localisés dans la structure des particules ou plus précisément sur la surface des feuillets). De façon globale, les échanges cationiques ont deux origines possibles : d'une part, les substitutions isomorphiques (divers cations peuvent se substituer les uns aux autres dans les cavités organisées par les ions oxygène décrites par la Figure 8.2, sous réserve de compatibilité géométrique), et d'autre part, les phénomènes de bordure (lorsqu'un cristal est brisé, les valences en bordure ne sont plus saturées permettant l'arrivée d'éléments assurant ainsi la balance électrique). La *CEC* traduit l'état d'ordre des particules au sein de l'argile.

A titre d'exemple, des valeurs de surface spécifique et de *CEC* sont données dans le Tableau 8.1 pour les principales familles d'argile pure. A travers la *CEC*, apparaît nettement la grande stabilité de la kaolinite et de l'illite dans une moindre mesure ; par contre, les smectites échangent plus facilement ce qui se traduit par une structuration moins ordonnée.

**Tableau 8.1 – Caractéristiques des grandes familles d'argiles [CAI 82].**

| Famille d'argile | kaolinite | smectite | illite | chlorite |
|---|---|---|---|---|
| Feuillet | 1 : 1<br>*TO* | 2 : 1<br>*TOT* | 2 : 1<br>*TOT* | 2 : 1 : 1<br>*TOTO* |
| Cations compensateurs | - | $Ca^{2+}$, $Na^{+}$ | $K^{+}$ | - |
| *CEC* (meq/100g) | 5 | 82 | 27 | - |
| Surface spécifique ($m^2$/g) (azote $N_2$) | 6,6 | 46 | 101 | - |

## 8.1.2 - Minéraux non-argileux

### 8.1.2.1 - Les carbonates

Sous le terme de carbonates, se regroupent les sels de l'acide carbonique qui se caractérisent par la présence de l'anion $(CO_3)^{2-}$ sous des formes diverses. Plusieurs variétés sont recensées mais les principales dans les roches sédimentaires sont les carbonates de calcium qui se déclinent selon les trois variétés anhydres suivantes :

***la calcite* : $Ca(CO_3)$**

La calcite cristallise sous forme de rhomboèdres de taille variable (jusqu'à un mètre dans les formations calcaires) et peut aussi se présenter sous forme de petits cristaux d'une taille de 1 à 4 µm (souvent désignés alors par micrite). Elle réagit facilement aux acides et présente des macles très fréquentes. La calcite est un minéral abondant, constitutif des calcaires. Très fréquente dans tous les types de gîtes hydrothermaux, la calcite est souvent associée aux quartz et sulfures.

***l'aragonite* : $Ca(CO_3)$**

Cette variété de carbonate anhydre est stable à haute température et instable dans les conditions normales, dans lesquelles elle se transforme alors en calcite. L'aragonite cristallise dans le système orthorhombique et est souvent présente dans les coquilles d'invertébrés.

***la dolomite* : $Ca(Mg,$ Fe, Mn$)(CO_3)_2$**

La dolomite cristallise dans le système rhomboédrique sous forme d'agrégats de petits cristaux à faces courbes. Minéral fréquent dans les calcaires dolomiques, on peut en distinguer deux types :

- les dolomites primaires, dues à la précipitation directe de dolomite (dans les lagunes côtières des pays chauds) et associées aux gypse et argiles (illite et montmorillonite),
- les dolomites secondaires, conséquences d'un remplacement plus ou moins partiel de la calcite par de la dolomie (dolomitisation). Elles sont en général grossières ce qui donne par altération des aspects rugueux, et elles gardent des traces de leur structure originelle (coquilles de matière organique fossile).

**8.1.2.2 - Le quartz ou silice**

Peu altérable, le quartz $SiO_2$ se présente sous forme de cristaux à prismes hexagonaux avec peu de macles et avec de fréquentes inclusions gazeuses, liquides ou cristallines.
Minéral des plus communs, le quartz est présent dans les roches éruptives acides (granites), les schistes cristallins (gneiss, micaschistes) et les roches sédimentaires (grès, sables, argilites).

**8.1.2.3 - Les sulfures**

***la pyrite :*** **$FeS_2$**

La pyrite se présente sous forme de cristaux cubiques ou octaédriques de couleur jaune avec des éclats métalliques vifs. Il s'agit du sulfure le plus abondant sur la croûte terrestre, rencontré dans presque tous les gisements (magmatiques, métamorphiques, hydrothermaux, sédimentaires).

***la marcasite :*** **$FeS_2$**

La marcasite est le dimorphe orthorhombique de la pyrite. Ce minéral se forme à faible température dans des conditions très acides et se rencontre principalement dans les contextes sédimentaires (calcaires, marnes, craie...) et les filons hydrothermaux. D'éclat métallique, sa couleur sur cassure fraîche est blanc d'étain virant rapidement au jaune bronze pâle par exposition à l'air. La marcasite se rencontre en nodules sphériques (fréquents dans les formations sédimentaires) et en cristaux tabulaires fréquemment maclés.

***le gypse :*** **$Ca(SO_4).2H_2O$**

Le gypse est le sulfate de calcium di-hydraté. Il s'agit d'un minéral typique des dépôts évaporitiques dans lesquels il se forme par précipitation ou par hydratation de l'anhydrite ; il peut également être le produit de sublimation des fumerolles volcaniques et d'oxydation dans les gisements métallifères. Le gypse se présente en gros cristaux généralement aplatis, prismatiques et allongés, parfois aciculaires aux faces arrondies et striées sur leurs longueurs.
Très communes, les formations de gypse sont associées aux roches sédimentaires d'origine lagunaire avec l'anhydrite et le sel gemme, et aux gîtes superficiels dus à l'action d'eaux sulfatées acides sur des calcaires. Le gypse est généralement présent dans les argilites sous forme d'auréoles autour des veines de pyrite, selon la réaction de décomposition des sulfures et carbonates en conditions oxydantes (*cf. §8.2.3*).

***l'anhydrite*** **: $Ca(SO_4)$**

L'anhydrite se présente sous forme de masses écailleuses à finement grenues organisées en cristaux prismatiques mais rarement bien cristallisées. Se présentant sous formes concrétionnées de couleur blanc à gris noir, l'anhydrite s'altère très fréquemment en gypse et est un constituant important des roches salifères avec le gypse et le sel gemme.

***la jarosite :*** **$KFe_3(SO_4)_2(OH)_6$**

Il s'agit d'un minéral secondaire très répandu dans la zone d'oxydation des amas pyriteux, situés dans les régions arides. La jarosite se présente assez souvent en croûtes et masses compactes granulaires, concrétionnées ou terreuses, à l'éclat vitreux à sub-adamantin.

**8.1.2.4 - L'halite ou sel gemme**

L'halite NaCl se présente en cristaux cubiques et clivables. Abondant, il est présent dans les niveaux sédimentaires formés par évaporation et est souvent associé au gypse.

**8.1.2.5 - Les oxydes**

***les oxydes de fer :***

Les oxydes ou hydroxydes de fer sont des minéraux secondaires qui résultent de l'altération de minéraux primaires tels que les sulfures (pyrite ou marcasite).
L'**hématite** ($\alpha$-$Fe_2O_3$) se forme dans des milieux alcalins enrichis en fer et dans des conditions hydrothermales. Dans les phénomènes d'altération superficielle, l'hématite se forme en milieu sec ou peu humide.
La **goethite** ($\beta$-FeO(OH)) et la lépidocrite ($\gamma$-FeO(OH)) sont des produits d'altération très courants. Ils sont stables jusqu'à 100°C en eau douce et jusqu'à 70°C en eaux salines. La goethite se présente sous forme tabulaire ou aciculaire.

***les oxydes de titane :***
La rutile $TiO_2$ est l'oxyde de titane le plus répandu. Il est souvent présent sous forme disséminée dans des roches métamorphiques (quartzites et calcaires) et dans des filons hydrothermaux en association avec des phyllosilicates (comme la pyrophyllite qui résulte de l'altération hydrothermale de roches alumineuses).

**8.1.2.6 - Les micas**
D'origine latine signifiant *miette*, les micas appartiennent à la famille des phyllosilicates, leur altération donnant naissance à des hydromicas comme évoqué précédemment. Ils sont constitués de feuillets élémentaires, épais de 10 Å, comportant deux couches de tétraèdres $[SiO_4]^{4-}$ avec substitution partielle de Si par Al, encadrant une couche d'octaèdres. Les feuillets sont unis entre eux par des cations (K, Na, Fe, Mg ...). Formant des cristaux pseudo-hexagonaux, ils se débitent facilement en de fines lamelles élastiques et flexibles.

Les micas sont peu abondants dans les roches sédimentaires car ils s'altèrent facilement en inter-stratifiés. A titre d'exemples de micas fréquemment présents dans les argilites étudiées, on peut citer les micas noirs ferromagnésiens tels que en particulier la **biotite** $K(Mg,Fe)_3[Si_3AlO_{10}\ (OH,F)_2]$, la glauconie $(K,Na)(Fe,Al,Mg)_2(Si,Al)_4O_{10}(OH)_2$, et les micas blancs alumineux comme la **muscovite**[2] $KAl_2\ [Si_3AlO_{10}\ (OH,F)_2]$.

**8.1.2.7 - La matière organique**
La matière organique se présente sous forme d'amas fossiles imbriqués contenant fréquemment de la pyrite. Parmi les fossiles, désignés aussi par bioclaste (débris d'origine biologique), on trouve d'une part, pour les tailles sub- à millimétriques, des oolithes[3] et des coccolithes[4], et pour des dimensions supérieures (centimétriques), des gastéropodes ou autres.
La matière organique dans les argilites est en faible quantité (de l'ordre de 0,5%) et est plutôt localisée.

**8.1.3 - Espace poral**
**La porosité est présente à toutes les échelles d'organisation** dans les argilites comme dans les roches sédimentaires en général [ERM 01]. La taille des pores dépend de la taille des particules et des agrégats argileux, de leurs organisations (donc du processus de formation de la roche).
On peut distinguer différentes classes de pores suivant leur taille et leur localisation :

- les **pores micrométriques** : ces pores de taille importante sont associés à des minéraux détritiques, aux clastes et aux agrégats argileux (il s'agit alors de porosité inter-agrégat en particulier dans le cas de désordre de ceux-ci).
- les pores **sub-micrométriques à nanométriques** : ils sont associés à l'arrangement interne des particules argileuses (porosité intra-agrégat).
- porosité **résiduelle ou inter-particulaire** : il s'agit de vides de dimensions moléculaires, associés à des zones argileuses homogènes bien compactées ; cette porosité est liée à l'existence des couches superficielles adsorbées.
- porosité **inter-foliaire** (quelques Å) : cette porosité est associée à l'espace inter-feuillets, essentiellement dans les cas de smectite pure ou d'inter-stratifié illite/smectite, et n'est accessible qu'à des molécules polaires.

La Figure 8.5 regroupe les différents types de porosité ainsi que leur taille et l'état de l'eau associée.

[2] Sous forme de très petits cristaux disposés en paillettes ou en aiguilles flexueuses, la muscovite est désignée par séricite.
[3] Une oolithe (du grec *ôon* signifiant œuf et *lithes* signifiant pierre) est une petite sphère minérale à structure concentrique d'une taille comprise entre 0,5 et 2 mm.
[4] Une coccolithe (du grec *kokkos* signifiant pépin) est constituée de plaques de carbonate de calcium assemblées sous forme de discoïdes de quelques microns, servant à protéger une algue unicellulaire.

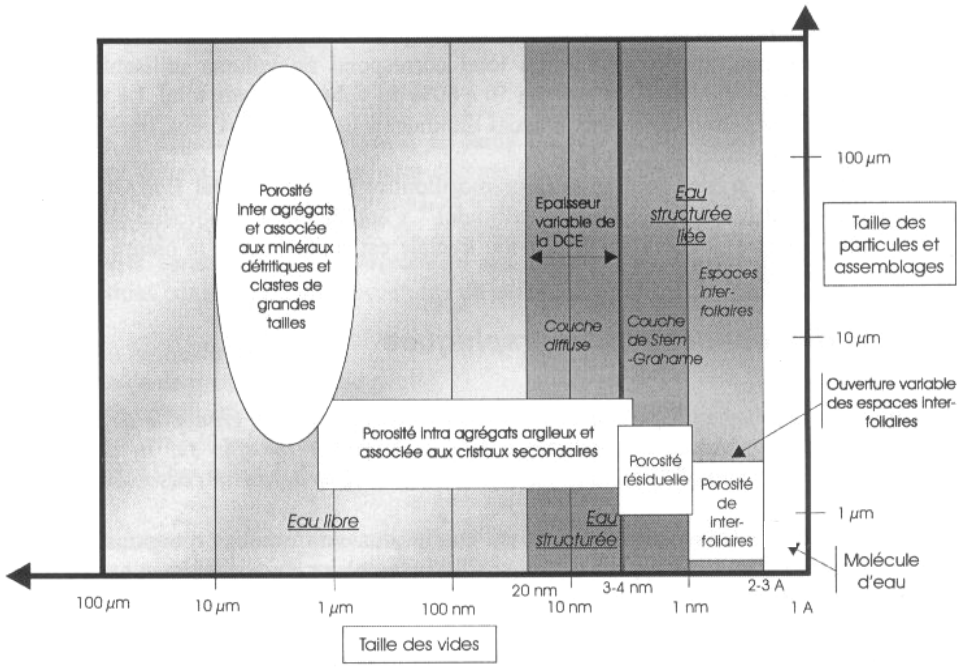



**Figure 8.5 – Association schématique des tailles de pores et du type d'eau associée [ERM 01].**

**L'abréviation *DCE* correspond à la *double couche électrique* que nous détaillons par la suite.**

## 8.1.4 - Eaux

Comme nous l'avons mentionné au *Chapitre 1*, l'eau dans la roche peut être classée en deux groupes : l'**eau structurée ou liée** et l'**eau libre ou interstitielle**. L'état thermodynamique de l'eau dépend de son environnement minéralogique et donc de sa localisation (feuillets argileux, macropores ...)[5] comme le mentionne la Figure 8.5.

### 8.1.4.1 - Une eau structurée

Dans les pores, l'eau est structurée au voisinage des surfaces solides, en particulier à la surface des particules d'argile qui portent une charge électrique résiduelle. Cette charge intrinsèque permanente et variable ($pH \neq 7$) crée une double couche électrique à l'interface entre un soluté et la surface solide de la particule argileuse. Cette double couche est due à l'adsorption préférentielle d'une partie des ions de la solution qui assurent la neutralité électrique de l'interface. La double couche résulte d'un équilibre complexe entre la densité de charge à la surface des minéraux (donc aussi du type de minéral), la nature des ions en solution, les effets électrostatiques et la diffusion due à l'agitation thermique.
Différents modèles tentent de rendre compte de ce phénomène en décrivant une première couche compacte à l'interface et une couche diffuse. Selon le modèle de Stern-Grahame (cité par exemple par Dormieux *et al.* [DOR 95]), la couche compacte (ou de Stern) favorise l'adsorption spécifique des ions hydratés (adsorption de nature covalente ou chimique, partiellement réversible), alors que, dans la couche diffuse (ou de Gouy), les forces qui opèrent sont de nature électrique.
L'existence de cette double couche a pour effet de structurer l'eau soit directement au niveau de la molécule d'eau bipolaire, soit à travers les ions des solutions aqueuses.
On peut alors distinguer les deux types d'eau décrits précédemment avec des énergies de liaison différentes, en **une eau structurale** (l'eau de la double couche) et **une eau adsorbée physiquement ou inter-foliaire** (ainsi désignée par sa localisation).
Dans le cas des minéraux autres (silicates, carbonates, micas) qui ne présentent pas *a priori* de charges permanentes de surface, une charge de surface peut se créer, liée au *pH* de la solution de pore, participant alors à la fixation de l'eau.

[5] Aucun critère chimique (minéralisation par exemple) n'est pris en compte par la suite.

#### 8.1.4.2 - Une eau libre

Ce type d'eau échappe aux forces superficielles des particules solides. **L'eau libre occupe les macropores et est ainsi souvent désignée par eau interstitielle**. **Elle participe au transport** ; elle est la première à migrer lors de la dessiccation par exemple. On peut considérer que pour les minéraux à forte charge de surface (argileux), l'eau libre ne soit pas présente dans des pores inférieurs à 200 Å, et pour les minéraux autres, le phénomène serait similaire pour des vides plus petits (< 20 Å). En d'autres termes, d'une façon générale, **au dessus de 200 Å, l'eau de pore peut être considérée comme de l'eau libre**.

#### 8.1.4.3 - Mise en évidence expérimentale

**L'eau structurée (plus ou moins liée) joue un rôle majeur dans les échanges fluide/roche alors que l'eau libre intervient majoritairement dans les phénomènes de transport.**

L'eau, quelle que soit sa nature, est donc l'objet d'interactions importantes avec la phase solide. Tout départ ou apport d'eau se traduit alors par des modifications de paramètres physiques (densité, volume, teneur en eau, porosité, célérité de propagation des ondes ultra-sonores ...). La quantification de chaque type d'eau n'est pas directement accessible. Une autre classification de l'eau est faite fréquemment en liaison directe avec les techniques de mesures : une **eau évaporable** (l'eau libre et l'eau physico-absorbée) et une **eau non-évaporable** (l'eau structurale ou chemico-absorbée).

Une analyse thermogravimétrique (mesure en continu de la masse d'un échantillon soumis à une montée en température à vitesse constante sous atmosphère contrôlée) permet de suivre l'évolution de la masse, qui est en liaison directe avec l'état d'avancement de certaines réactions de la matière (évaporation d'eau, réduction, oxydation ...). C'est ainsi que l'eau évaporable part entre 100 et 150°C (mais au delà de 120°C, la décomposition des carbonates s'ajoute aux pertes de masse dues à la seule déshydratation) ; l'eau non-évaporable ou liée débuterait sa migration autour de 300-350°C (en commençant par les groupes hydroxyles des minéraux hydratés) et cette dernière ne serait complète que vers 1 200°C.

## 8.2 - Origines géologiques et dégradations des roches argileuses

Ce paragraphe consacré à la genèse des argiles et à leurs modes de dégradation a pour but d'apporter quelques informations afin de mieux comprendre les mécanismes qui interviennent dans la diagenèse ou la pétro-fabrique des roches étudiées ainsi que d'identifier les transformations possibles à court et long termes suite à l'excavation de l'ouvrage. Certains de nos essais de transfert hydrique étant d'une durée assez longue (typiquement une année), il nous paraît intéressant de mentionner les phénomènes possibles de dégradation, phénomènes qui peuvent modifier la microstructure de la roche et induire des déformations et de l'endommagement au sens de la mécanique.

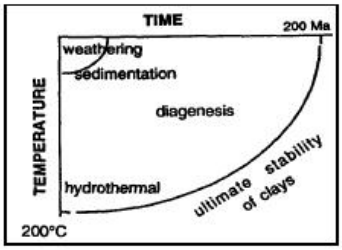
Nous emploierons le terme **dégradation** pour toute modification entraînant une perte de propriétés de la roche, d'origine mécanique, physico-chimique ou autre, et le terme **altération** plus spécifiquement pour les modifications d'origines physico-chimiques et/ou biologique.

### 8.2.1 - Diagenèse des argiles

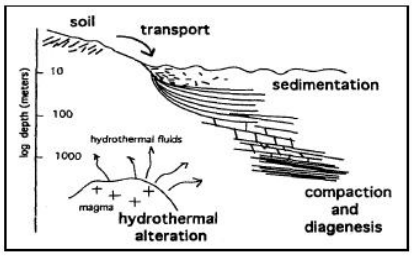
Les argiles résultent de l'interaction entre une solution et une roche pré-existante. Divers processus[6] de dissolution et de recristallisation conduisent à la formation ou à la transformation de minéraux argileux. La quantité d'eau par rapport aux phases solides, les conditions de température et de pression déterminent le degré d'avancement et le type de réactions chimiques, donc finalement le type de minéral formé. De par les conditions de pression et de température, les argiles ne sont présentes qu'à proximité de la surface terrestre (les quelques centaines de mètres supérieures de la croûte terrestre). Dès que la température dépasse 50 à 80°C, les argiles deviennent instables et commencent à se modifier en d'autres minéraux argileux ou non (feldspath, mica). La dimension temporelle est aussi un

[6] Guillemot [GUI 68] recense les trois processus principaux que sont l'héritage détritique, la transformation et la néogenèse, et que nous détaillons dans l'Annexe A1.

facteur déterminant de la genèse des argiles. En effet, pour des faibles températures, de longues périodes de temps sont nécessaires pour modifier la minéralogie des argiles ; au contraire, ces réactions sont plus rapides pour des températures de quelques centaines de degrés Celsius (Figure 8.6-a). Les phénomènes de sédimentation et d'enfouissement (Figure 8.6-b) se produisent sur des périodes longues (typiquement de 1 à 100 millions d'années). La profondeur et l'âge des bassins sédimentaires influencent directement les transformations des minéraux enfouis : dans le cas de bassins anciens et peu profonds (soit des profondeurs inférieures à 2 km et des âges de l'ordre de 200 millions d'années), les argiles sont transformées ; au contraire dans des bassins plus jeunes, plus profonds et plus chauds (typiquement, 2 millions d'années, 5 km et 180°C), les argiles restent intactes.




**(a) conditions de température et de temps.**




**(b) processus de sédimentation et d'enfouissement.**

**Figure 8.6 - Conditions de formation et de stabilité des minéraux argileux [VEL 95].**

## 8.2.2 - Processus d'altération des argiles

L'altération des argiles est généralement activée par les agents atmosphériques, par les eaux souterraines et thermales. Ce processus s'opère sous certaines conditions de climat, de température, de nature des eaux, de *pH* et de degré de fracturation de la roche selon le schéma suivant :

roche mère + eau ± chargée $\xrightarrow{\text{conditions}}$ complexe d'altération + eau de drainage/lessivage

L'hydrolyse (dégradation par l'eau) est un des modes principaux de dégradation des argiles, des micas et des feldspaths. Le schéma de la Figure 8.7 propose les différents stades ainsi que les composés produits au cours de l'hydrolyse des feldspaths et des micas.

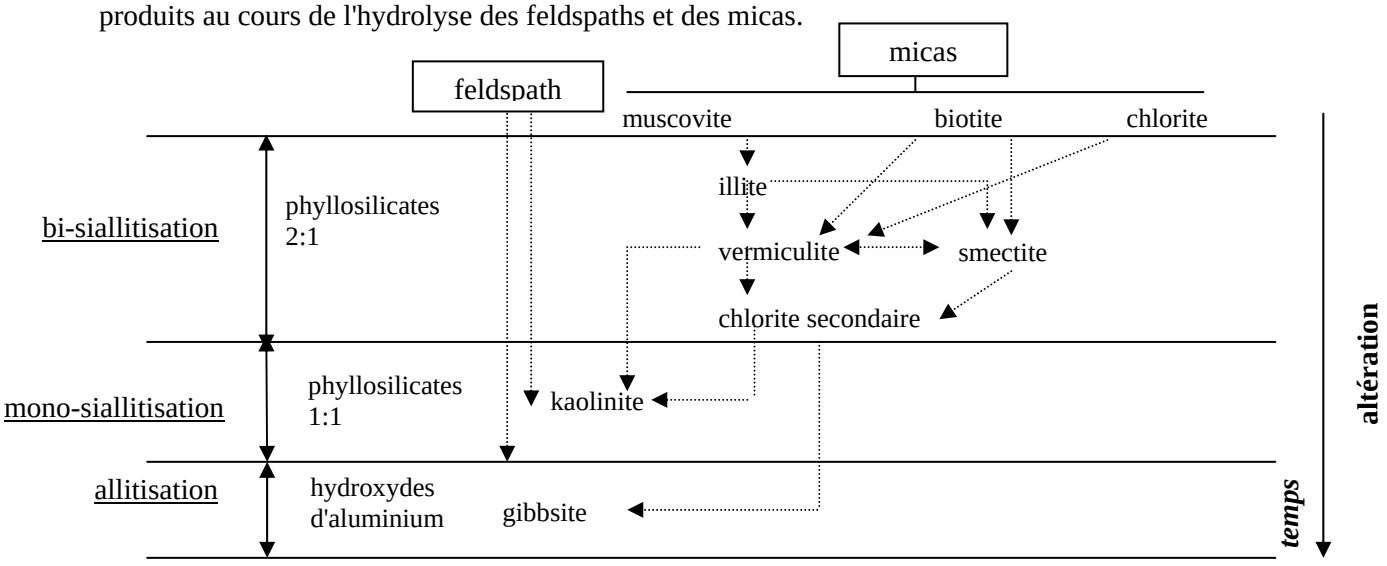



**Figure 8.7 – Transformations des micas et feldspaths au cours de l'hydrolyse.**

L'altération des minéraux en argiles dépend des conditions climatiques ; en particulier pour l'hydrolyse, interviennent la chaleur (activant les réactions chimiques), la pluviosité, le vent et les agents mécaniques (pour le cas des affleurements principalement). Par conséquent, les minéraux argileux issus de l'altération et qui sédimentent sont répartis selon une disposition zonale superposée aux grands types de climats.

### 8.2.3 - Altération des minéraux dans le cas des argilites

D'une manière générale, les processus physiques d'altération sont associés à l'existence d'un réseau de fracturation de la roche, condition première pour les phénomènes d'altération. En effet, cette (micro) fissuration favorise les arrivées et les actions de l'eau et de l'oxygène (ce dernier pouvant être sous forme gazeuse, dissous dans l'eau).

Dans le cas des argilites, nous pouvons citer quelques exemples de transformations :
- la calcite se dissout en présence d'acide fort ou en présence d'acide carbonique,
- le gypse et l'halite sont très solubles dans l'eau,
- les sulfures de fer - pyrite et marcasite - sont des composés instables en conditions oxydantes et s'altèrent facilement en phase aqueuse et en milieu ouvert à l'oxygène [WRI 01],
- la muscovite s'altère (hydrolyse) par perte progressive d'ion $K^+$ formant de l'illite, puis deux types d'argiles selon les conditions de drainage du milieu (la kaolinite en milieu lessivé et les smectites en milieu confiné),
- l'anhydrite et la smectite sont sensibles à l'hydratation et les feldspaths à l'hydrolyse.

Par contre, le quartz est réputé inaltérable.

Pour les roches sédimentaires à granulométrie fine, le phénomène d'oxydation est prépondérant [TAY 88]. Une des principales transformations minéralogiques est **l'oxydation chimique et bactérienne de la pyrite**. Cette oxydation est accompagnée d'une acidification, réaction accélérée par la présence de bactéries de type *Thiobacilles* [GRG 01].
L'oxydation de la pyrite provoque une augmentation de volume avec dégradation du matériau. Les principales étapes de cette transformation (détails dans l'*Annexe A2*) sont rappelées :

- la **corrosion aqueuse** ($H_2O$) de la pyrite ($FeS_2$) par **oxydation** ($O_2$) générant des eaux à caractère sulfaté et acide,
- la **formation de gypse** ($CaSO_4$) par dissolution de la calcite ($CaCO_3$) par l'acide sulfurique ($H_2SO_4$) provenant de l'oxydation de la pyrite,
- la **formation de jarosite** ($KFe(SO_4)_2(OH)_6$) et de sulfates de fer ($FeSO_4$).

Ces mécanismes peuvent être schématisés selon la Figure 8.8 issue des travaux de Charpentier [CHA 01] relatifs aux évolutions minéralogiques de l'argilite de Tournemire en zone sous-saturée oxydée.

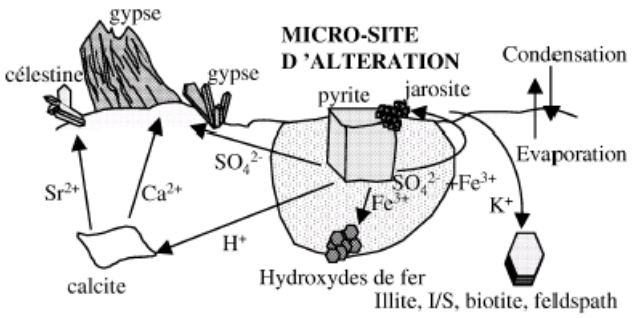



**Figure 8.8 – Mécanismes schématiques de l'oxydation à partir des sites de pyrite [CHA 01].**

# 8.3 - Argilite de Meuse/Haute-Marne

## 8.3.1 - Site

Le sous-sol du Bassin Parisien dans la zone étudiée pour le site de faisabilité d'un stockage géologique des déchets radioactifs de haute activité dans le secteur de Bure (confins des départements de la Meuse et de la Haute-Marne), est constitué sur ses 1 000 premiers mètres, de couches déposées dans un environnement marin pendant le système Jurassique (particulièrement lors des phases Dogger et Malm, soit entre -180 et -135 millions d'années) de l'ère Mésozoïque, anciennement désignée par Secondaire[7]. Cette série sédimentaire est constituée d'alternances de formations calcaires et de formations à dominance argileuse, correspondant aux variations des conditions des dépôts (subsidence du bassin et niveau de la mer) : les formations calcaires sont le résultat d'environnements peu profonds en eau alors que les formations argileuses correspondent à des profondeurs d'eau supérieures à la centaine de mètres (en particulier lors des phases d'inondations principales). Les minéraux argileux des argilites de Meuse/Haute-Marne sont d'origine détritique, provenant de l'érosion de parties émergées qui se sont formées à la fin du Permien[7]. Entre la fin du dépôt et la fin de l'ère Jurassique, la couche subit divers processus (compaction progressive des sédiments avec expulsion d'eau, dissolutions et précipitations minérales favorisées par les augmentations de pression et de température) conduisant à la structuration de la roche.

L'ère Jurassique est tectoniquement stable si bien que ces couches présentent une grande continuité latérale. Des failles régionales ancrées dans le socle ont été recensées ; elles sont héritées de l'histoire pré-Jurassique. De plus, les grands évènements postérieurs au dépôt, de la fin du Crétacé (retrait de la mer) puis du Tertiaire (phases pyrénéenne puis alpine) ont peu d'impact sur la formation.
Sous l'effet de la gravité, la sédimentation des argilites induit une orientation préférentielle des feuillets argileux. Cette anisotropie structurelle est responsable d'une certaine anisotropie des propriétés étudiées par la suite. Dans la zone de Bure, les couches du Callovo-Oxfordien présentent un pendage ($90-\theta$) régulier de 1 à 1,5° vers le Nord-Ouest.

Le dépôt des argilites du Callovo-Oxfordien[8] (de profondeurs comprises entre -422 et -552 mètres) s'est effectué sous une profondeur d'eau d'une centaine de mètres et en eau calme, ce qui explique la granulométrie fine de ses constituants. Approximativement, les couches du Callovo-Oxfordien se sont déposées sur une période de 10 millions d'années ce qui correspond en moyenne à des dépôts annuels de l'ordre de 1 µm. Ainsi pour une éprouvette de taille décimétrique, la durée de dépôt est de l'ordre de 100 000 ans. Malgré une période climatique assez stable, des fluctuations de l'environnement du dépôt (température, pression) ont pu survenir au cours de la constitution d'une épaisseur de dépôt équivalente à la taille décimétrique d'une éprouvette mise en œuvre au cours de nos travaux. Ceci explique les fluctuations minéralogiques au sein même d'une éprouvette comme décrit par Huret [HUR 06] et comme observé au *Chapitre 9*. Cependant par la suite, nous considérons que les paramètres minéralogiques (teneur en eau, argilosité, taux de carbonates …) sont constants au sein d'une cellule.

L'argilite de Meuse/Haute-Marne est principalement constituée d'une phase argileuse dominante (jusqu'à 50% massique : majoritairement illite et inter-stratifiés illite/smectite), une phase carbonatée (calcite et dolomite en quantité moindre) et une phase quartzeuse (silice de faible granulométrie). Ces phases principales côtoient des phases mineures (sulfures, oxydes, micas…).
Les 130 mètres du Callovo-Oxfordien peuvent être subdivisés en cinq zones géotechniques selon leur faciès lithologique, qui sont traditionnellement regroupées en trois séquences (supérieure, médiane et

[7] L'ère Mésozoïque est une ère géologique (-251, -65,5 millions d'années ou Ma) comprenant les systèmes Trias (-251/-199,6 Ma), Jurassique (-199,6/-145,5 Ma) et Crétacé (-145,5/-65,5 Ma). Le Jurassique se divise en trois périodes : Lias (-199,6/-175,6 Ma), Dogger (-175,6/-161,2 Ma) et Malm (-161,2/-145,5 Ma).
Le Permien est le système géologique le plus récent (-299/-251 Ma) de l'ère Paléozoïque (-543/-251 Ma).
[8] Les périodes du Callovien et de l'Oxfordien appartiennent respectivement à la fin du Dogger et au début du Malm.

inférieure) au vu de leurs propriétés physiques et mécaniques (*Annexe B*). La séquence médiane (-520/-440 m - sondage *EST104*[9]) est la zone d'implantation du laboratoire expérimental.
A la profondeur de 500 mètres, la contrainte lithostatique peut être évaluée proche de 12,5 MPa à partir d'une masse volumique des terrains supérieurs approximée à 2 500 kg/m$^3$.

### 8.3.2 - Matériaux livrés

Les échantillons fournis par l'ANDRA ont été prélevés depuis des sondages de surface. Ils ont été conditionnés dans des cellules (désignées par *T1*) qui limitent la décompression mécanique de la roche, ainsi que les échanges hydriques avec l'extérieur [BOU 89]. La cellule permet d'appliquer des pressions axiale de l'ordre de 0,7 MPa et circonférentielle de 0,03 MPa. On peut noter que la cellule ne reprend pas le confinement mécanique régnant *in situ* ; le matériau est donc déconfiné lors de sa réception au laboratoire.
Cinq cellules *T1* ont été livrées au laboratoire pour nos travaux ; elles proviennent du sondage *EST205*, à des profondeurs comprises entre -450 et -490 m (*cf. Note 9*). Nous avons désigné ces cellules par les lettres *A, B, D, E* et *F* ; leur profondeur respective est indiquée dans les colonnes de gauche du Tableau 8.2. Les plans de carottage sont donnés dans l'*Annexe C*.

### 8.3.3 - Données générales physiques et mécaniques des argilites de Meuse/Haute-Marne

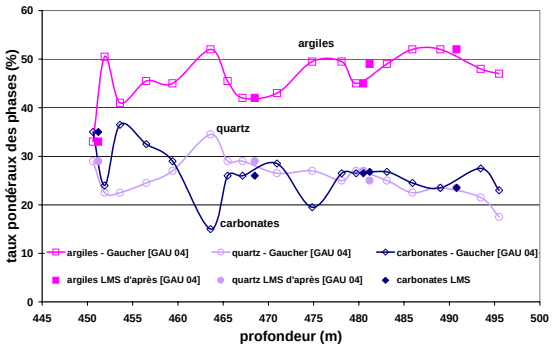
Nous présentons maintenant des caractéristiques physiques et mécaniques issues soit de nos mesures, soit de la littérature pour les grandeurs non mesurables au LMS.

#### 8.3.3.1 - Propriétés physiques et minéralogiques

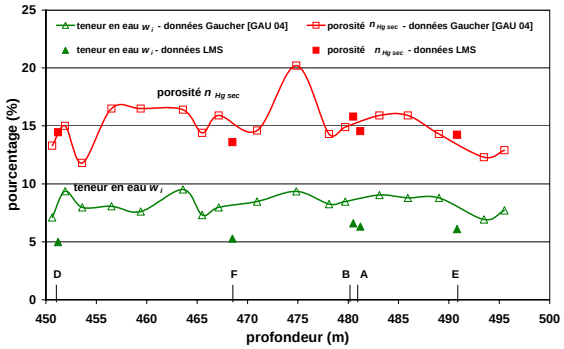
*données issues de la littérature dans la zone de prélèvement des cellules de l'étude*
Gaucher *et al.* [GAU 04] ont investigué différents paramètres physiques et minéralogiques à partir de 17 éprouvettes prélevées entre les profondeurs de -450 et -495 mètres du sondage *EST205*, dans lequel sont prélevées nos cinq cellules *T1*. Globalement, sur la gamme de profondeur [-450/-495 m], l'argilosité augmente avec la profondeur pour atteindre des valeurs maximales vers -490 m ; cette augmentation de la phase argileuse se traduit directement par une diminution des phases quartz et carbonates (Figure 8.9) : **le taux d'argile apparaît dual de celui du couple quartz-carbonates**. De même, il apparaît une corrélation entre argilosité et les paramètres de teneur en eau et de porosité : **la présence d'argiles accroît à la fois la présence d'eau et de porosité**. Sans préjuger de l'état de saturation des éprouvettes utilisées par Gaucher *et al*., la Figure 8.9-d montre une certaine corrélation entre espace poral disponible et capacité de rétention d'eau. Nous pouvons remarquer que, pour un taux donné de porosité (porosimétrie au mercure), les teneurs en eau mesurées sur nos cellules (symboles évidés) sont plus faibles que les valeurs obtenues par Gaucher *et al*., ce qui laisse supposer que les éprouvettes que nous avons utilisées ne sont pas à leur saturation maximale lors de l'ouverture des cellules au laboratoire.
*paramètres déterminés sur nos cellules d'essai*
Le Tableau 8.2 et le Tableau 8.3 rassemblent respectivement les différents paramètres physiques et minéralogiques[10] établis sur nos cinq cellules *T1* dans leur état hydrique initial.
Les conclusions sont identiques à celles mentionnées précédemment sur les données exhaustives établies par Gaucher *et al*.. Globalement, l'argilosité apparaît duale des phases carbonates-quartz (Figure 8.10). Les masses volumiques augmentent avec l'argilosité pour l'état hydrique initial (Figure 8.10-b). Même si la teneur en eau $w_i$ à l'état initial de réception au laboratoire n'est pas un paramètre

[9] La référence des profondeurs est comptée à partir de la surface. A cause des fluctuations d'altitude et du pendage des couches, selon le sondage considéré, il y a des décalages possibles sur les profondeurs des couches. C'est la raison pour laquelle sont mentionnées les références des sondages verticaux à partir desquels sont extraites les carottes.
[10] Les caractérisations physiques systématiques menées (décrites au *Chapitre 3*) sont réalisées d'une part, directement sur les carottes en sortie des cellules de conditionnement ou sur les éprouvettes recarottées pour les investigations non destructives (masses volumiques, célérités), et d'autre part, sur des débris proches pour les mesures destructrices (teneurs en eau et en carbonates, masse volumique des grains solides, porosité).

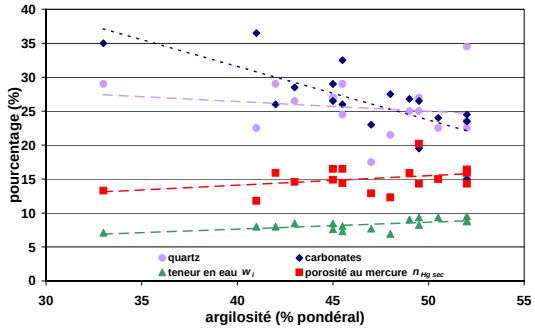
intrinsèque de la roche[11] comme le sont au contraire les phases solides en présence, il semble que cette teneur en eau soit corrélée aux phases présentes : **plus la roche comporte d'argiles, plus $w_i$ est importante**. **La célérité des ondes acoustiques augmente avec la présence de carbonates** ou en d'autres termes **la célérité diminue en présence d'argiles** (Figure 8.10-c et -d), ce qui est en accord avec les masses volumiques de ces phases comme mentionné ultérieurement dans le Tableau 8.5.



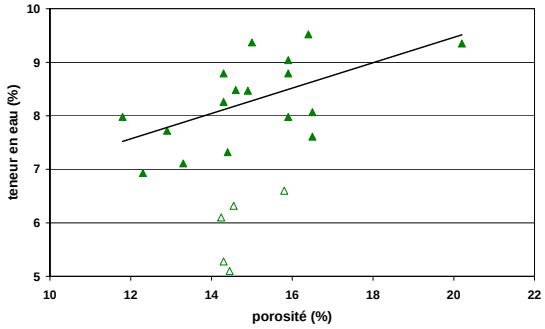

**(a) phases principales en fonction de la profondeur*.**




**(b) porosité et teneur en eau initiale en fonction de la profondeur***




**(c) paramètres physiques en fonction de l'argilosité.**




**(d) teneur en eau initiale en fonction de la porosité.**

**Figure 8.9 – Paramètres physiques déterminés par Gaucher *et al.* [GAU 04] sur la gamme [-450/-495 m].**

*** les symboles pleins représentent les valeurs déterminées au laboratoire sur nos 5 cellules *T1*.**
**les taux de porosité $n_{Hg\ sec}$ sont déterminés par porosimétrie au mercure sur des débris secs (étuvage).**

**Tableau 8.2 – Données physiques de l'argilite de Meuse/Haute-Marne.**

| Cellule *T1* (*EST 205*) | Référence LMS | Profondeur m | $w_i$ % | $\rho_{wi}$ kg/m$^3$ | $\rho_{sec}'$ kg/m$^3$ | $\rho_{solide}$ kg/m$^3$ | $V_{P\,i\perp}$ m/s | $n$ % | $n_{Hg\ sec}$ % | $CaCO_3$ % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 5534 | D | 451,00/451,32 | 4,98 ± 0,10 | 2 399 ± 45 | 2 140 ± 50 | 2 660 ± 25 | 3 200 ± 20 | 14,1 | 14,4 ± 0,2 | 31,0 ± 2,0 |
| 5604 | F | 468,53/468,82 | 5,28 ± 0,15 | 2 415 ± 30 | 2 800 ± 50 | 2 679 ± 25 | 2 938 ± 40 | 14,4 | 14,3 ± 0,2 | 28,3 ± 2,0 |
| 5655 | B | 480,37/480,69 | 6,60 ± 0,21 | 2 403 ± 50 | 2 440 ± 50 | 2 654 ± 15 | 2 795 ± 30 | 15,0 | 15,8 ± 0,2 | 26,6 ± 0,8 |
| 5659 | A | 481,10/481,42 | 6,32 ± 0,13 | 2 418 ± 21 | 2 460 ± 50 | 2 620 ± 15 | 2 862 ± 30 | 13,2 | 14,5 ± 0,2 | 26,8 ± 1,0 |
| 5694 | E | 490,67/490,99 | 6,10 | 2 446 ± 15 | 2 800 ± 50 | 2 624 ± 15 | 2 659 ± 20 | 12,1 | 14,2 ± 0,2 | 21,1 ± 1,5 |

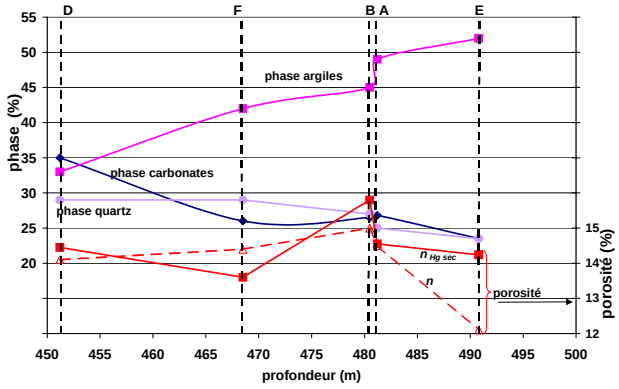
**Les colonnes mentionnent respectivement : la zone de prélèvement, la profondeur depuis la surface, la référence que nous avons affectée à la cellule *T1* pour des commodités de désignation (*§* 3.1), la teneur en eau $w_i$, les masses volumiques $\rho_{wi}$ (à l'état hydrique de réception), $\rho_{sec}'$ (masse volumique apparente à l'état sec après passage à l'étuve) et $\rho_{solide}$ des grains solides (pycnomètre), la célérité $V_{Pi\perp}$ des ondes élastiques de compression dans la direction perpendiculaire à la stratification, les indices des vides $n$ (porosité totale, calculée à partir de la teneur en eau et des masses volumiques) et $n_{Hg\ sec}$ (porosité connectée mesurée par intrusion de mercure sur débris séchés à l'étuve 105°C, 48h, *cf. §9.2.1.1*) et le taux en carbonates $CaCO_3$ (calcimètre Bernard).**

[11] Comme évoqué précédemment, une dessiccation plus ou moins importante est possible depuis le prélèvement, lors du prélèvement lui-même ou lors du stockage, ce qui peut affecter la teneur en eau mesurée au laboratoire.

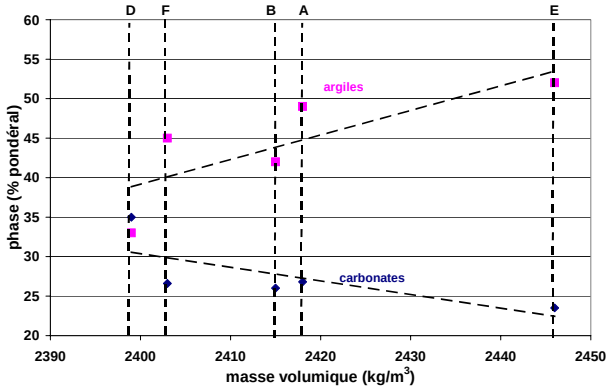
**Tableau 8.3 – Données minéralogiques de l'argilite de Meuse/Haute-Marne en pourcentages pondéraux [GAU 04].**

| Référence LMS | Profondeur cellules LMS (m) | Profondeur référence [GAU 04] (m) | Mica+Illite | Inter-stratifiés illite/smectite | Kaolinite | Chlorite | Total Argiles | Quartz | Calcite | Dolomite | Total Carbonates | Feldspath | Plagioclase | Pyrite |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| D | 451,2 | 450,7 | 21,5 | 22,5 | 0 | 2 | 33 | 29 | 21 | 8 | 35 | 2 | 1 | 0,8 |
| F | 468,5 | 467,5 | 10,5 | 31 | 1,5 | 2 | 42 | 29 | 23 | 5 | 26 | 2 | 1 | 0,7 |
| B | 480,5 | 479,8 | 10,5 | 28 | 1,5 | 2 | 45 | 27 | 24 | 3,5 | 26,5 | 2 | 1 | 0,7 |
| A | 481,2 | 483,1 | 12 | 33 | 2 | 2 | 49 | 25 | 22,8 | 4 | 26,8 | 2 | 1 | 0,9 |
| E | 490,8 | 489,1 | 20 | 26 | 4 | 2 | 52 | 23,5 | 21 | 2,5 | 23,5 | 2 | 1 | 0,8 |

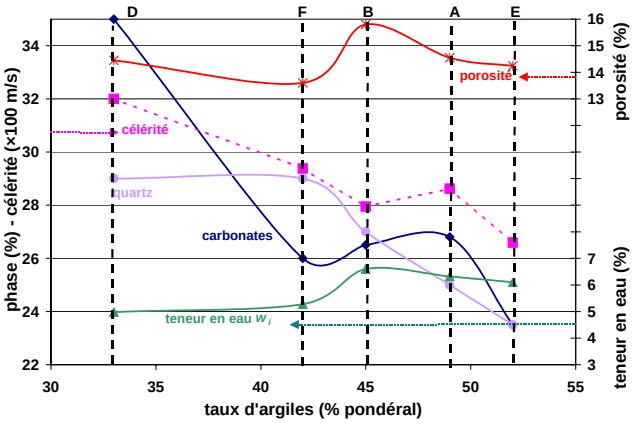
**Les valeurs sont issues des données de Gaucher *et al.* établies sur des cellules proches des nôtres.**



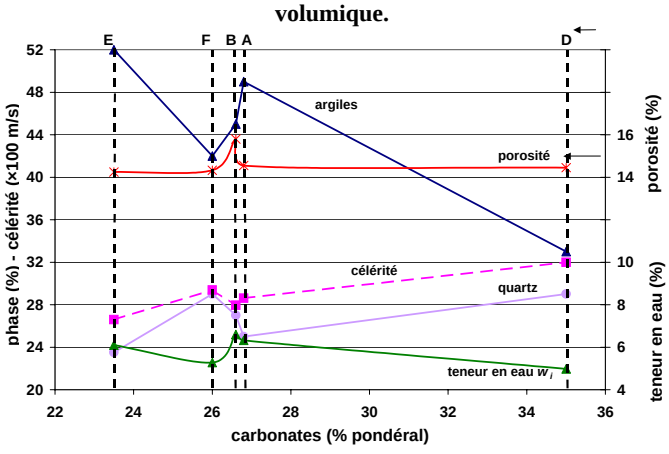

**(a) évolution des paramètres minéralogiques en fonction de la profondeur.**




**(b) corrélation entre phases minéralogiques et masse volumique.**




**(c) évolution des paramètres minéralogiques en fonction du taux d'argiles.**




**(d) évolution des paramètres minéralogiques en fonction du taux de carbonates.**

**Figure 8.10 – Evolutions des paramètres minéralogiques et physiques en fonction de la profondeur et des phases d'argiles et de carbonates (5 cellules livrées au *LMS*).**

Des mesures de célérité des ondes ultra-sonores permettent de mettre en évidence une anisotropie de propagation des ondes ultra-sonores (Figure 8.11). Par la suite, nous cherchons d'une part à observer et quantifier cette anisotropie sur la microstructure, et d'autre part à identifier ses conséquences sur les propriétés de transfert hydrique et de réponse mécanique.

**Figure 8.11 - Célérités selon la position des strates.**

**Les données numériques correspondent aux valeurs de la cellule *F*.**

### 8.3.3.2 - Propriétés mécaniques générales

Les formations encaissantes et la couche du Callovo-Oxfordien présentent des comportements mécaniques différents : l'Oxfordien carbonaté supérieur a des propriétés mécaniques élevées alors que les argilites du Callovo-Oxfordien présentent une déformabilité plus grande et des résistances moindres [AND 05].

Au sein de la couche du Callovo-Oxfordien, une variabilité importante des propriétés mécaniques est observée. Trois zones mécaniques (regroupant les zones géotechniques définies en *Annexe B*) sont distinguées (Tableau 8.4) :

- la zone supérieure (-422 à -459 m) dont la teneur globale en carbonates est plus élevée (mais fortement dispersée selon la profondeur, ce qui induit des dispersions importantes sur les propriétés mécaniques), présente des propriétés mécaniques, en termes de résistance et de module, plus élevées que pour les deux zones inférieures.
- la zone médiane (-459 à -514 m : zone d'implantation du laboratoire expérimental) qui présente l'argilosité maximale du site, a le comportement le plus déformable du Callovo-Oxfordien. L'augmentation de la déformabilité et la diminution de la résistance semblent directement corrélables à cette augmentation d'argilosité. Les vitesses de fluage sont relativement élevées, typiquement de $10^{-2}$ à $10^{-3}$ $an^{-1}$ jusqu'à quelques mois, et de $10^{-4}$ $an^{-1}$ au delà de la première année pour des charges de 15 MPa avec confinement de la dizaine de MPa [AND 05]. De nombreux travaux ont été effectués sur des éprouvettes provenant de cette zone.
- la zone inférieure (-514 à -552 m) présente une homogénéité de sédimentation qui se traduit par des propriétés physiques (densité et porosité) stables et un comportement mécanique homogène.

Comme mentionnée précédemment, **l'orientation préférentielle induite par la sédimentation conduit à une anisotropie des propriétés en général, et des propriétés mécaniques en particulier**. C'est pourquoi nous considérons par la suite, l'influence de l'orientation des strates vis-à-vis des réponses aux sollicitations hydrique et mécanique.

**Tableau 8.4 – Propriétés mécaniques moyennes à court terme selon la zone [AND 05].**

| zone | | supérieure | médiane | inférieure |
|---|---|---|---|---|
| résistance $R_c$ | MPa | 27 ± 10 | 21 ± 2 | 21 ± 2 |
| module $E_2$ | MPa | 6 000 ± 1 000 | 4 500 ± 500 | 6 500 ± 500 |
| déformation à rupture | % | - | 1-1,5 | - |

**Les données sont établies perpendiculairement à la stratification.**

### 8.3.3.3 - Propriétés des phases présentes dans les argilites

Les propriétés physiques et mécaniques des différentes phases présentes dans les argilites sont très contrastées (Tableau 8.5). Le module d'élasticité des phases pures de quartz et de calcite est de l'ordre de 100 GPa alors que celui des phases argileuses est inférieur d'un ordre de grandeur.
Les paramètres mentionnés sur l'argile seule sont à considérer avec beaucoup de précautions car comme nous l'avons mentionné précédemment, il n'existe pas une argile mais une myriade de variétés d'argiles, et de plus, l'état hydrique des phases argileuses conditionne grandement leur réponse mécanique (l'état hydrique des argiles n'est pas mentionné dans le recensement effectué par Belikov *et al.* [BEL 70], cité dans le Tableau 8.5).

A partir des modules des phases pures et de l'argilite, il apparaît intuitivement que **la phase argileuse joue un rôle prédominant dans les propriétés mécaniques et dans l'élasticité en particulier de l'argilite.** En effet, le module de l'argilite est très inférieur à celui du quartz et de la calcite, mais est par contre du même ordre de grandeur que celui de la phase argileuse.

**Tableau 8.5 – Propriétés physiques et mécaniques des principaux constituants des argilites d'après Belikov *et al.* [BEL 70].**

| phase | masse volumique<br>kg/m$^3$ | célérité $V_P$<br>m/s | module de Young<br>MPa | coefficient de Poisson<br>- |
|---|---|---|---|---|
| quartz | 2 650 | 6 060 | 96 000 | 0,08 |
| calcite | 2 710 | 6 320 | 84 000 | 0,27 |
| dolomie | 2 800-3 100 | 7 900 | - | - |
| pyrite | 5 000 | 6 900 | - | - |
| argiles | 2 000-2 400 | 1 800-2 400 | 4 000-20 000 | 0,20-0,40 |
| eau | 1 000 | eau douce 1 435<br>eau de mer 1 500 | - | - |
| air | 1,2 | 340 | - | - |

# Chapitre 9 - Microstructure à l'état hydrique initial

Le *Chapitre* précédent renseigne sur la composition et sur les caractéristiques de chaque phase minéralogique mais n'apporte que peu de données sur l'arrangement des phases entre elles. **La connaissance de l'organisation microstructurale en termes de localisation des phases, des interfaces, de la présence et distribution d'hétérogénéités ou de la stratification, est déterminante pour appréhender ultérieurement les mécanismes de déformation et de ruine du matériau**.
La microstructure (phases solides et porosité) est dans un premier temps analysée à partir d'observations menées en microscopies optique et électronique à balayage (*MEB*), en intégrant les données minéralogiques énoncées précédemment. Nous avons également recours à l'analyse chimique (*EDS*) menée à l'échelle du *MEB* pour identifier les phases observées en microscopie optique selon la démarche explicitée en Figure 4.4. La phase poreuse est décrite à partir des données de porosimétrie par intrusion au mercure.
Les observations directes sont effectuées principalement sur le matériau issu de la cellule *B*, cellule que nous étudions amplement par la suite aussi bien pour ses propriétés de transfert hydrique (*Chapitre 11*) que pour son comportement mécanique (*Chapitre 13*). Dans la mesure du possible, la roche est dans son état hydrique de réception au laboratoire. Par contre, l'investigation du réseau poral est menée pour l'ensemble des cellules disponibles pour nos travaux.

A partir de cet ensemble de données, une représentation schématique de la structuration interne de l'argilite de Meuse/Haute-Marne est proposée.

## 9.1 - Observations microstructurales

Les observations suivantes sont réalisées sur matériau *sain*, en sortie du conditionnement des cellules *T1*, soit à la teneur en eau $w_i$. Les surfaces d'observation sont les surfaces de rupture créées par fractionnement mécanique. Elles sont préparées selon les exigences de chaque moyen d'observation (polissage mécanique, métallisation …).
Nous cherchons à quantifier les différentes phases minérales ainsi que l'anisotropie dans la disposition de ces phases. Afin d'observer une éventuelle anisotropie microstructurale, les échantillons sont préparés de façon à obtenir une image d'une surface soit perpendiculaire, soit parallèle au litage (Figure 9.1).

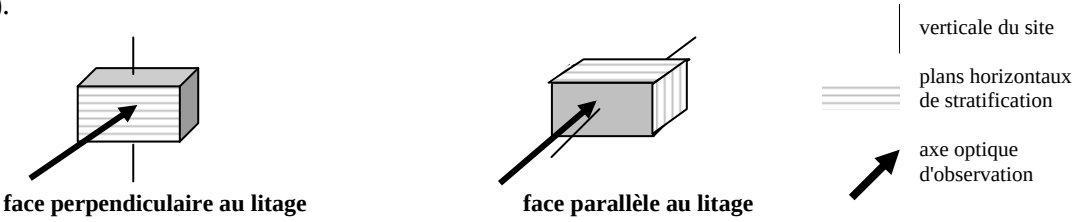



**Figure 9.1 - Positionnement des échantillons pour observer les faces perpendiculaires et parallèles au litage.**

Nous abordons aussi le point important de la représentativité des zones que nous observons. En effet, puisque, comme nous l'avons vu, l'argilite est une roche structurée à différentes échelles, il convient de la décrire en fonction des échelles souhaitées. Se pose alors la question du volume et de la surface élémentaires représentatifs. Pour cela, nous observons plusieurs[12] champs contigus afin d'en extraire des informations morphologiques quantitatives. Nous estimons qu'une surface d'observation est représentative du matériau dès lors que les taux surfaciques des phases n'évoluent plus lors de l'observation de nouveaux champs.

Les paragraphes suivants apportent une description de la roche respectivement aux échelles macroscopique, mésoscopique et microscopique.

[12] Le nombre de champ dépend de l'échelle d'observation.

### 9.1.1 - Observations à l'œil nu

**Globalement, la roche est d'apparence grisâtre avec des fluctuations en terme de niveaux de gris** (Figure 9.2). Ces fluctuations sont attribuables aux variations locales de composition minéralogiques. De plus, les plans de litage peuvent, à cette échelle, soit présenter un aspect homogène avec une distribution régulière de points brillants qui sont du quartz ou de la pyrite, soit révéler des hétérogénéités de taille millimétrique à centimétrique comme illustré en Figure 9.3. La roche peut présenter localement et de façon anecdotique des glomérules de carbonates (Figure 9.3-b), des bioclastes (du type gastéropode comme sur la Figure 9.3-c), et, de façon plus régulière et systématique, des concrétions de pyrite. La pyrite est distribuée soit en petits amas isolés (Figure 9.3-a), soit en veines de taille variable (millimétrique à décimétrique) (Figure 9.3-d). Des fissures de longueur millimétrique ou décimétrique (traversant alors la cellule *T1*) et d'ouverture de l'ordre de quelques dixièmes de millimètre, sont parfois observées (Figure 9.3-d) ; elles sont systématiquement sub-horizontales. L'opération de carottage met parfois à nu des veines de pyrite qui sont de même toujours développées dans les plans de stratification.

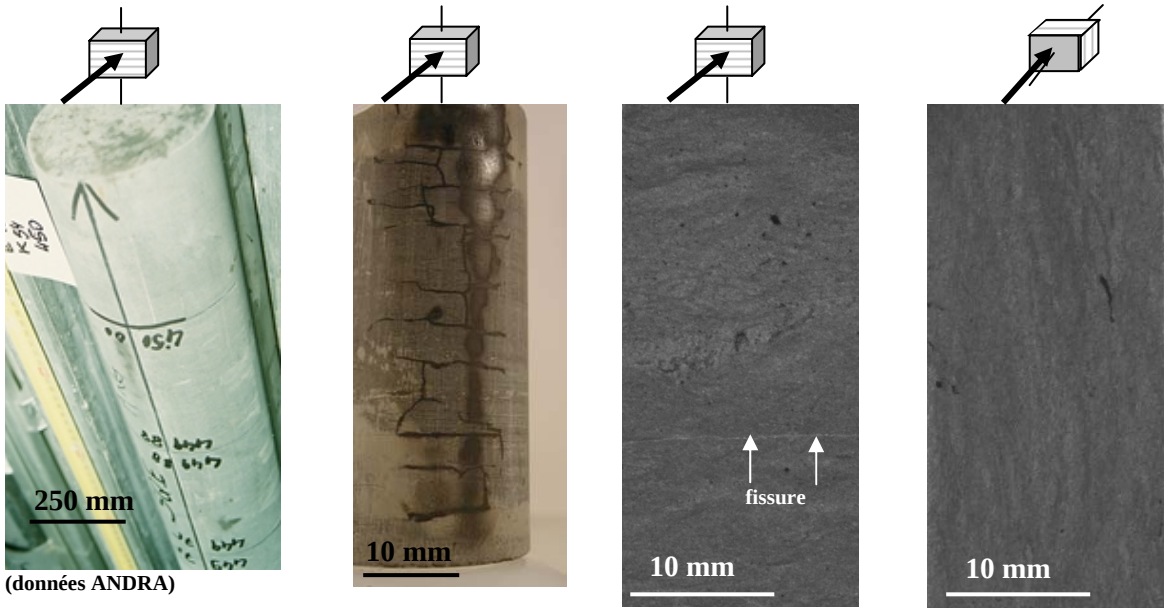
**En résumé, sont visibles à l'échelle macroscopique :**

- **des hétérogénéités que sont des variations minérales moyennes, des veines de pyrite, quelques zones éparses de gros grains (mica, carbonates, bioclastes…) et des fissures,**
- **des anisotropies visibles sur la distributions préférentiellement horizontales des veines de pyrite et des fissures.**

Les veines de pyrite sont majoritairement non oxydées mais parfois elles peuvent au contraire présenter une légère coloration ocre, signe d'altération (oxydation) des sulfures de fer. Dans ce dernier cas, on peut suspecter que de l'oxygène a pu migrer le long de ces veines soit *in situ* (à une date non connue), soit depuis leur prélèvement. Certaines veines pourraient alors être des chemins préférentiels pour la circulation d'air (oxygène, vapeur d'eau) du fait d'une structuration moins compacte.

Une éprouvette présentant une veine de pyrite mise à nu lors du recarottage a été volontairement laissée à l'air ambiant (température ambiante, hygrométrie entre 40 et 65% RH, présence d'oxygène …) pendant un mois. Il est intéressant d'observer (Figure 9.3-e) les traces de l'altération des pyrites (sulfates ferreux blanchâtres) décrites au *§ 8.2.3*.

A cette échelle macroscopique, la seule porosité observée est constituée par des fissures dans des plans parallèles à la stratification dont l'origine pourrait être artificielle et due au déconfinement mécanique qui suit le prélèvement. Cette fissuration peut parfois être importante comme mise en évidence par ressuage sur la Figure 9.2-b.




**(données ANDRA)**

**(a)** **(b)** **(c)** **(d)**

**Figure 9.2 - Observations globales à l'œil nu.**

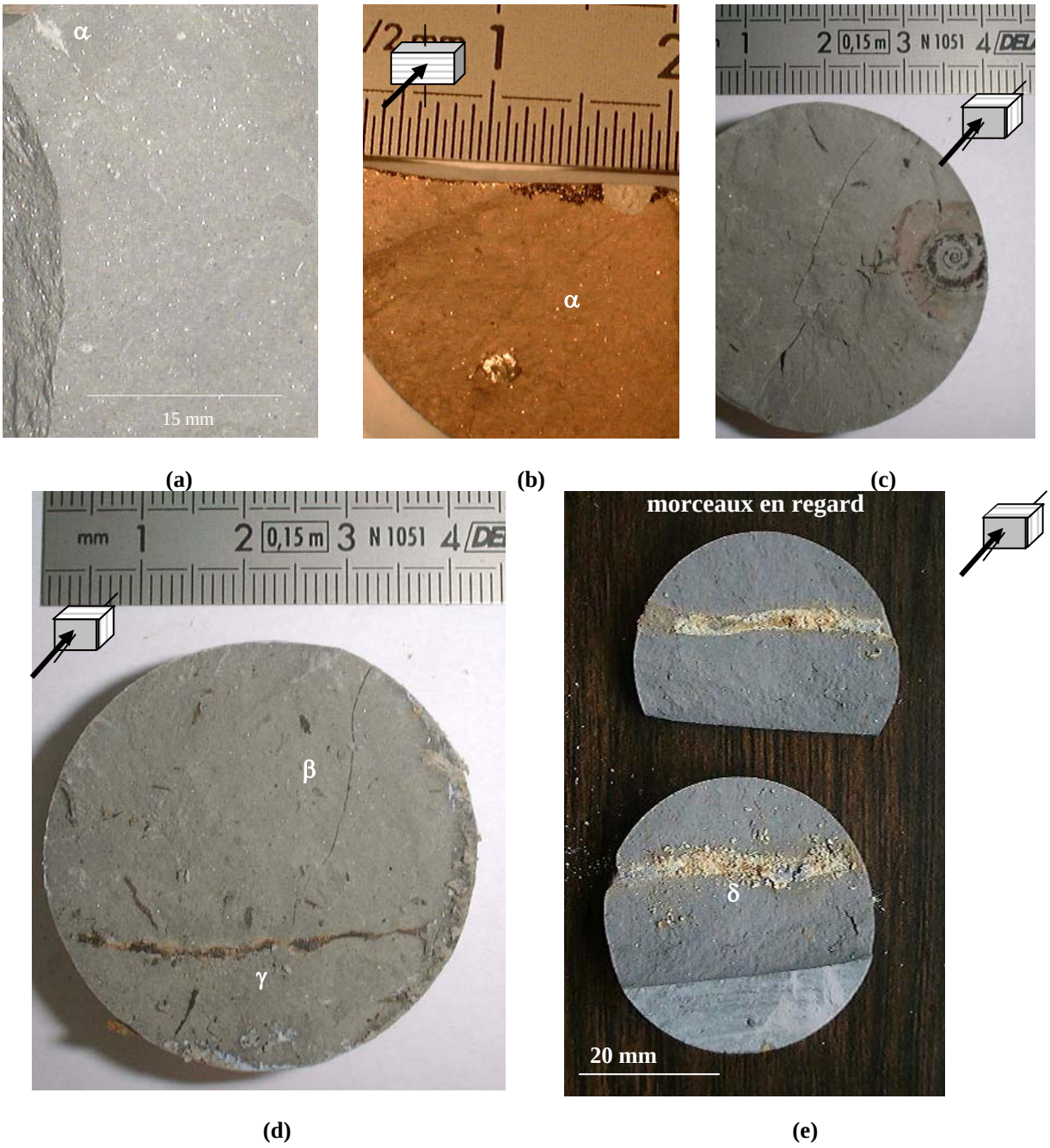



**Figure 9.3 – Détails visibles à l'œil nu.**

**(a) (b) faciès de rupture, petits amas brillants de pyrites et grains (α) de taille millimétrique de carbonate.**
**(c) gastéropode de taille centimétrique.**
**(d) surface parallèle au litage : veines de pyrite traversant l'éprouvette (la veine γ présente une altération).**
**(e) veine de pyrite (δ) oxydée et corrodée avec gonflement par transformation en jarosite et sulfates de fer (traces blanchâtres et ocres).**

### 9.1.2 - Observations au microscope optique

Les surfaces observées en microscopie optique sont préalablement polies (à sec, jusqu'au papier 4 000) étant donnée la faible profondeur de champ des objectifs optiques. Des surfaces perpendiculaires et parallèles à la stratification sub-horizontale sont observées selon le repérage de la Figure 9.1.
Les observations sont effectuées à deux échelles complémentaires à l'aide des moyens présentés sur la Figure 6.5, c'est-à-dire soit avec un montage optique (objectif *Schneider 90*) pour l'échelle Méso, soit avec un microscope optique classique de type métallographique pour l'échelle Micro. Selon l'échelle considérée, les champs optiques observés sont mentionnés sur la Figure 9.4 :

- à l'échelle Méso, par éprouvette, sont acquis cinq champs par méplat (chaque éprouvette comportant 2 méplats),
- à l'échelle Micro, des zones de 8×5 champs sont acquises avec les deux types d'éclairages normal et latéral (lumière blanche).

Les surfaces de quatre éprouvettes sont ainsi investiguées.

*description microstructurale qualitative*
La Figure 9.5-a en lumière normale illustre la microstructure typique d'une argilite sur une surface polie à une échelle intermédiaire mésoscopique. **Des grains non jointifs, clairs en lumière naturelle normale, de taille variable (typiquement de 10 à 300 µm) apparaissent moulés dans une phase continue. La phase sombre correspond à la matrice argileuse et les grains clairs sont les minéraux autres (carbonates, quartz et mica)**. Ces grains ont des formes variables et généralement oblongues pour ceux de grande dimension.
**La différenciation des grains selon leur nature minérale n'est pas évidente en termes de niveaux de gris et/ou de morphologie**. Des observations en lumière polarisée (Figure 9.5-b) sont effectuées ; des nuances de niveaux de gris entre grains apparaissent sans que nous puissions pour autant associer ces niveaux de gris à telle ou telle phase. La nature des minéraux sera déterminée au moyen de l'imagerie "*chimique*" par *EDS* au *MEB*.
Des bioclastes de plusieurs centaines de microns sont anecdotiquement observés (Figure 9.5-c) et sont, dans la plupart des cas, associés à la présence de sulfures de fer (en blanc saturé).
**Des pyrites à l'aspect brillant sont présentes soit sous forme disséminée dans la matrice argileuse, soit en regroupements sous la forme de framboïdes** (sphères à l'allure de framboise) d'une dizaine de microns de diamètre (Figure 9.5-c et d) ou en agglomérats autour d'un claste pré-existant (Figure 9.5-e).
**Des pores micrométriques isolés ont été observés** (Figure 9.5-b en lumière polarisée) mais aucune porosité à l'interface grains/matrice n'est détectée à cette échelle. Cependant, il convient de rester très prudent dans la description des pores par observation sur surface polie mécaniquement car des artefacts de préparation auraient pu modifier ces surfaces (sur-estimation de la porosité par arrachement de grains ou sous-estimation par beurrage lors du polissage mécanique). **Quelques fissures sub-horizontales ont parfois été observées** (Figure 9.5-f) : leur ouverture est inférieure à 5 µm et leur longueur peut être centimétrique. Elles sont particulièrement visibles en éclairage latéral[13] (Figure 9.6-c et d). Sur les surfaces polies, elles comportent des résidus de polissage incrustés dans les interstices et apparaissent en blanc avec l'éclairage latéral. Par la suite, nous désignons ces fissures présentes à l'ouverture des cellules (et peut-être aussi *in-situ*) par ***fissures pré-existantes*** afin de les différencier des fissures apparaissant éventuellement lors des sollicitations hydriques ou mécaniques. Cependant, nous ne pouvons pas nous prononcer sur l'existence de ces fissures *in situ* avant prélèvement, ou sur l'apparition de ces fissures pendant le prélèvement ou le stockage de la roche avant ouverture des cellules au laboratoire.
Une orientation privilégiée sub-horizontale des grains de taille [100-400 µm] semble exister à cette échelle, mais devra être confirmée par les analyses suivantes basées sur des critères quantitatifs.

[13] Par ailleurs, nous avons souligné l'intérêt de l'éclairage latéral pour accentuer le contraste des images dans le but d'effectuer l'appariement entre images par *DIC*.

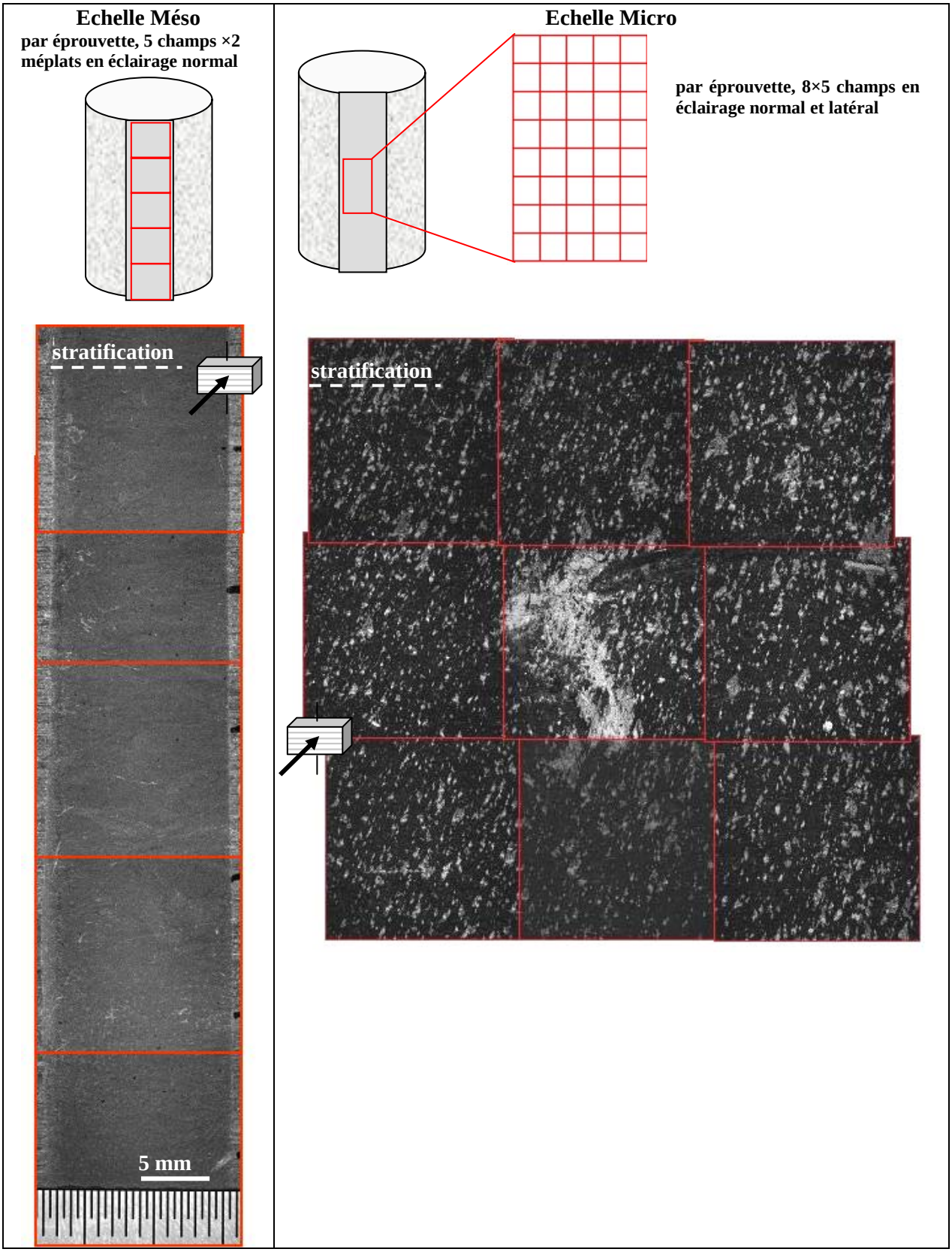



**Figure 9.4 - Positionnements des champs observés aux échelles Méso et Micro à l'aide de microscopes optiques.**

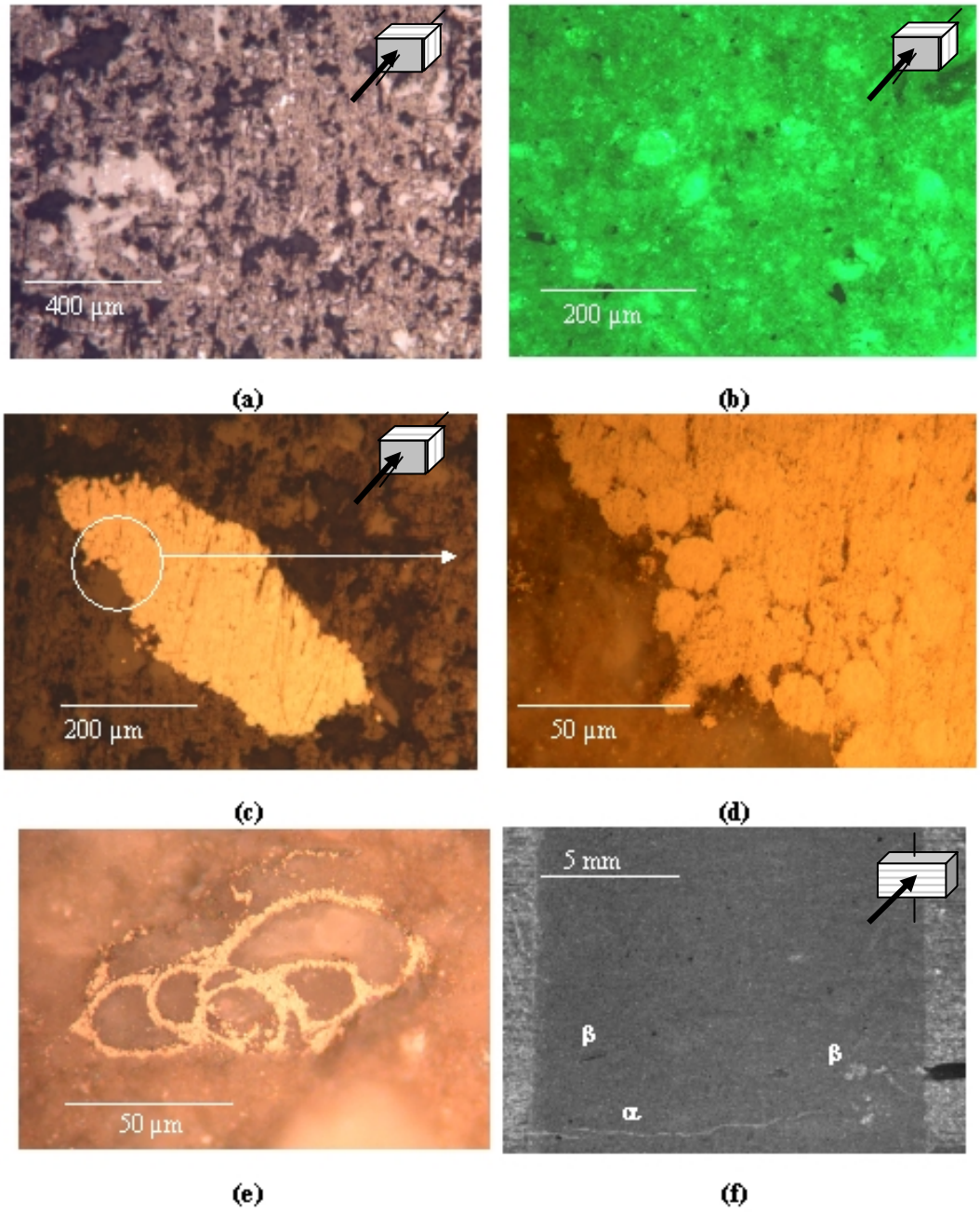



**Figure 9.5 – Observations au microscope optique de surfaces planes (polissage au papier carbure à sec) en éclairage normal.**

**(a) (b) surfaces parallèles au litage en lumière blanche (a) et entre polariseurs croisés (b) : grains de minéraux de 20 à 100 µm ; la porosité apparaît en noir sur la vue (b).**
**(c) (d) concrétion de pyrite à l'aspect brillant ; des framboïdes d'un diamètre de l'ordre de la dizaine de microns sont visibles.**
**(e) pyrite à l'intérieur d'un bioclaste d'une taille de l'ordre de 100 µm.**
**(f) fissure centimétrique horizontale (α) et hétérogénéités locales (β).**

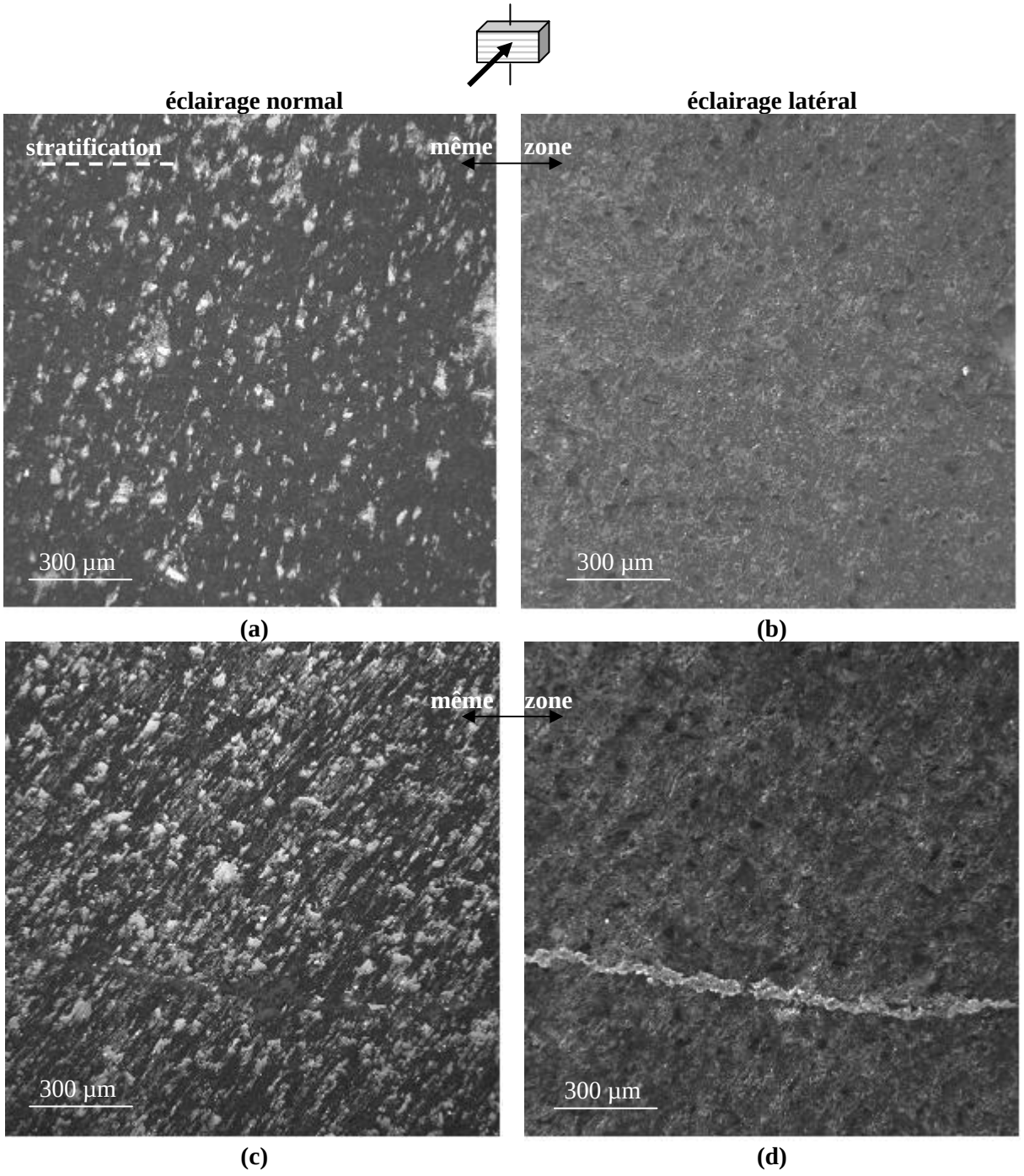



**Figure 9.6 – Observations au microscope optique de surfaces planes (polissage au papier carbure à sec) en éclairage blanc normal (a et c) et en éclairage latéral (b et d).**

**(a) (b) même zone sans fissure pré-existante : l'éclairage normal révèle les grains minéraux en blanc.**
**(c) (d) même zone avec fissure pré-existante : l'éclairage latéral met en évidence la fissure traversante.**

De manière purement qualitative, indépendamment des hétérogénéités constitutives plutôt *ponctuelles* telles que la pyrite, des gros grains de carbonates ou mica, et des bioclastes, nous pouvons remarquer qu'il existe aussi une **hétérogénéité spatiale dans la distribution des éléments minéraux de la matrice argileuse et des grains de quartz et carbonates**. Ce point est illustré sur l'exemple de la Figure 9.7 sur laquelle sont présentés deux champs de 1,5×1,5 $mm^2$ observés à deux hauteurs sur la cellule *B*. La distribution spatiale des grains de minéraux autres que argileux semble assez homogène sur l'image de gauche (*éprouvette B18*) alors que, sur l'image de droite (*éprouvette B17*), la distribution est hétérogène avec des zones de plusieurs centaines de microns qui semblent comporter plus de carbonates-quartz. Le traitement des images (présenté par la suite) qui permet de distinguer la matrice d'argiles et les phases de minéraux autres, a pour intérêt de déterminer les taux surfaciques de chaque phase par zones d'intérêt (comme présenté en Figure 9.11 pour ces mêmes champs).

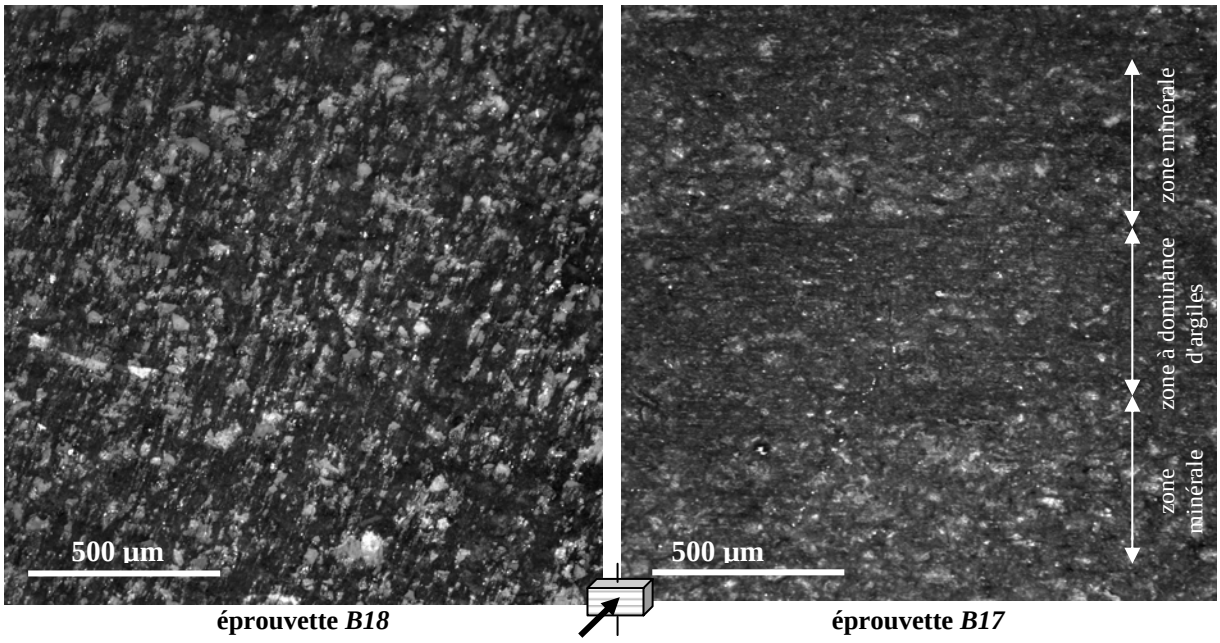



**Figure 9.7 - Exemple d'hétérogénéités de distribution minéralogique à l'échelle du microscope optique.**

*description quantitative*

Afin d'analyser quantitativement les phases observées, nous extrayons des paramètres morphologiques par analyse d'images. Le traitement des images acquises en microscopie optique (éclairage normal) est le suivant et est illustré sur l'exemple de la Figure 9.8 :

- **acquisition des images** au microscope optique équipé de l'objectif ×10 et de la caméra *Spot* (la taille d'un pixel est de 0,8 µm) en lumière naturelle normale.
- **binarisation** : la valeur de seuil est adaptée selon les phases que l'on souhaite identifier et pour chaque image car les conditions d'imagerie peuvent différer légèrement d'une image à l'autre (les paramètres de brillance et de contraste ne sont pas systématiquement identiques selon la surface observée).
- **traitement** : deux érosions consécutives suivies de deux fermetures sont réalisées, ce qui tend à supprimer les particules de taille inférieure à 1 µm.
- **extraction des paramètres morphologiques** : les données sont présentées sous forme d'histogrammes de distribution. Pour les grains de quartz, carbonates ou mica, seules les particules de taille supérieure à 10 µm sont traitées (ce tri permet de ne pas prendre en compte des tâches petites et non éliminées par le traitement des images). Une attention particulière est portée à l'angle des particules les plus grandes (typiquement supérieures à 150 µm).

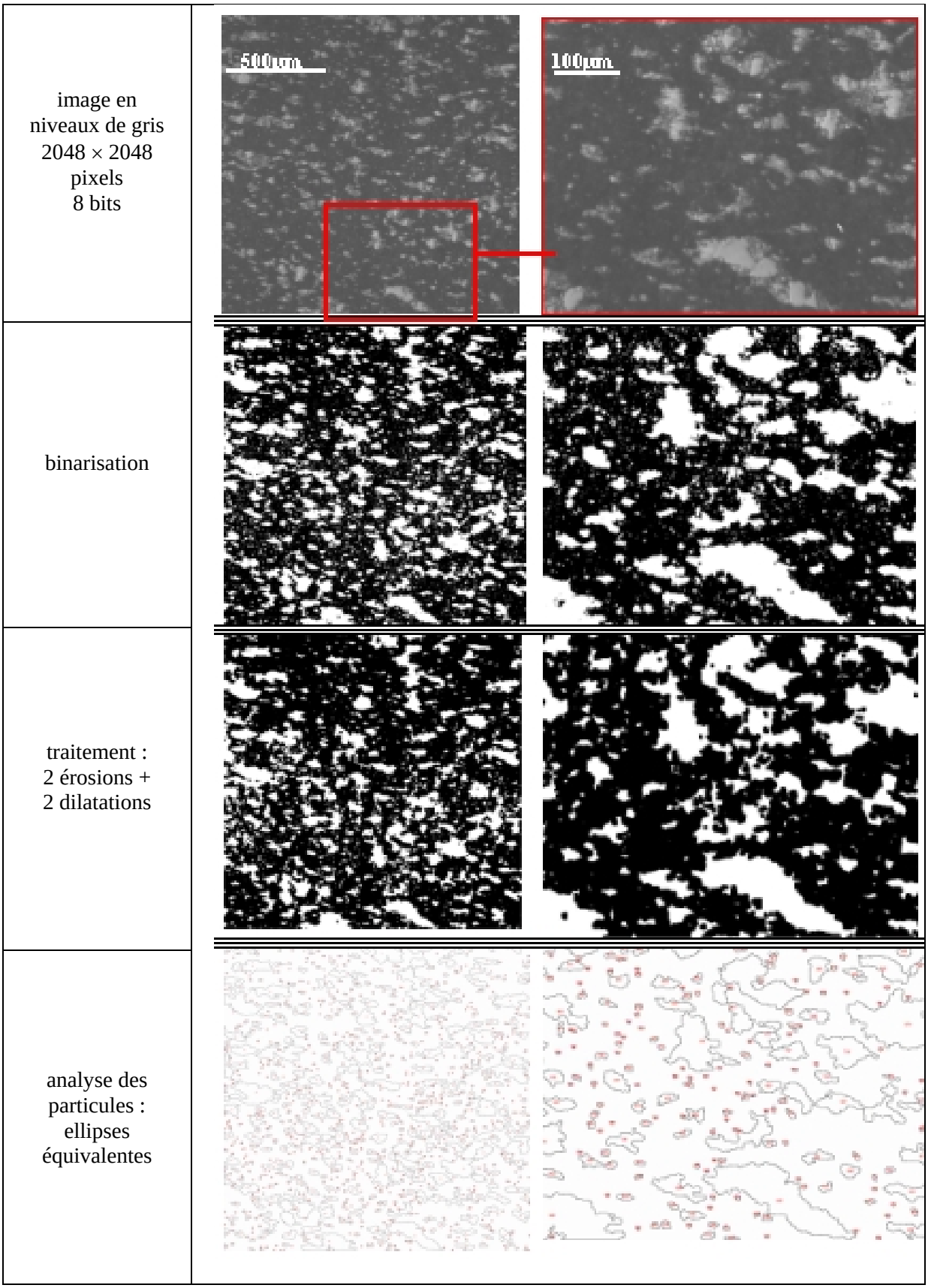



**Figure 9.8 - Exemple de traitement réalisé par analyse d'images pour l'extraction de paramètres morphologiques (cas de l'éprouvette *B16* - lumière normale).**

Globalement, sur l'ensemble des champs investigués (en moyenne entre 15 et 20 images de 1,5×1,5 $mm^2$ par orientation), les taux surfaciques des différentes familles (argiles, minéraux autres et pyrite) sont rapportés sur le Tableau 9.1 et les paramètres de taille et de forme sur la Figure 9.9.
Ainsi nous déterminons que les taux surfaciques de minéraux autres que argileux sont de l'ordre de 40%, soit des taux volumiques de l'ordre de 42 à 47% ce qui est tout à fait cohérent avec les taux de la littérature pour des profondeurs identiques [GAU 04]. Le polissage mécanique et le choix du traitement d'images et en particulier du seuil de binarisation (paramètre qui conditionne la séparation des phases en terme de niveaux de gris) ne paraissent pas introduire d'artefacts dans la représentation de la microstructure ainsi observée.
Les mesures quantitatives (Figure 9.9) valident les observations énoncées précédemment : les grains de taille supérieure à 100 µm sont de forme oblongue et orientés préférentiellement selon la stratification[14]. Les tailles des grains de quartz-carbonates sont plus importantes lors des observations dans les plans de stratification.
**A l'échelle du microscope optique (du micron au millimètre), les particules ont des tailles variant de 5 à 500 µm avec une taille moyenne de l'ordre de 50 µm. Les gros grains (de taille supérieure à 150 µm), les fissures et les concrétions de pyrite sous forme de veines sont préférentiellement orientés selon la stratification sub-horizontale**.

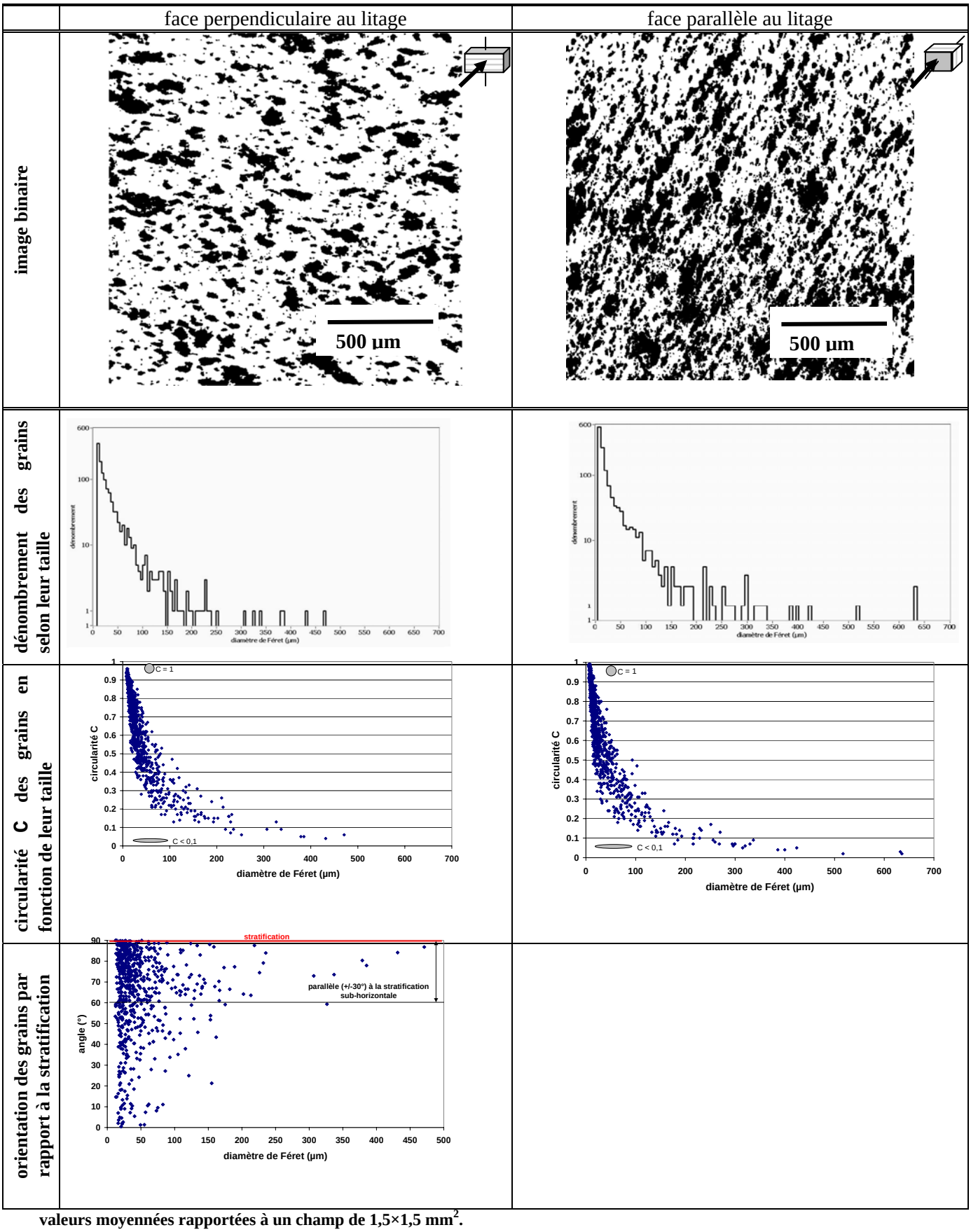
**Tableau 9.1 - Taux surfaciques et distribution des tailles de grains selon la nature des phases, à partir des observations de surface en microscopie optique.**

| **phase →** | **zone argileuse** | **quartz - carbonates - micas** | | | **sulfure de fer** |
|---|---|---|---|---|---|
| **seuil de binarisation *→** | ~70 | ~70 | | | ~230 |
| **face observée ↓** | taux | taux | taille moyenne | taille maximale | taux |
| **perpendiculaire au litage** | surfacique 57%<br>massique 52% | surfacique 42%<br>massique 47% | 20-70 µm | 450 µm | surfacique 0,8%<br>massique 1,5% |
| **parallèle au litage** | surfacique 62%<br>massique 57% | surfacique 37%<br>massique 42% | 20-70 µm | 600 µm | surfacique 0,4%<br>massique 0,6% |

**données moyennées (15 images de 1,5×1,5 $mm^2$ par face).**
*** le seuil est exprimé en niveau de gris sur une échelle de 256 niveaux (0 = noir ; 1 = blanc).**

A l'échelle d'un champ de 1,5×1,5 $mm^2$, des hétérogénéités minéralogiques sont visibles en terme de distribution des grains non argileux dans la matrice argileuse comme l'illustre la Figure 9.10. En particulier, à cette échelle, peuvent exister des zones à forte concentration de grains de carbonates et de quartz.

[14] Nous avons pris comme critère d'orientation des valeurs d'angle de ± 30° selon l'horizontale (Figure 9.9).




**valeurs moyennées rapportées à un champ de 1,5×1,5 mm$^2$.**

**Figure 9.9 - Paramètres morphologiques des grains de minéraux non argileux selon les faces observées.**

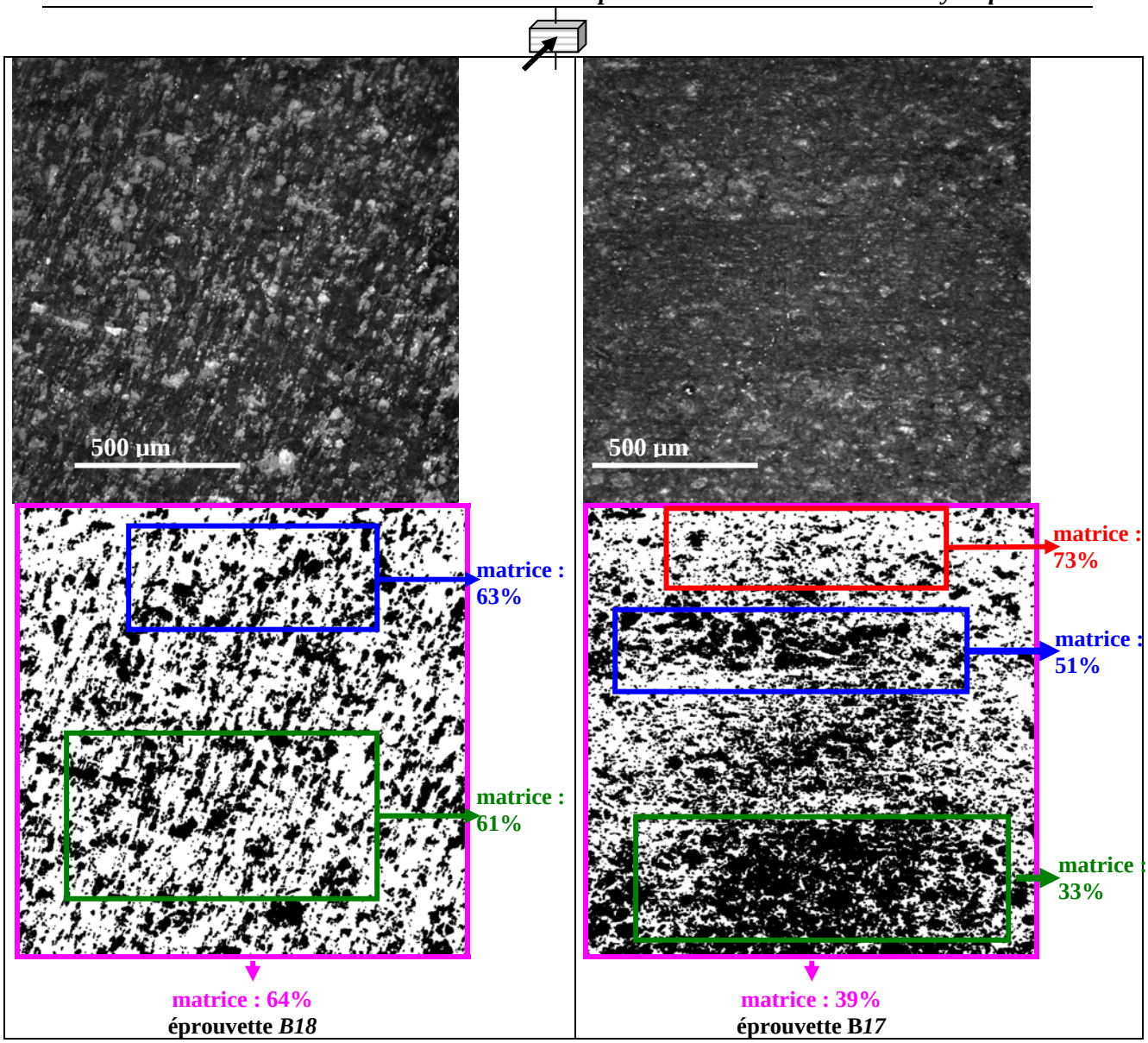



**Figure 9.10 - Exemple d'hétérogénéités minéralogiques à l'échelle du microscope optique.**

**Les champs sont identiques à ceux de la Figure 9.7.**
**Les données indiquent les taux surfaciques de la matrice (en blanc après binarisation) sur les zones d'intérêt tracées.**

### 9.1.3 - Observations au microscope électronique à balayage associé à l'analyse chimique

Les observations au *MEB* sont réalisées soit sur des surfaces planes polies, soit sur des surfaces de fracture issues de débris. Les échantillons, d'un volume de l'ordre de 1 à 2 $cm^3$, sont préparés selon la procédure explicitée au *§ 4.*1.

Les surfaces obtenues par fracturation au marteau comportent toujours plus de phase argileuse que les surfaces polies, la rupture semblant s'effectuer préférentiellement dans la phase argileuse qui enrobe les grains de minéraux autres. Pour quantifier, même sommairement, les taux de chaque phase, nous utilisons donc des surfaces planes obtenues par polissage (avec la même réserve que précédemment, à savoir les risques d'artefacts engendrés par un polissage mécanique sur un composite à matrice *molle* par rapport aux inclusions).

Pour les observations aussi bien d'imagerie que de cartographie chimique, il convient d'investiguer une surface représentative de la microstructure c'est-à-dire à la fois *suffisamment grande* pour être représentative du matériau, et *pas trop grande* pour minimiser le temps d'utilisation du *MEB* et de traitement postérieur. Nous avons ainsi choisi une échelle intermédiaire à un grossissement de 400, soit des champs de l'ordre de 350×250 $\mu m^2$ par image. Dans un but de récolter des informations statistiques, nous investiguons une vingtaine de zones composées de 3×3 champs contigus comme l'illustre la Figure 9.11 (chaque zone a une surface d'aire proche de 0,8 $mm^2$).

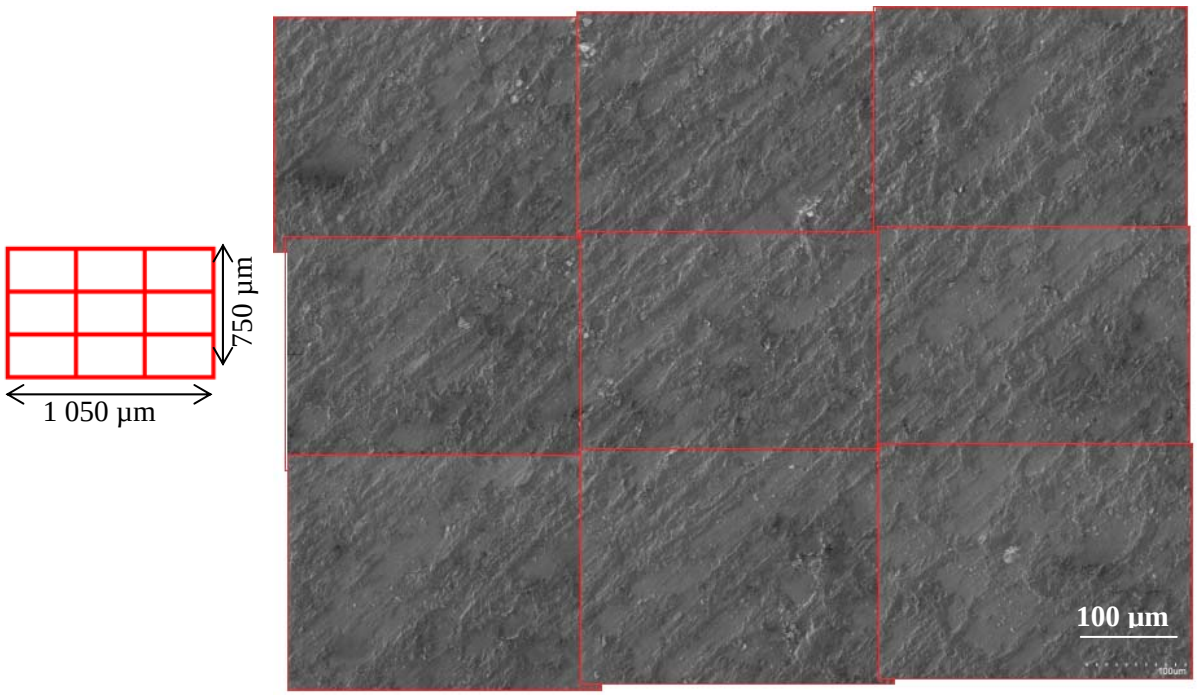



**Figure 9.11 - Exemple d'une zone de 3×3 champs contigus observés au *MEB* sur surface polie.**

Les familles minérales principales constitutives des argilites (soit les argiles, le quartz, les carbonates et les sulfures de fer) sont identifiées à partir des images *EDS* portant les informations des éléments chimiques des constituants (Figure 9.13). Les taux surfaciques sont mesurés par traitement d'images (logiciel *ImageJ* [RAS 97]) en adaptant le seuil de binarisation pour chaque élément. A partir des masses volumiques de l'argilite et des différentes phases (*cf.* Tableau 8.5), les taux pondéraux de chaque phase minéralogique sont estimés. Cette investigation est effectuée sur des faces perpendiculaires et parallèles au litage (une dizaine de zones de 0,8 $mm^2$ est investiguée par orientation) ; les résultats sont rapportés dans le Tableau 9.2.

Les commentaires suivants se dégagent des observations menées :

***les phases argileuse et minérales***

**A l'échelle du *MEB*, la phase argileuse apparaît sous forme d'agrégats qui semblent avoir une orientation globale dans des plans sub-horizontaux.** Ces agrégats peuvent atteindre des longueurs maximales de l'ordre de 20 µm et des épaisseurs jusqu'à quelques microns (Figure 9.12- c et j).

**Les grains non argileux sont de taille variable, de sub-micrométrique à plusieurs centaines de microns**, et peuvent être recensés selon leur nature :

- le **quartz** : les grains de quartz sont difficilement observables car ils sont souvent masqués par des feuillets argileux. Toutefois, l'analyse chimique permet de les mettre en évidence[15] comme illustré en Figure 9.13. Leur taille est comprise entre 5 et 50 µm au maximum et le taux surfacique moyen de quartz mesuré par *EDS* (sur le champ total d'aire proche de 1 $mm^2$) est de l'ordre de 20%.
- les **carbonates** : les grains de carbonates représentent globalement 27 à 35% des surfaces analysées selon l'orientation des faces observées, et sont présents sous des formes variées :
  - des grains de taille variant entre 20 et 100 µm, disséminés de façon homogène dans la matrice argileuse, sont prédominants,
  - des carbonates résultant de néoformations secondaires lors des phénomènes diagénétiques se retrouvent sous forme de micrite (petits grains d'aspect cubique de taille généralement inférieure à 5 µm) (Figure 9.12-a et j),
  - de la dolomite présente sous forme de grains de taille inférieure à la dizaine de microns (Figure 9.12-a),
  - de façon plus ponctuelle, des carbonates sont aussi associés aux traces de vie sous forme de bioclastes pouvant atteindre des tailles de plusieurs centaines de microns ou sous forme de coccolithes (Figure 9.12-g et h).
- des **micas** : il s'agit de grains de forme allongée atteignant des tailles de plusieurs centaines de microns ; les variétés observées sont de la muscovite (Figure 9.12-i et k) et plus rarement de la biotite (Figure 9.12-l). Les micas sont systématiquement orientés sub-horizontalement.
- des **sulfures de fer** : ils sont visibles dans les plans de litage (2% surfaciques) sous des formes diverses :
  - des cristaux cubiques de petite dimension (de 0,1 à 5 µm), disséminés dans la matrice argileuse de façon *a priori* aléatoire,
  - des framboïdes de diamètre inférieur à 10 µm constitués de petits cristaux cubiques de pyrite (de taille inférieure à 1 µm), assemblés entre eux avec des interstices du même ordre de grandeur (Figure 9.12-e),
  - des veines sub-horizontales, de longueur millimétrique et d'un diamètre maximal de quelques dizaines à centaines de microns. Ces veines rassemblent à la fois des cristaux cubiques enchevêtrés et les framboïdes précédents (Figure 9.12-d).
- du **gypse** qui se présente sous forme aciculaire dans des zones à dominance de pyrite (Figure 9.12-f).
- des **hydroxydes de fer** : rares, ils sont sous forme de fines plaquettes hexagonales parallèles.
- de la **rutile** : cet oxyde de titane est observé de façon rare et ponctuelle sous forme de petits grains disséminés dans la matrice (de l'ordre de quelques microns) (Figure 9.13).

Les proportions des phases minéralogiques (Tableau 9.2) diffèrent selon l'orientation des surfaces observées ce qui peut signifier une anisotropie microstructurale. Mais ceci pourrait être dû à des surfaces investiguées non statistiquement représentatives du matériau (taille trop petite) ; une autre cause déjà évoquée pourrait être un artefact lié au polissage des surfaces qui *étalerait* la phase argileuse pour l'orientation parallèle au litage, ce qui sur-estimerait alors cette phase.

[15] Rappelons que les photons récoltés par *EDS* sont extraits sur une profondeur typique de 1 µm, ce qui permet d'observer des phases recouvertes par quelques particules argileuses.

**Tableau 9.2 - Taux surfaciques et distribution des tailles de grains selon la nature des phases, à partir des observations au *MEB* et *EDS* de surfaces polies.**

| **phase →** | **zone argileuse** | **quartz** | | | **carbonates** | | | **sulfure de fer** |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **face observée ↓** | taux surfacique | taux surfacique | taille moyenne | taille maximale | taux surfacique | taille moyenne | taille maximale | taux surfacique |
| **perpendiculaire au litage** | surfacique 51%<br>massique 47% | surfacique 19%<br>massique 21% | 20 µm | 50 µm | surfacique 27%<br>massique 31% | 30 µm | 300 µm | surfacique 2%<br>massique 4% |
| **parallèle au litage** | surfacique 58%<br>massique 53% | surfacique 22%<br>massique 24% | 20 µm | 50 µm | surfacique 35%<br>massique 40% | 30 µm | 450 µm | surfacique <1%<br>massique <2% |

**Les données sont des moyennes effectuées à partir des valeurs estimées sur une dizaine de zones de surfaces d'aire de l'ordre de 0,8 mm$^2$, pour chaque orientation.**

***<u>la porosité</u>***

Une porosité micrométrique est systématiquement associée aux zones pyritisées (quelle que soit la forme morphologique de la pyrite) :

- d'une part, dans les interstices entre cubes, entre framboïdes dans les veines de pyrite (Figure 9.12-d et e) et au sein des produits d'altération des sulfures tels que le gypse néoformé (enchevêtrement d'aiguilles, Figure 9.12-f). La porosité a une longueur caractéristique qui correspond à celle des veines de sulfures (*i.e.* de taille millimétrique ou supérieure).

- d'autre part, associée aux carbonates en particulier dans les coquilles d'organismes fossiles (Figure 9.12-g et h). Cette porosité de la dizaine de microns apparaît ponctuelle et occluse.

Pour les minéraux non argileux tels que les carbonates, quartz et micas, les grains apparaissent toujours intimement liés à la matrice argileuse et aucune décohésion ou déchaussement n'a été observé à l'échelle du *MEB* dans la roche à l'état *sain*.
Globalement, la porosité observée est faible en comparaison des valeurs *n* déterminées à partir des masses volumiques (de l'ordre de 14% en moyenne à l'état sec, *cf.* Tableau 8.2). Comme nous l'abordons dans le paragraphe suivant relatif aux estimations de la distribution porale par les techniques de porosimétrie par intrusion de mercure, la porosité dans les argilites est majoritairement de taille de quelques dizaines de nanomètres ; elle est donc non accessible par observation au *MEB*.

***<u>l'anisotropie</u>***

Comme mentionné au cours des observations des différentes phases constitutives, des orientations préférentielles sont mises en évidence sur les particules flexueuses d'argiles et sur les grains de minéraux autres. Les grains de taille supérieure à la centaine de microns sont principalement disposés selon des plans horizontaux. De plus, le positionnement sub-horizontal systématique des veines de pyrite confère à cette roche une anisotropie constitutionnelle sub-horizontale, qui est prise en compte dans la suite de nos travaux lors de l'identification des réponses vis-à-vis des sollicitations hydriques et mécaniques.

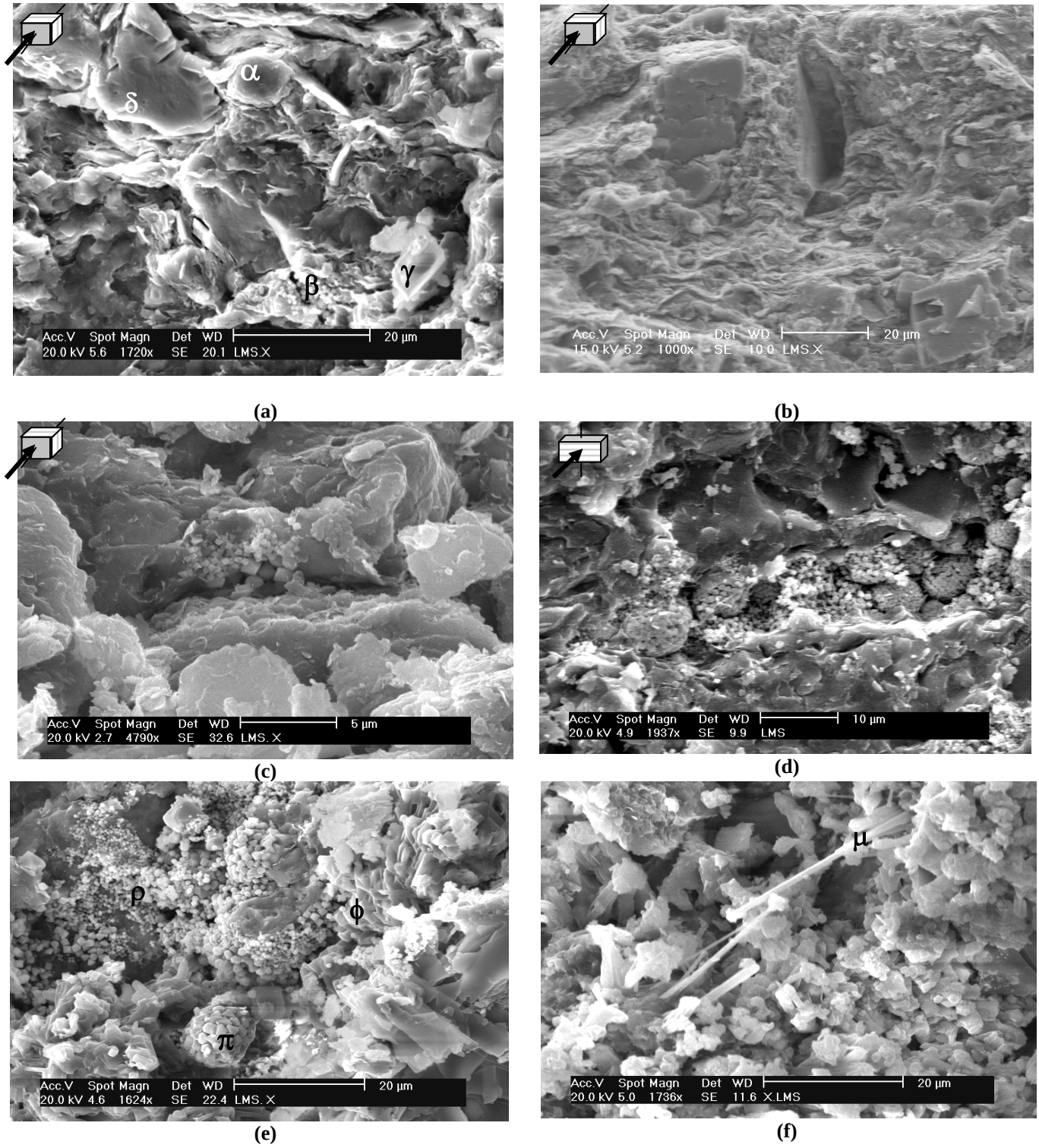



**Figure 9.12 – Observations au *MEB* sur surfaces fracturées.**
**(a) vue parallèle au litage : (α) présence de Ca et Mg : grain de dolomite, (β) concrétion de pyrite sous forme de petits cubes, (γ) grain de calcite, (δ) agglomérat argileux.**
**(b) vue identique avec empreinte d'un grain arraché lors de la création de la surface.**
**(c) agrégats argileux.**
**(d) veine de pyrite affleurante avec des framboïdes de taille inférieure à 10 µm et la porosité d'interstice associée.**
**(e) zone de pyrite sous forme de cristaux cubiques agglomérés en framboïdes sphériques (π) ou non (ρ) ; cristaux néoformés de gypse sous forme tabulaire (ϕ) et (f) … sous forme aciculaire (μ).**

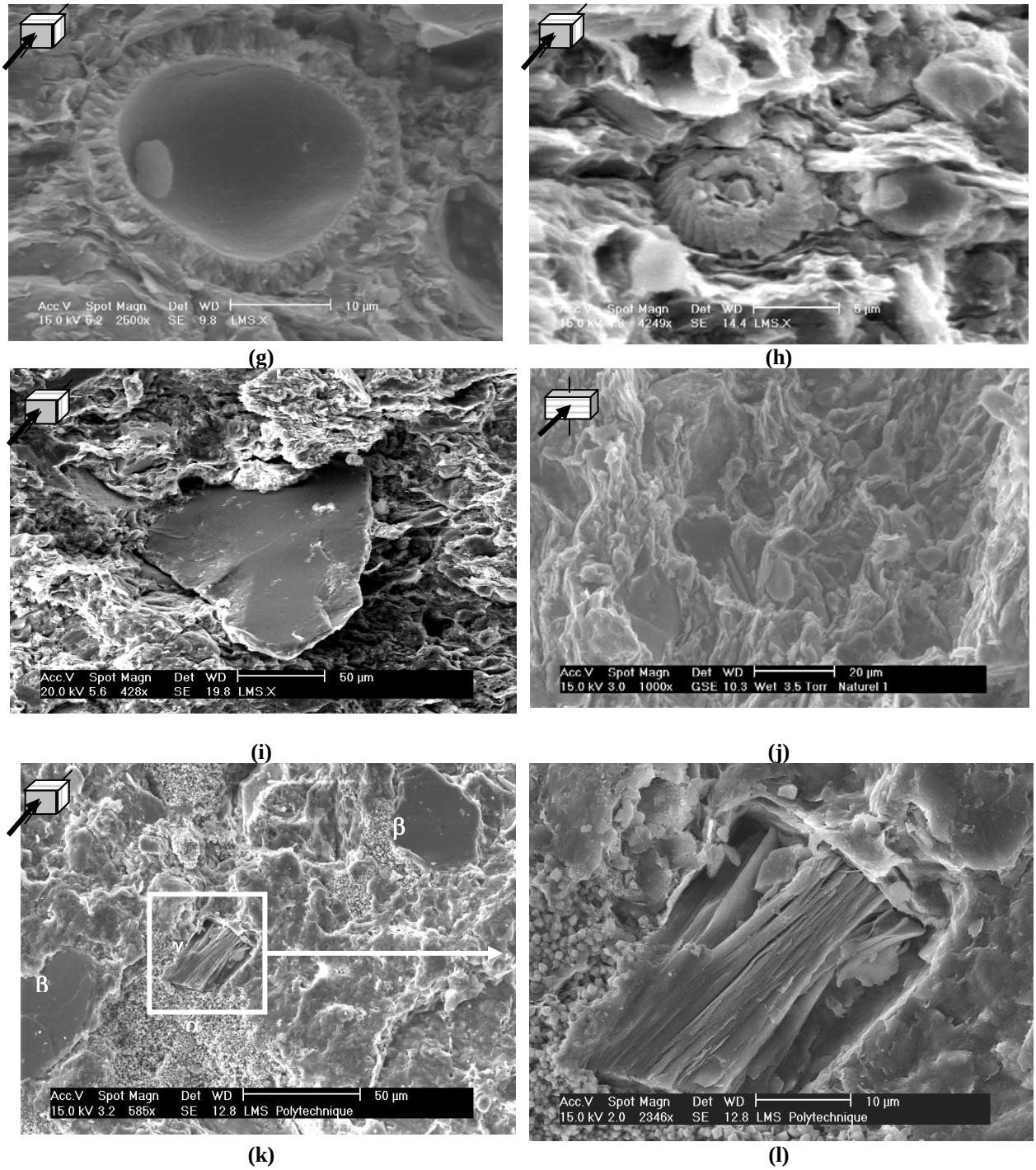



**Figure 9.12 – Observations au *MEB* sur surfaces fracturées.**

**(g) porosité associée à un bioclaste.**
**(h) coccolithe (carbonate de calcium).**
**(i) grain de muscovite (mica) de plusieurs centaines de µm, mis à nu lors de la création de la surface d'observation.**
**(j) particules argileuses : on distingue les particules flexueuses d'argile et un grain de calcite au centre.**
**(k) zone contenant des hétérogénéités telles que de la pyrite (α), des grains de muscovite (β) et de la biotite (γ).**
**(l) détails de l'organisation en foliation parallèle d'une biotite.**

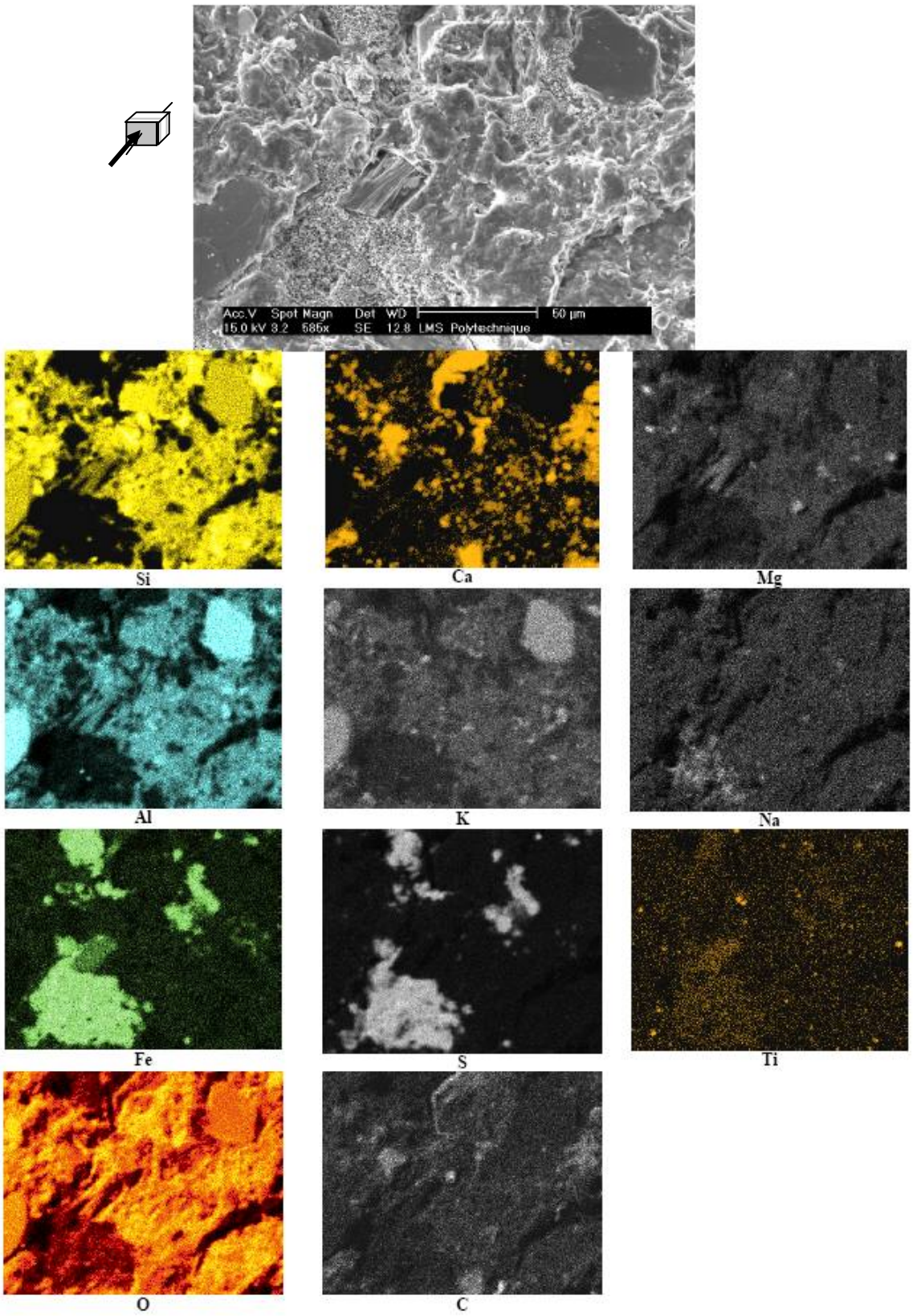



**Figure 9.13 – Cartographie par éléments chimiques d'une surface polie d'argilite (*EDS* au *MEB*).**

**La nature de l'élément de la cartographie est spécifiée sous chaque image.**

# 9.2 - Investigation de l'espace poral par porosimétrie par intrusion de mercure

Dans les argilites, la porosité (décrite schématiquement à la Figure 8.5) existe depuis l'échelle micrométrique jusqu'à l'échelle sub-nanométrique (en position inter-foliaire à cette dernière échelle). Rappelons que l'eau libre participant au transfert est classiquement associée aux pores de taille supérieure à 20 nm. Les observations précédentes ont mis en évidence une porosité micrométrique associée aux fissures, aux veines de pyrite et aux bioclastes. Mais les techniques d'observation employées ne sont pas adaptées pour la mise en évidence de la porosité de taille inférieure.
Afin de quantifier celle-ci, nous avons recours à la porosimétrie au mercure qui permet indirectement d'accéder à la distribution des pores selon les hypothèses énoncées au *§ 5.1*.
Cette technique est mise en œuvre sur des échantillons (débris) provenant des différentes cellules avec deux états hydriques :

- des états secs obtenus de deux manières différentes (par étuvage à 105°C et par atmosphère à hygrométrie proche de 0% RH) permettant d'accéder à l'intégralité de la porosité connectée (dans les limites des appareils utilisés),
- un état hydraté à l'état hydrique initial de réception de la matière (soit à la teneur en eau $w_i$).

En plus de la détermination d'un taux global de porosité, la porosimétrie par intrusion fournit des spectres exprimant le volume cumulé de mercure injecté rapporté au rayon d'entrée de pore estimé par la loi de Laplace en fonction de la pression de fluide (Équation 5.1).

Rappelons que les porosimètres utilisés permettent d'observer des tailles minimales de pore de l'ordre de 2 nm, soit jusqu'aux pores associés classiquement aux espaces inter-foliaires (*cf.* Figure 8.5).

## 9.2.1 - Porosité à l'état sec

### 9.2.1.1 - Séchage à l'étuve

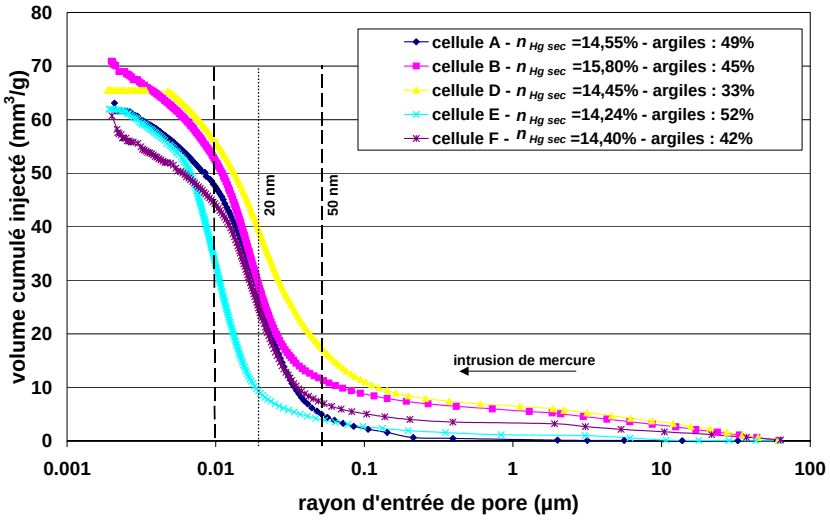
Les échantillons sont préalablement séchés à l'étuve à 105°C pendant 48 h. Les spectres d'intrusion sont présentés dans la Figure 9.14-a avec mention du taux global de porosité en pourcentages (désigné par $n_{Hg\ sec}$ et reporté aussi dans la pénultième colonne du Tableau 8.2).

Pour l'ensemble des cellules, les taux de porosité sont compris entre 14,2 et 15,8%, et les spectres ont des allures similaires présentant trois parties distinctes (séparées par des lignes verticales en pointillé sur la Figure 9.14-a) :

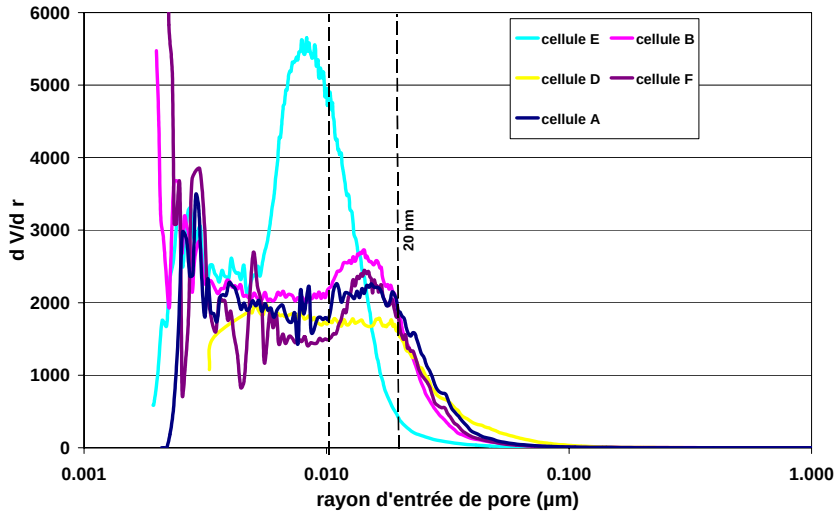
- [60 µm-50 nm] : le volume injecté augmente régulièrement ce qui peut être associé à la compressibilité du matériau. L'absence de pics confirme l'absence de pore connecté dans cette gamme, corroborant ainsi les observations des surfaces (optique et *MEB*).
- [50-8 nm] : cette gamme de rayon correspond à une classe très marquée de pores. Cette classe de pores sub-micrométriques à nanométriques est, d'après la classification donnée au *§ 8.1.3*, associables à de la porosité d'intra-agrégats argileux et entre cristaux secondaires.
- [8-2 nm] : il ne s'agit pas d'une classe marquée de pores.

Une corrélation entre taux global de porosité et minéralogie (Tableau 8.2 et Figure 9.15) ne paraît pas évidente. Toutefois, d'après la Figure 9.14-b, **la minéralogie influe sur la distribution porale** : les spectres des argilites d'argilosité moyenne à forte (entre 40 et 50%, soit les cellules *F*, *B* et *A*) présentent des pics nets et assez larges caractérisant une famille de pores centrée autour de 15 nm et s'étalant entre 10 et 20 nm. Lorsque l'argilosité est plus importante (52% pondéraux pour la cellule *E*), un pic très net est visible indiquant une forte dominance de pores autour de 8 nm avec un étalement compris entre 5 et 20 nm. Au contraire, pour une faible argilosité (cellule *D*), la répartition est très

étalée entre 5 et 20 nm sans pic marqué ; sauf artefact, on peut noter dans ce cas, une absence de pores inférieurs à 5 nm (du moins jusqu'à la limite basse de l'appareil, soit 2 nm).




**(a)**




**(b)**

**Figure 9.14 – Spectres de porosité par intrusion de mercure pour les 5 cellules à l'état sec (étuvage).**

**Le volume cumulé est le volume poral total associé à des rayons de pore supérieurs à celui porté en abscisse. Pour chacune des cellules, les taux globaux de porosité sont mentionnés dans la légende.**

A partir de ces spectres, nous traçons en fonction de l'argilosité le ratio des vides de taille supérieure à 20 nm par rapport aux vides globaux (encore une fois par rapport à la résolution de l'appareil soit jusqu'à 2 nm), la valeur de 20 nm correspondant à la limite inférieure des rayons des sites susceptibles d'être remplis d'eau libre selon la classification énoncée précédemment (Figure 9.15). Ainsi, **plus la phase argileuse est présente, plus les pores de rayon d'accès inférieurs à 20 nm sont prédominants**, ce qui devrait donc avoir des répercussions sur les propriétés de transfert (teneur en eau pour une succion donnée, cinétique de transfert…).

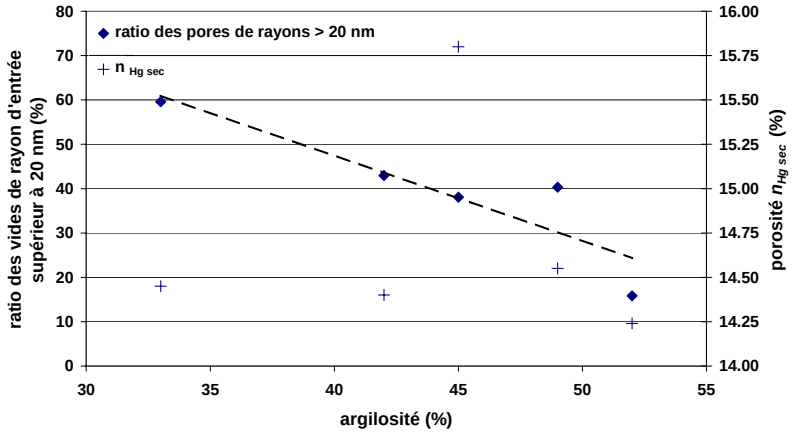
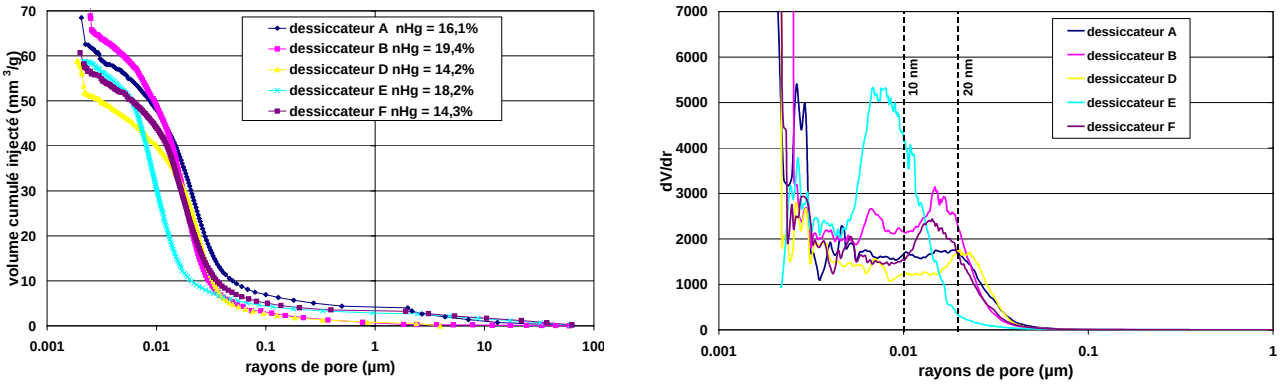



**Figure 9.15 - Porosité et ratio des pores de rayons d'entrée supérieurs à 20 nm en fonction du taux d'argiles.**

**Par exemple, pour le premier point en abscisse, l'axe de gauche des ordonnées doit se comprendre comme "*pour une argilosité de 33%, les pores connectés de rayon d'entrée supérieur à 20 nm représentent 60% des pores connectés globaux et la porosité globale connectée est de 14,4%*".**

## 9.2.1.2 - Séchage au dessiccateur

Une démarche identique à la précédente est réalisée avec des échantillons prélevés à proximité des précédents mais dont l'eau est retirée par passage au dessiccateur à humidité maintenue inférieure à 5% RH par gel de silice (la durée du passage au dessiccateur est déterminée lorsque la masse des échantillons est stabilisée, soit de l'ordre d'une vingtaine de jours[16]). Les taux de porosité et les spectres ainsi obtenus sont présentés sur la Figure 9.16.




**(a)** **(b)**

**Figure 9.16 - Spectres de porosité par intrusion de mercure pour les 5 cellules à l'état sec (dessiccateur).**

Pour les cellules les moins argileuses (*D* et *F*), les résultats sont similaires à ceux obtenus sur l'état sec par étuvage.
Pour les échantillons contenant plus d'argiles (*A*, *B et E*), les taux de porosité sont plus élevés après le passage au dessiccateur que après le passage à l'étuve (de l'ordre de 2 à 4% de porosité supplémentaire). Cependant, la répartition des pores selon leur rayon apparaît peu affectée par le mode

[16] Sur des débris autres que ceux utilisés en *PIM* (de volume, surface et histoire hydrique identiques), les teneurs en eau sont déterminées classiquement par un passage à l'étuve (48h - 105°C). Celles-ci sont inférieures à 0,3% massique.

de séchage (Figure 9.14-b et Figure 9.16-b). Les causes possibles de cette différence de volume accessible au mercure sur les cellules les plus argileuses pourraient être :

- soit une fissuration induite après passage au dessiccateur (augmentant ainsi le volume accessible au mercure),
- soit une modification du réseau poral, en particulier des refermetures des pores les plus fins lors de l'étuvage à 105°C (ce qui conduirait à une sous-estimation du volume poral accessible).

L'hypothèse de fissuration ne nous paraît pas réaliste car sur les spectres, nous ne voyons pas de nouvelles classes de pore associables à des fissures. La seconde hypothèse est plus plausible, d'autant que il n'est pas exclu que lors de l'étuvage, la température de 105°C puisse favoriser des transformations chimiques avec extension volumique, ce qui conduirait à obstruer ou refermer les capillaires fins. Toutefois, à ce niveau peu élevé de température, pour les matériaux argileux, les transformations possibles sont une déshydratation des smectites, transformation lente qui peut soit avoir tendance à diminuer le volume de la phase solide, soit au contraire provoquer un éclatement de ces particules argileuses. Dans tous les cas, l'hypothèse d'une transformation physico-chimique des matériaux argileux (déjà évoquée au *§ 5.1.3*) est corroborée par le fait que les sous-estimations des volumes accessibles au mercure sont principalement visibles pour les matériaux les plus argileux.

Dans le cadre de nos travaux, il ne s'agit que d'hypothèses qu'il conviendrait d'examiner dans le futur, par des investigations supplémentaires auxquelles les connaissances des géo-chimistes apporteraient des analyses pertinentes sur les mécanismes en jeu.

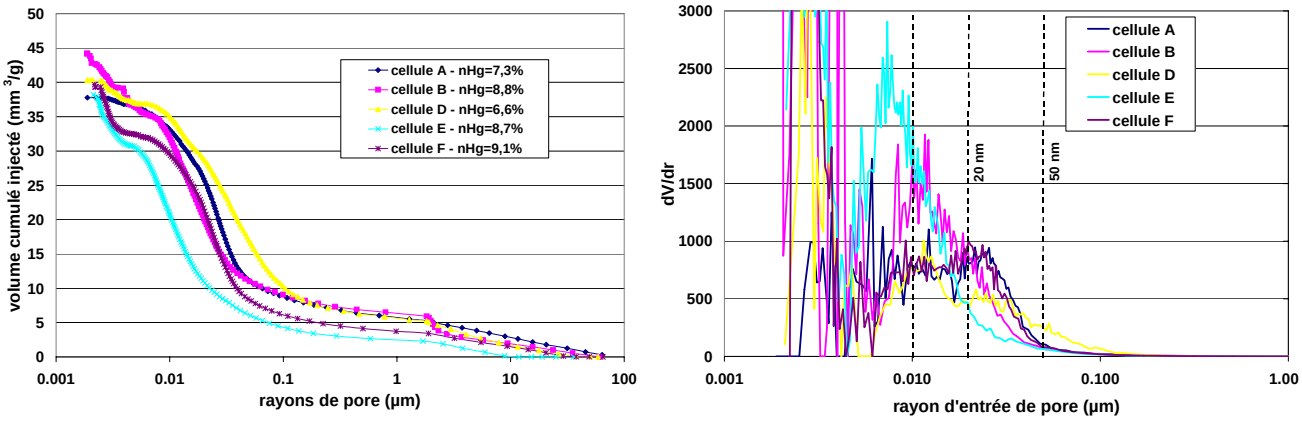
### 9.2.2 - Utilisation de la porosimétrie au mercure sur des états hydratés

Nous nous intéressons maintenant à des échantillons prélevés à proximité des précédents mais dont les mesures de volume poral sont effectuées à l'état hydrique initial de la roche, sans préparation particulière. Comme décrit au *§ 5.1.4*, il ne s'agit pas de l'utilisation idoine et habituelle de la porosimétrie au mercure qui met en œuvre classiquement des échantillons exempts d'eau.
Les spectres obtenus sur les états hydriques initiaux présentent de fortes analogies avec ceux des états secs (Figure 9.17). Cependant, les volumes injectés sont moindres, conséquence de la présence de fluide dans les pores, donc d'un volume moindre accessible au mercure.
Les classes de pore sont quasiment identiques à celles observées pour les états secs (Figure 9.14). Il semblerait que soit visible aussi une seconde classe beaucoup moins marquée vers 2 µm – classe totalement absente à l'état sec – mais il convient de rester très prudent car cette gamme de rayons correspond au changement d'appareil entre celui de la gamme 400 kPa et celui de la gamme 400 MPa ; il est probable qu'il s'agisse d'un artefact.

Selon les remarques formulées au *§ 5.1.2*, nous traitons les données de porosimétrie en corrigeant les volumes de mercure injecté ($V_1$ dans le Tableau 9.3) de la compressibilité de l'eau contenue dans les pores selon les Equations 5.3 et 5.4 (volume $V_2$), ce qui permet d'estimer le volume poral connecté total $V_3$ par la somme des volumes d'eau $\omega_i$ et de gaz $V_2$.

La première remarque sur ces résultats est une pénétration importante de mercure dans la roche (de l'ordre de 4,5 à 6,5% du volume total de l'échantillon soit le volume $V_2$). Le ratio entre le volume d'eau obtenu par la teneur en eau volumique $\omega_i$ et le volume total des pores connectés estimé par $V_3$ permet d'accéder au degré de saturation comme défini par l'Equation 3.7. Ainsi le degré de saturation correspondant au ratio $\frac{\omega_i}{V_3}$ serait compris entre 0,70 et 0,80 (Tableau 9.3).
Le volume poral total estimé sur les échantillons hydratés $V_3$ est systématiquement supérieur (de l'ordre de 4% volumique) à celui mesuré sur échantillons secs $V_4$. A l'état hydrique initial, la classe de pore mise en évidence entre 10 et 50 nm correspondant exactement à celle visible à l'état sec, il nous semble raisonnable d'exclure un processus de fissuration à cette échelle de quelques dizaines de nanomètres (dans le cas d'une éventuelle fissuration, celle-ci aurait pu expliquer des volumes d'intrusion plus importants). Par contre, il pourrait être envisagé que, à l'état hydrique initial, de par la présence d'eau dans les pores fins en particulier, l'accès au pore ne soit pas entaché d'artefacts de

resserrement des pores comme évoqué dans le cas précédent, l'eau agissant comme une contre-pression permettant de maintenir la microstructure de l'échantillon testé assez proche de la microstructure *réelle* de la roche.




**(a)** **(b)**

**Figure 9.17 – Spectres de porosité par intrusion de mercure pour les 5 cellules dans leur état hydrique initial.**

**Tableau 9.3 - Données de porosimétrie au mercure sur échantillons hydratés.**

| | | état hydrique initial | | | | | | | | état sec (dessiccateur) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | étuve | | | PIM | | | | PIM |
| cellule | argilosité | masse volumique apparente $\rho_{wi}'$ | teneur en eau $w_i$ | teneur en eau $\omega_i$ | teneur en eau normalisée $\widetilde{w}_i$ * | volume de mercure injecté *brut* $V_1$ | volume de gaz *corrigé* $V_2 = V_1 + \omega_i$ | volume *gaz + liquide* $V_3 = V_2 + \omega_i$ | ratio $\frac{\omega_i}{V_3}$ | volume de mercure injecté $V_4$ |
| | % | kg/m³ | % pondéral | % volumique | % pondéral | % volumique | % volumique | % volumique | - | % volumique |
| *D* | 33 | 2 399 | 4,98 | 10,60 | 0,80 | 6,6 | 4,7 | 15,3 | 0,69 | 14,2 |
| *F* | 42 | 2 415 | 5,28 | 14,80 | 0,78 | 9,1 | 6,4 | 21,2 | 0,70 | 14,3 |
| *B* | 45 | 2 403 | 6,60 | 16,10 | 0,75 | 8,8 | 5,9 | 22,0 | 0,73 | 19,4 |
| *A* | 49 | 2 418 | 6,32 | 15,50 | 0,77 | 7,3 | 4,5 | 20,0 | 0,77 | 16,1 |
| *E* | 52 | 2 446 | 6,10 | 17,10 | - | 8,7 | 5,6 | 22,7 | 0,75 | 18,2 |

*** $\widetilde{w}_s$ correspond à la teneur en eau normalisée par rapport à la teneur en eau obtenue après la succion à l'humidité de 98% RH selon la définition de l'Équation 3.11, et déterminée dans la *Partie IV*.**
**$V_1$ : volume de mercure injecté dans la roche, corrigé des compressibilités du dilatomètre et du mercure.**
**$V_2$ : volume de mercure injecté corrigé du volume de compression de l'eau présente dans les pores (ce volume est estimé comme celui de l'eau libre soit donné par la teneur en eau volumique $\omega_i$).**
**$V_3$ : volume des pores estimé à partir de la somme du volume de l'eau estimé à partir de $\omega_i$ et du volume de gaz $V_2$.**
**$V_4$ : volume de mercure injecté à l'état sec (obtenu avec les dessiccateurs) correspondant au volume total des pores connectés dont la taille est supérieure à la résolution de l'appareil soit 2 nm.**

## 9.2.3 - Conclusions sur les mesures de porosité par porosimétrie au mercure

Au vu des essais précédents, nous voyons les difficultés d'interprétation des mesures de porosimétrie par intrusion et l'importance essentielle de l'état du matériau dans lequel pénètre le mercure. Les états secs qui devraient permettre de connaître le volume poral connecté total peuvent être fortement modifiés par les modes de préparation (étuvage ou séchage par dessiccation). La mise en œuvre de la *PIM* sur des états hydratés soulève des difficultés sur l'état et le comportement de l'eau lors de l'intrusion de mercure (migration de l'eau, compressibilité…).
De plus, quel que soit l'état hydrique du matériau, une difficulté supplémentaire est que l'argilite est un matériau compressible dont les déformations associées à la pression de mercure peuvent engendrer des

fortes modifications du réseau poral. Au fur et à mesure que la pression de mercure augmente, celui-ci pénètre dans pores de plus en plus fins, un resserrement des pores non pénétrés encore par le mercure est probable. Ce scénario pourrait être particulièrement amplifié lorsque ces pores sont exempts d'eau (états secs) et moins marqué en présence d'eau dans les pores. Dans ce dernier cas, une fois le niveau de pression de mercure suffisant pour franchir les petits pores, l'eau de ces pores est à la même pression que le mercure ce qui limiterait ou empêcherait l'écrasement de la structure et le resserrement des capillaires, l'eau jouant finalement un rôle de contre-pression.

## 9.3 - Représentation schématique de l'organisation microstructurale

A partir des données précédentes, **la roche apparaît schématiquement composée d'une matrice argileuse (jusqu'à environ 50% en volume pour certaines cellules) dans laquelle sont disposés des minéraux (carbonates, quartz, micas ...) non agrégés (*i.e.* sans squelette continu)**. Malgré des dispersions, les particules argileuses sont de taille sub- à micro-métrique alors que les minéraux non argileux sont de taille micrométrique à millimétrique (en particulier pour les micas et les bioclastes).

**La matrice argileuse apparaît comme une phase continue** dans laquelle sont répartis de façon *plutôt homogène* les grains de quartz (de l'ordre de 20-25% en volume et de taille comprise entre 2 et 50 µm) et de calcite (25-35%, de taille dispersée avec un fort taux entre 10 et 150 µm et jusqu'à des grains de 300-400 µm si l'on exclut les bioclastes). Toutefois, **des hétérogénéités locales de composition minéralogique existent et se traduisent par des zones plus carbonatées ou plus argileuses**. De plus, à une échelle plus macroscopique, sont présentes des **hétérogénéités minérales** telles que :

- des **sulfures de fer** (pyrite) organisés sous forme de veines dans des plans sub-horizontaux de litage,
- divers **bioclastes** de taille très variable (jusqu'à centimétrique),
- des **grains détritiques de mica** de forme allongée et majoritairement sub-horizontaux.

**Les pores ont très majoritairement des tailles comprises entre 10 et 50 nm**. Aux échelles supérieures, de micrométrique à centimétrique, la porosité est faible et est principalement observée au niveau :

- de **fissures**[17],
- de **veines de pyrite** (enchevêtrement aléatoire de cubes et de framboïdes),
- des **bioclastes**.

La nature stratifiée de la roche s'exprime par des **orientations privilégiées sub-horizontales** des **particules argileuses**, des **gros grains non argileux** de forme allongée, des **veines de pyrites** et des **fissures**.

La représentation formulée par [ERM 01] (Figure 9.18) correspond au schéma général de la microstructure de la roche.
La représentation que nous proposons en Figure 9.19 est similaire à la précédente mais elle situe les échelles méso et micro-scopiques investiguées, et intègre les hétérogénéités telles que la pyrite et les bioclastes.

[17] Nous ne pouvons déterminer si elles sont présentes *in situ* ou si elles sont la conséquence du déconfinement mécanique ou d'une dessiccation *post* prélèvement.

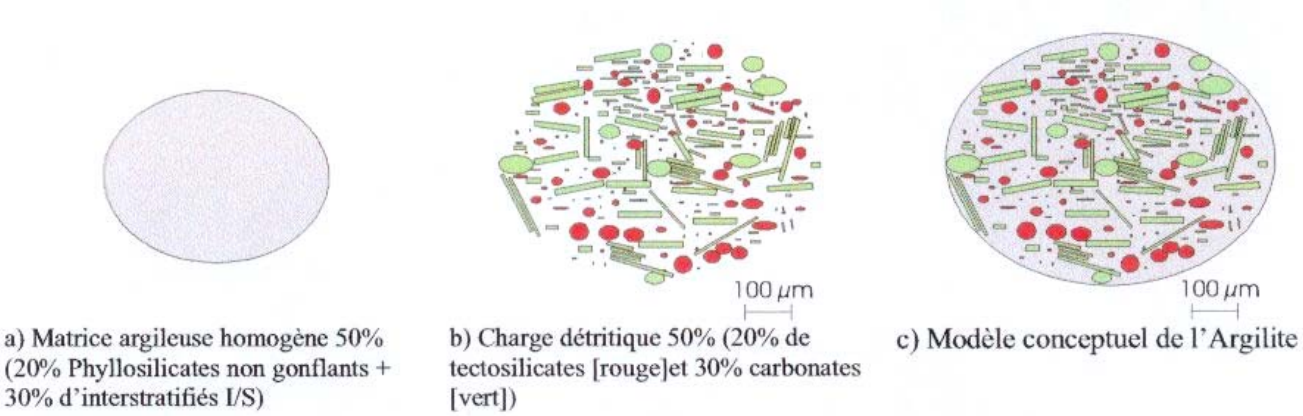



**Figure 9.18 – Représentation schématique de la roche [ERM 01].**

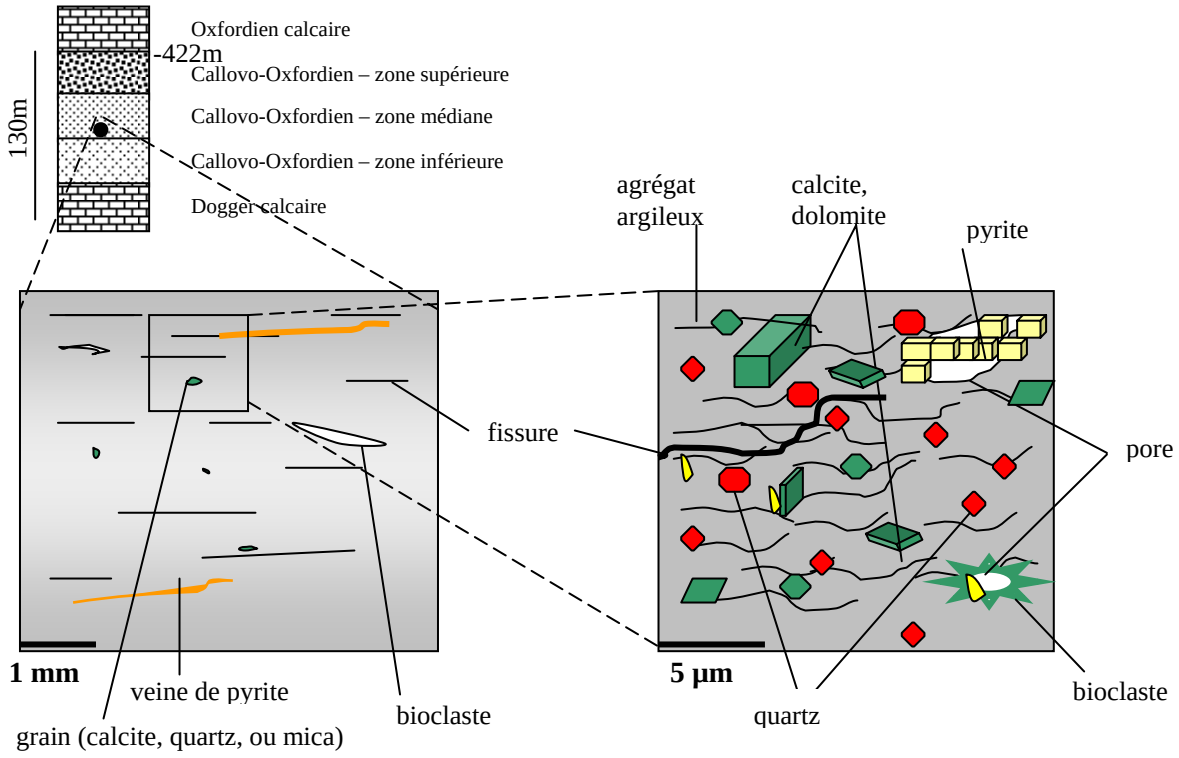



**Figure 9.19 – Représentation schématique de l'argilite à des échelles complémentaires.**

# Synthèse de la partie III

A Bure, l'argilite du Callovo-Oxfordien, qui s'étend sur une épaisseur de 130 mètres, comporte de **fortes dispersions minéralogiques et structurales selon la profondeur**. Dans la zone d'implantation du laboratoire expérimental (-450/-500 m), la roche est composée d'une **matrice argileuse (30 à 50% pondéraux) regroupant divers types d'argiles** (principalement illite et inter-stratifiés illite/smectite), **dans laquelle sont disposés principalement des grains de carbonates et de quartz**. Des variations dans la distribution verticale des argiles et des grains de quartz-carbonates sont mises en évidence et constituent des hétérogénéités macroscopiques. D'autres phases en faible quantité volumique sont visibles et concentrées principalement sous forme de grains de mica et de veines de pyrite. Des orientations privilégiées (sub-horizontales) aussi bien pour les agrégats argileux (de taille variant entre 0,1 et 10 µm) que pour les carbonates, micas et veines de pyrite sont observées, ce qui confère à la roche une **nature stratifiée** et des **anisotropies** possibles de ses propriétés. La Figure 9.19 fournit une représentation réaliste de l'organisation microstructurale des argilites, et ce à des échelles complémentaires de sub-micrométrique à décimétrique.

Les dispersions minéralogiques ont une forte influence sur certains paramètres physiques. Par exemple, il y a des corrélations très fortes entre teneur en eau $w_i$ à l'état de réception de la matière, argilosité et taux de quartz-carbonates. **Le terme générique d'argilite de Meuse/Haute-Marne n'est donc pas suffisant pour qualifier la roche** ; il convient ainsi d'effectuer des caractérisations minéralogiques systématiques sur toutes les éprouvettes d'essai afin de mettre en évidence d'éventuelles corrélations entre propriétés étudiées et minéralogie/microstructure.

La quantité d'eau, de l'ordre de 5 à 8% pondéraux, est directement corrélée au taux d'argiles, phases dotées de propriétés de rétention d'eau. Suivant sa localisation, l'eau peut être classée en une **eau liée** (dans les pores de taille inférieure à 20 nm) qui participe aux échanges fluide/matière, et une **eau libre,** active lors du transport en particulier dans les phases de désaturation/resaturation.

La porosité, de l'ordre de 14 à 16% en moyenne, est principalement de taille infra-micrométrique avec une **classe marquée entre 10 et 30 nm** (avec des fluctuations selon le taux d'argiles). De façon ponctuelle et minoritaire, des pores micrométriques ont pu être observés au niveau de certaines hétérogénéités microstructurales (bioclastes, sulfures …).

Les différentes techniques d'observations de la microstructure nous ont ainsi permis d'identifier les phases constitutives et leur mode d'organisation. Ceci permettra par la suite d'apprécier et de corréler les évolutions microstructurales aux sollicitations hydro-mécaniques imposées.

# Partie IV
## Effets d'une sollicitation hydrique sur les argilites

# Partie IV
# Effets d'une sollicitation hydrique sur les argilites

Cette *Partie* aborde **les transferts hydriques et leurs conséquences vis-à-vis des évolutions physiques et microstructurales induites sur la roche, en termes de variation pondérale, de déformation d'endommagement éventuel...** La sollicitation hydrique est imposée par échange de vapeur d'eau selon des paliers hydriques, sans sollicitations mécaniques extérieures.

Dans un premier temps, le *Chapitre 10* mentionne quelques faits établis sur les propriétés hydriques des argilites. Les travaux cités renseignent sur les propriétés hydriques macroscopiques classiques (courbes de rétention, déformations associées…) et sur des modifications microstructurales induites (gonflement/retrait localisé, endommagement).

L'ensemble de nos résultats expérimentaux et analyses relatifs aux effets des transferts hydriques sur l'argilite de Meuse/Haute-Marne sont rassemblés dans le *Chapitre 11*. La démarche est dictée par la volonté d'identifier expérimentalement les rôles de paramètres pouvant influer sur les caractéristiques du transfert hydrique à savoir **l'influence du chemin hydrique en désaturation** (mono-palier ou paliers successifs), **l'influence d'un cyclage hydrique** (désaturation/resaturation), **les influences de la position du litage et de la minéralogie** de la roche. Dans la mesure du possible, nous avons cherché à **corréler les évolutions pondérales aux évolutions des déformations appréhendées à différentes échelles et à la présence d'un éventuel endommagement**. La gamme des échelles considérées pour les évolutions microstructurales s'étend du micron à celle de l'éprouvette, soit décimétrique.
Par ailleurs, les domaines de saturation/désaturation de la roche ainsi que son état de succion dans l'état hydrique de réception au laboratoire, sont déterminés.

**Sommaire Partie IV**

*Chapitre 10 - Résultats existants sur le comportement hydrique des argilites ..... IV.3*

**10.1 - Paramètres physiques macroscopiques de transfert hydrique ..... IV.3**

**10.2 - Evolutions de la microstructure en fonction de l'environnement hydrique ..... IV.5**

*Chapitre 11 - Evolutions des paramètres physiques et microstructuraux lors des transferts hydriques ..... IV.8*

**11.1 - Effets des succions mono-palier ..... IV.14**
11.1.1 - Quantités d'eau en jeu dans les transferts ..... IV.15
11.1.2 - Déformations macroscopiques associées au transfert hydrique ..... IV.16
11.1.3 - Déformations locales et évolutions microstructurales selon l'état hydrique ..... IV.19
11.1.3.1 - Observations microstructurales ..... IV.19
11.1.3.2 - Déformations locales ..... IV.27
11.1.3.3 - Evolution des célérités ultrasonores ..... IV.40
11.1.3.4 - Suivi par émission acoustique ..... IV.41
11.1.4 - Domaines de saturation et succion initiale ..... IV.43
11.1.5 - Synthèse sur les effets des succions monotones ..... IV.45

**11.2 - Influence du chemin hydrique sur le transfert hydrique ..... IV.46**
11.2.1 - Effets de paliers successifs en phase de désaturation ..... IV.46
11.2.2 - Effets d'un cyclage hydrique ..... IV.50
11.2.2.1 - Masses et déformations macroscopiques ..... IV.51
11.2.2.2 - Courbes de retrait et masses volumiques ..... IV.54
11.2.2.3 - Evolution des célérités acoustiques ..... IV.55
11.2.3 - Conclusion sur l'influence du chemin hydrique ..... IV.56

**11.3 - Influence de la direction de prélèvement sur le séchage ..... IV.56**

**11.4 - Influence de la minéralogie sur le transfert hydrique ..... IV.58**

**11.5 - Volume poral affecté par le transfert hydrique ..... IV.60**

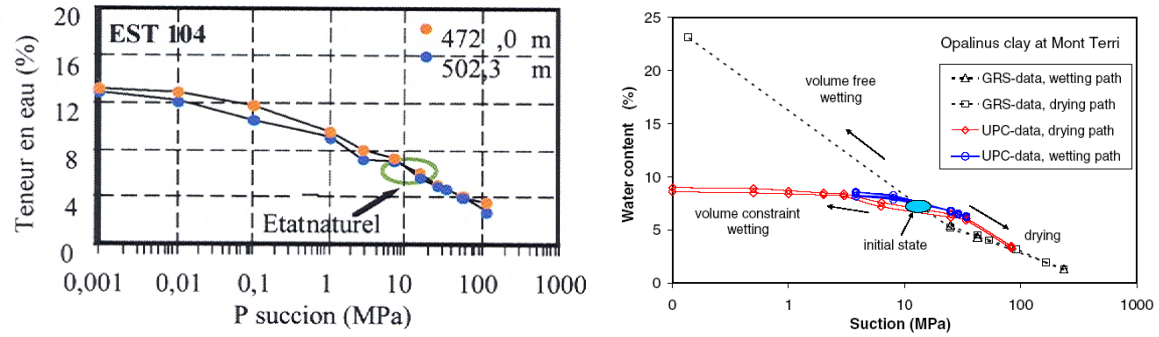
*Synthèse de la Partie IV ..... IV.63*

# Chapitre 10 - Résultats existants sur le comportement hydrique des argilites

Ce *Chapitre* a pour but de mentionner quelques résultats établis sur les argilites vis-à-vis de leur comportement au cours de transferts hydriques imposés par vapeur d'eau ou par immersion. Sont particulièrement mentionnés les travaux traitant des évolutions de la microstructure au cours ou suite à une sollicitation purement hydrique.

## 10.1 - Paramètres physiques macroscopiques de transfert hydrique

Pour l'argilite de Meuse/Haute-Marne, la courbe d'évolution de la teneur en eau en fonction du logarithme de la pression de succion (Figure 10.1-a), établie par Bauer-Plaindoux *et al.* [BAU 98], présente en première approximation, deux segments de droite. Une évolution similaire (Figure 10.1-b) est observée sur l'argile indurée du Mont-Terri [ZHA 07].
Ainsi, **le comportement des argilites vis-à-vis de l'eau (vapeur) est caractéristique des matériaux argileux** comme décrit par la Figure 1.5.




**(a) argilite de Meuse/Haute-Marne [BAU 98].** **(b) argile indurée du Mont-Terri [ZHA 07].**

**Figure 10.1 - Courbes caractéristiques du transfert hydrique sur l'argilite.**

Les mesures de volume qui permettent de déterminer l'indice des vides des courbes de rétention sont généralement effectuées par des méthodes destructives (volumètre au kérosène [GAS 02] ou volumètre au mercure [DAU 97]) et seulement en fin de chaque succion.
Pour pallier ces inconvénients et dans le but de suivre les variations de volume d'un même échantillon continûment lors d'un cyclage hydrique, les mesures en continu des déformations par jauges collées apparaissent satisfaisantes comme le montrent les travaux mis en œuvre au *LMS*, initialement sur l'argilite de Tournemire [VAL 01], puis lors des travaux de Pham [PHA 06].

Sur des argilites, des **cyclages hydriques** (un drainage initial classiquement jusqu'à des humidités de l'ordre de 10 à 35% RH, suivi d'une imbibition jusqu'à 98% RH) présentent systématiquement un **comportement hystérétique** entre la phase de drainage et d'imbibition. Sur l'argilite de Tournemire, à partir de la courbe de rétention, Daupley [DAU 97] a mis en évidence que les volumes spécifiques ou les indices des vides sont supérieurs en phase d'imbibition que lors de la phase précédente de drainage (Figure 10.2). L'auteur incrimine ces phénomènes d'hystérésis et d'irréversibilité respectivement à une imbibition préférentielle des pores les plus fins de la matrice et à une libération des contraintes mécaniques générées, se traduisant par un délitage et une ouverture de fissures (pré-existantes ou nouvelles).

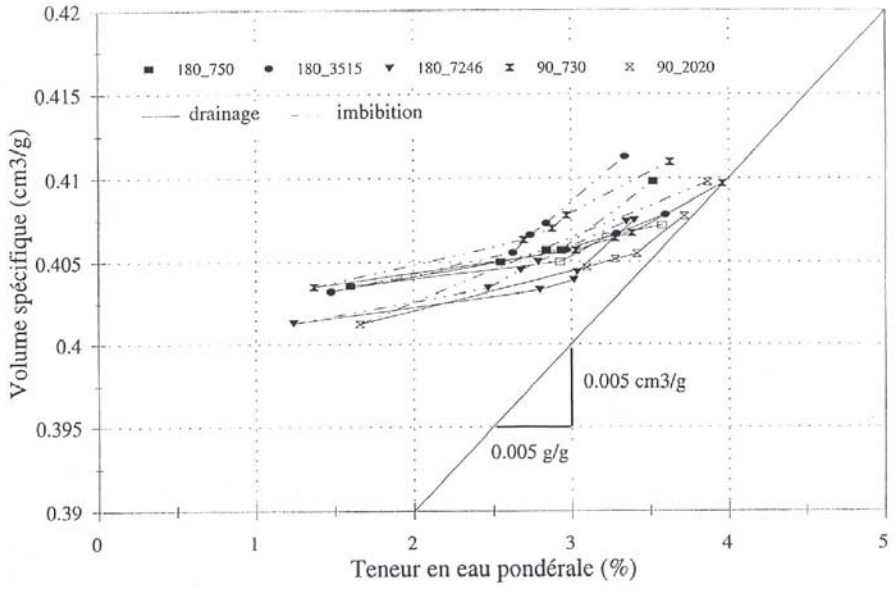
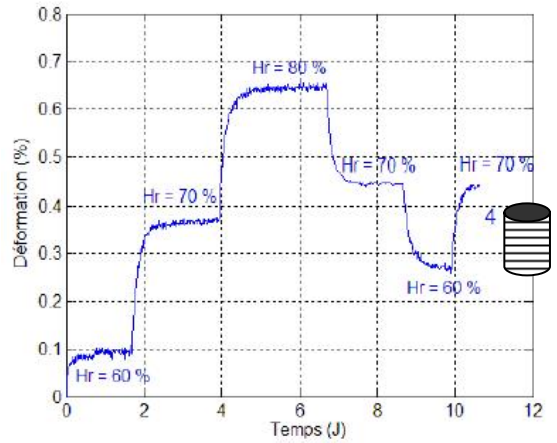
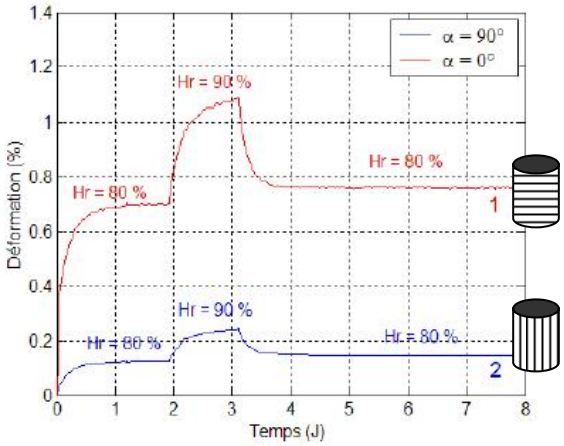



**Figure 10.2 - Courbes de volume spécifique - teneur en eau obtenues par Daupley [DAU 97] sur l'argilite de Tournemire.**

Un phénomène similaire a été aussi observé sur l'argilite de Meuse/Haute-Marne par Wakim [WAK 05] qui a réalisé différents paliers hydriques successifs sur des éprouvettes cylindriques non soumises à des contraintes mécaniques extérieures (Figure 10.3). Une irréversibilité des déformations est visible en comparant les valeurs sur les deux paliers correspondant à l'humidité relative de 70% RH ou sur ceux correspondant à 60% RH (Figure 10.3-a). De plus, une anisotropie des déformations est mise en évidence sur la Figure 10.3-b avec des essais réalisés sur des éprouvettes dont la position des strates par rapport à l'axe de l'éprouvette cylindrique diffère. Le gonflement ou le retrait s'effectue de façon privilégiée selon la direction normale aux strates. Le rapport d'anisotropie est identique pour les différents paliers hydriques effectués et est de l'ordre de 4.




**(a) déformations axiales dans la configuration $\theta = 90°$.**




**(b) déformations axiales dans les configurations $\theta = 90°$ (courbe 1) et $\theta = 0°$ (courbe 2).**

**Figure 10.3 - Déformations axiales mesurées lors de paliers hydriques imposés [WAK 05].**

**Par ailleurs, Wakim a estimé que l'humidité de l'atmosphère d'équilibre avec l'état hydrique de réception de la roche au laboratoire est de 47,5% RH. La roche provient de la carotte *EST 205 5664* (profondeur -482 mètres) et contient 46% massique d'argiles (9% de mica/illite, 33% d'inter-stratifiés I/S, 1,5% de kaolinite et 2% de chlorite), 25% de quartz, 22% de calcite et 4% de dolomite. Sa teneur en eau à l'état de réception est de 8,2% massique.**

Toutefois, l'influence de tels cycles hydriques sur l'argilite de Meuse/Haute-Marne ne semble pas tranchée : certains auteurs indiquent que "*les cycles hydriques ne provoquent pas de transformations irréversibles sur le matériau*" [GAS 02] alors que d'autres auteurs observent un comportement irréversible [PHA 06]. Nous reviendrons plus en détails sur le caractère irréversible dans le paragraphe suivant qui traite des évolutions microstructurales associées au transfert hydrique.

L'effet d'échelle sur les caractéristiques du gonflement a été étudié par Wakim [WAK 05] sur les argilites anisotropes de Lorraine[1] et de Tournemire. L'auteur a ainsi mis en évidence que lors d'essais de gonflement libre, le gonflement/retrait est indépendant des dimensions de l'éprouvette ; seules les cinétiques de transfert sont affectées par les dimensions de l'éprouvette.

**Les paramètres physiques traduisant la quantité d'eau dans la roche sont sensibles à la composition minéralogique, cette quantité d'eau augmentant avec l'argilosité** [BAU 98] [CHI 00] [MON 02] [GAS 02]. Bauer-Plaindoux *et al.* [BAU 98] qui ont étudié à la fois les propriétés de gonflement et l'influence de l'état hydrique sur les propriétés mécaniques sur deux roches argileuses (argilite de Meuse/Haute-Marne et une siltite du Gard[2]), concluent qu'il est **nécessaire de comprendre l'organisation des phases (en particulier argile et calcite) et leurs interfaces afin d'appréhender les comportements vis-à-vis de l'eau, ainsi que les impacts des transferts hydriques sur les réponses mécaniques.**

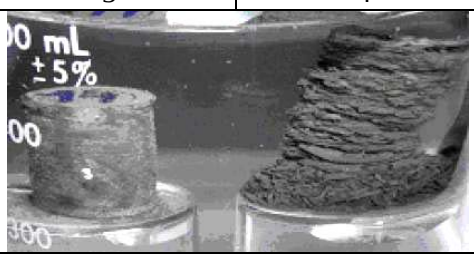
Les résultats précédents concernent le transfert hydrique sans sollicitation mécanique extérieure superposée. Un certain nombre d'auteurs se sont aussi intéressés à l'influence que pouvait avoir l'application d'une contrainte mécanique externe (uniaxiale ou confinement) sur les propriétés du transfert. Se superposent alors aux mécanismes de retrait/gonflement, des phénomènes de comportement différé de type fluage. L'application d'une contrainte uniaxiale faible (de l'ordre de 1 MPa) a pour effet de réduire le gonflement selon la direction du chargement [WAK 05]. Gasc-Barbier [GAS 02] a montré que l'influence d'un confinement (0,5 - 5 et 15 MPa) sur les déformations *hydriques* est peu perceptible pour les succions élevées lors du retrait, alors que, au contraire pour les faibles succions, le confinement limite fortement les déformations de gonflement.

## 10.2 - Evolutions de la microstructure en fonction de l'environnement hydrique

Immergées dans de l'eau distillée, deux éprouvettes d'argilite de Meuse/Haute-Marne, de minéralogie très différente (en termes de taux de carbonates et d'argiles), présentent des comportements totalement différents (Tableau 10.1) [FRE 02]. **L'échantillon fortement carbonaté ne se disperse pas dans l'eau alors que l'échantillon riche en inter-stratifiés illite/smectite se délite complètement** selon les plans de stratification, après quelques minutes de mise en contact avec l'eau.
Bergues *et al.* [BERG 99], Chiarelli [CHI 00] et Gasc-Barbier [GAS 02] sur le matériau de Bure et Schmitt [SCH 93] pour Tournemire ont aussi observé en immersion un phénomène similaire, dépendant de la proportion et des types d'argiles.

[1] L'argilite de Lorraine est composée de 70% d'argiles (dont 40-55% d'illite, 20-45% de chlorite et 5-35% de kaolinite) et 30% de quartz et de feldspath. La teneur en eau est de 1,2 % pondéral et la porosité de 4,5%.
[2] La siltite du Gard est une roche argileuse composée de 40% d'argiles (dont 85-90% de smectites, 10% de kaolinite et <4% d'illites), 30-50% de quartz et 10-20% de carbonates ; la teneur en eau massique est de 3 à 5% et la porosité de 8 à 10% volumique [BAU 98].

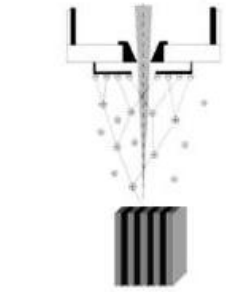
**Tableau 10.1 - Comportement de deux éprouvettes de minéralogie différente, immergées dans de l'eau pure [FRE 02].**

| référence cellule | | *EST 205* 5114 | *EST 205* 5664 |
|---|---|---|---|
| profondeur | m | -445 | -482 |
| teneur en eau $w_i$ | % | 3,1 | 8,2 |
| illite | % | 7 | 9 |
| inter-stratifiés I/S | % | 13 | 31 |
| quartz | % | 30 | 25 |
| calcite | % | 51 | 22 |
| dolomite | % | 3 | 4 |
| immersion dans de l'eau pure après 20 mn | |  | |

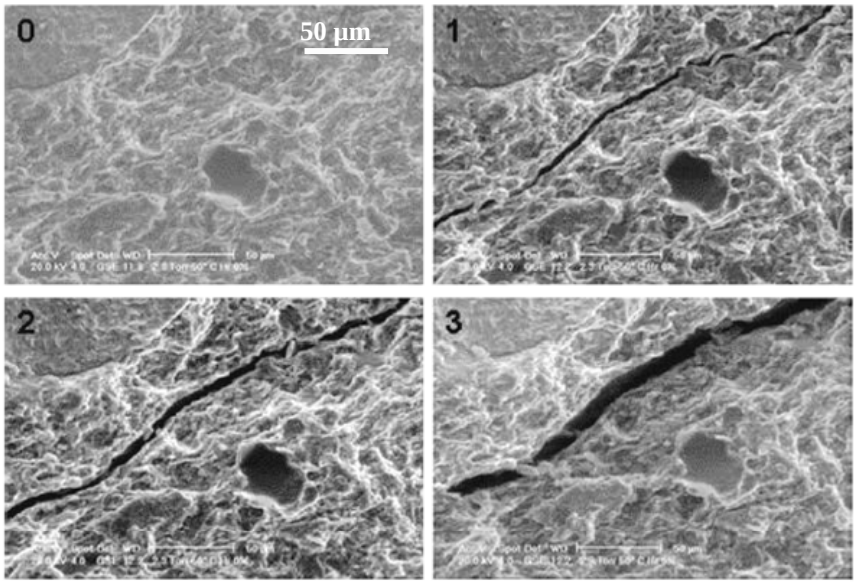
Sur l'argilite de Meuse/Haute-Marne, Montes-Hernandez [MON 02] a cherché à observer l'effet du cyclage hydrique sur les évolutions microstructurales en fonction de l'anisotropie. Pour cela, il a utilisé un microscope électronique à balayage de type environnemental dans la chambre duquel des cycles hydriques sont successivement réalisés. Les échantillons sont de petite taille (4×4×2 $mm^3$) et les observations sont menées sur des faces parallèles au litage et sur des faces perpendiculaires au litage. Un cycle correspond aux trois phases suivantes : une hygrométrie de 2,5% RH, une condensation de l'eau sur l'échantillon et de nouveau une hygrométrie de 2,5% RH. Trois cycles identiques et successifs sont ainsi réalisés. Pour obtenir de telles hygrométries, les pressions et les températures sont ajustées ; la nécessité de faire varier la température de l'échantillon entre 8 et 50°C, présente les inconvénients d'une dilation thermique et d'une éventuelle micro-fissuration.
Ainsi, Montes-Hernandez observe que la sensibilité à l'eau dépend fortement de la proportion d'argiles et du type d'argiles présentes. Quatre mécanismes sont identifiés : la **fissuration** (micro et macro), l'**agrégation/désagrégation de particules fines**, le **gonflement de certaines phases argileuses** et l'**ouverture/fermeture des pores et fissures**.
Au cours des cycles de condensation/évaporation de l'eau, la fissuration présente un caractère apparent réversible ou irréversible selon la nature des phases prédominantes : la présence en quantité importante d'argiles gonflantes (smectites) favorise le comportement réversible d'ouverture/fermeture des fissures et des pores ; au contraire, la présence d'argiles non gonflantes (kaolinite, illite) ou/et de grains non argileux de grande dimension favorise seulement la fissuration qui se propage en fonction des cycles hydriques subis.
A l'état humide, le **gonflement des smectites semble s'effectuer de manière privilégiée dans la direction perpendiculaire à la stratification, et est au contraire bloqué dans les plans de litage** (Figure 10.4 dans le cas d'un échantillon d'argilosité de l'ordre de 55%).

Lors de mise en atmosphère hydriquement quasi-saturée (98% RH), plusieurs auteurs [BERG 99][CHI 00] ont observé de la fissuration apparaissant dans des plans parallèles à la stratification. Cette fissuration se manifeste particulièrement pour les échantillons provenant des profondeurs contenant le maximum de smectite.

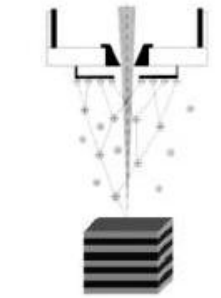
Finalement, aussi bien pour **l'immersion que pour les fortes humidités (transfert par vapeur), le comportement des argilites vis-à-vis de l'eau apparaît très dépendant de la microstructure de la roche à travers sa minéralogie et ses anisotropies structurales. Les échantillons contenant des smectites en forte quantité se fissurent, les fissures se localisant dans des plans parallèles à la stratification.**



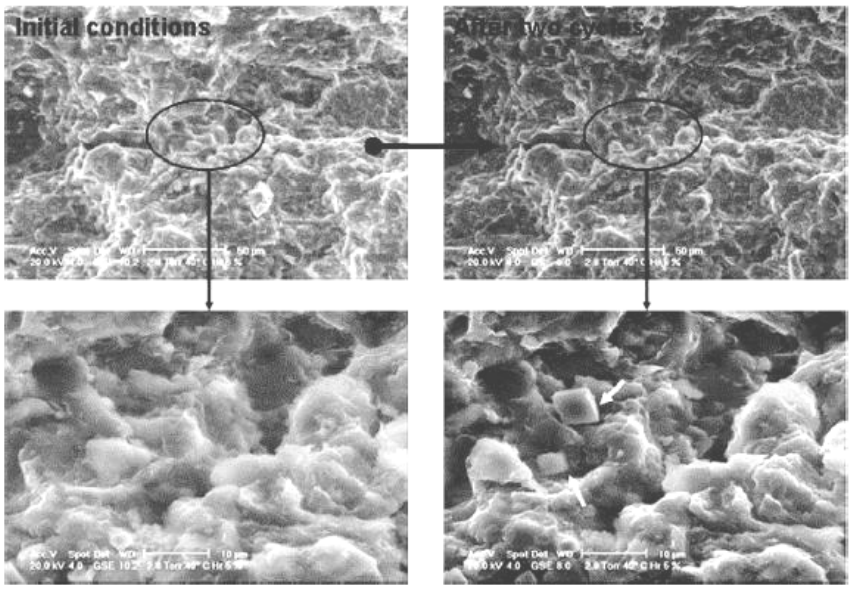
Side-perpendicular to the lithology




**(a)** **face perpendiculaire au litage. (les numéros indiquent le cycle hydrique)**



Side-parallel to the lithology




**(b)** **face parallèle au litage.**

**échantillon** ***EST 104*** **; -466 mètres**

**argiles** **55%**

**dont 40% d'illite, 12% d'inter-stratifiés I/S, 35% de kaolinite et 13% de chlorite**

**carbonates** **16%**

**quartz** **21%**

**autres** **8%**

**Figure 10.4 - Observations au *MEB Environnemental* des évolutions de la microstructure des argilites de Meuse/Haute-Marne après des cycles de condensation/évaporation d'eau [MON 02].**

# Chapitre 11 - Evolutions des paramètres physiques et microstructuraux lors des transferts hydriques

Les effets des transferts hydriques sont analysés en termes des **évolutions de la masse, des déformations induites et d'éventuelles modifications microstructurales**. Sont considérés d'une part l'histoire hydrique imposée au cours des essais, et d'autre part des paramètres de la roche et des éprouvettes comme la position des strates et la minéralogie.
Le transfert hydrique n'a volontairement pas été abordé sur la totalité de la plage d'humidité entre 0 et 100% RH. Tout d'abord, la gamme d'humidité en galeries se situe entre 40 et 100% RH d'après les données du site de Tournemire[3] (*cf.* Figure 0.1). De plus, afin de mettre en œuvre les techniques de suivi énoncées précédemment, les succions doivent être menées dans un environnement où les surfaces des éprouvettes sont d'accès facile pour qu'elles puissent être instrumentées (collages des jauges et des capteurs acoustiques, acquisition des images …). Ceci nous a amené à conduire des succions par échange de vapeur d'eau ; la méthode des solutions salines, simple de mise en œuvre, nous a paru la plus appropriée malgré sa limitation à des hygrométries maximales de 98% RH. Enfin, les transferts hydriques ont aussi été menés dans l'optique d'imposer des teneurs en eau à des échantillons dont la caractérisation mécanique multi-échelles fait l'objet de la *Partie V* : ceci a pour conséquence de dicter la géométrie des éprouvettes de façon à satisfaire les exigences de la Mécanique comme présenté au *Chapitre 7*.

***isothermes et instrumentations***

Des isothermes instrumentés de sorption sont réalisés par mise en contact avec des atmosphères à hygrométrie imposée par la méthode des solutions salines (le mode opératoire est décrit au *§ 5.2*).
Nous rappelons que les éprouvettes sont exemptes de chargement mécanique extérieur, se déformant donc librement sous l'effet de l'humidité. Par contre, tout comme des sollicitations thermiques (éprouvette dans un four à température imposée par exemple), la sollicitation hydrique n'est pas, du moins en début de succion, homogène en tout point de l'éprouvette. En effet, il existe un gradient entre le cœur et les surfaces extérieures de l'éprouvette, qui engendre des contraintes mécaniques internes.
**Les éprouvettes sont des cylindres de diamètre 36 mm et de longueur 72 mm, dont l'axe est orienté perpendiculairement à la stratification** ($\theta = 90°$ selon la Figure 7.1-c) sauf dans le cas où l'influence de la position des strates vis-à-vis du transfert hydrique est analysée ($\theta = 0, 45$ et $90°$). La géométrie et les dimensions des éprouvettes sont dictées par les conditions d'essai mécanique et par la technique d'extensométrie optique (méplat) (*Partie V*).
Même si les contraintes de reprise du confinement par les cellules de conditionnement *T1* de l'ANDRA (*cf. § 8.3.2*) sont faibles, nous ôtons leur protection mécanique, 24 heures avant l'essai tout en maintenant la protection hydrique afin d'éviter les échanges entre l'air ambiant et la roche. Ceci a pour but de laisser s'opérer un éventuel déconfinement de façon à ce que les déformations ou fissurations enregistrées lors des isothermes soient les conséquences attribuables aux échanges hydriques imposés.
Une fois usinées, les éprouvettes sont disposées dans les bancs de succion et sont instrumentées en suivi de masse, de déformations et éventuellement d'émission acoustique. Le transfert hydrique entre la roche et l'atmosphère à humidité contrôlée est jugé achevé lorsque les paramètres mesurés (masse et déformations) sont stabilisés.
Pour l'ensemble des essais présentés, l'origine des temps est prise au 1er janvier 2003 et nous choisissons de ne pas effectuer un recalage des temps en début de chaque essai afin de pouvoir éventuellement faire des corrélations avec des événements extérieurs aux essais (coupures électriques ou de chauffage, température extérieure, intrusion dans la salle de manipulation…).
Les déformations sont abordées à différentes échelles en couvrant les échelles globale macroscopique (jauges et extensométrie optique), mésoscopique (extensométrie optique) et microscopique (extensométrie optique).

[3] Au début de ce travail, nous ne disposions pas de données sur le site de Bure qui n'était pas achevé alors.

***niveaux de succion et chemins hydriques***

Différents chemins hydriques sont possibles pour atteindre un niveau donné de succion. Ainsi, nous nous intéressons à deux types d'histoires hydriques schématisées par la Figure 11.1 :

- des succions directes depuis l'état hydrique initial (ini→98% RH, ini→76% RH, ini→44% RH, ini→32% RH). Ces succions sont désignées aussi par **désaturations mono-palier ou monotones**.
- des paliers hydriques successifs dans les phases de désaturation puis de resaturation (ini→98 → 90 → 76 → 66 → 44 → 32 → 44 → 66 → 76 → 98% RH). Nous emploierons alors le terme de **cyclage hydrique en désaturation/resaturation** par succions successives.

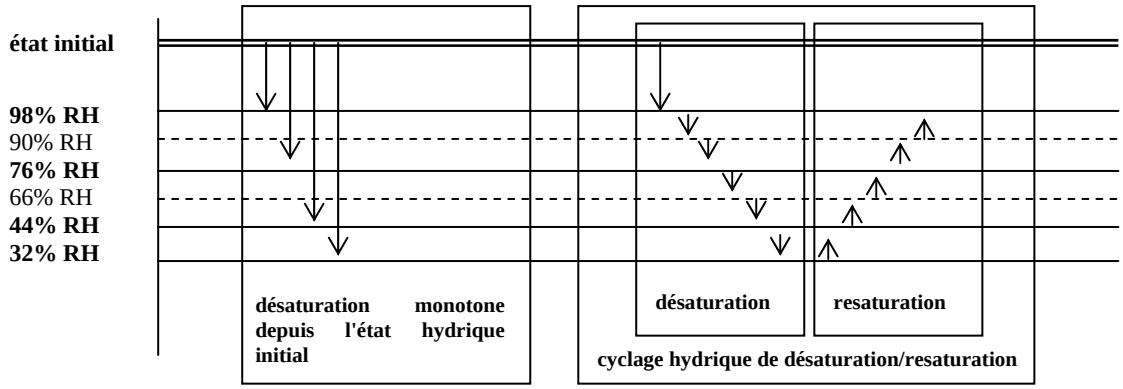



**Figure 11.1 - Différents chemins hydriques de désaturation/resaturation.**

D'une façon générale, les indices *i* et *s* associés aux grandeurs telles que la teneur en eau, la masse, la déformation ou la célérité, se rapportent respectivement aux états initial et postérieur à la succion *s*, l'état *i* pouvant être aussi qualifié de référence[4]. Par la suite, par abus de langage, nous désignons les succions par leurs niveaux d'hygrométrie plutôt que par leurs niveaux de pression.

***facteurs analysés***

De par le grand nombre d'essais menés, nous n'avons pas pu réaliser toutes les éprouvettes à partir d'une même cellule *T1*, mais cependant, afin de minimiser la dispersion liée à la minéralogie, les éprouvettes sont sélectionnées par cellule[5] pour isoler l'influence de chacun des paramètres suivants (*cf.* Figure 11.3) :

- influence de la désaturation mono-palier ($\theta = 90°$) (cellule *B*),
- influence du chemin hydrique ($\theta = 90°$) (cellules *A*, *B* et *D*),
- influence de la position des strates ($\theta = 0, 45$ et $90°$) (cellule *F*),
- influence de la minéralogie ($\theta = 90°$) (cellules *A*, *B*, *D* et *F*).

Cette précaution a pour but de limiter autant que faire se peut l'influence minéralogique dans les dispersions éventuelles des résultats de succions hydriques et des essais mécaniques ultérieurs. Il convient de ne pas extrapoler à toutes les couches du site le comportement identifié à une profondeur et à une minéralogie données.

Les temps de transfert sont mentionnés dans le but de détecter les temps d'équilibre hydrique ; ils ne sont utilisés en terme de vitesse de transfert ou de perméabilité comme d'autres auteurs (Pham [PHA 06] par exemple) l'analysent sur cette roche. Ces temps d'équilibre ne sont pas intrinsèques à la roche mais dépendent directement de la géométrie de l'éprouvette ainsi que de l'état hydrique initial avant succion.

[4] Nous n'employons pas le terme d'état *naturel* qui sous-entendrait que la roche n'ait subi aucune modification depuis son prélèvement sur site jusqu'à l'ouverture des cellules au laboratoire, histoire qui nous est *a priori* inconnue.

[5] Nous faisons l'hypothèse que les propriétés minéralogiques sont constantes au sein d'une même cellule.

***mesure des déformations***

Les déformations sont mesurées au moyen :

- soit de **jauges collées** sur les surfaces de l'éprouvette. Les jauges sont placées par rapport à la position des strates selon la Figure 7.3. Hormis l'analyse de l'influence de la stratification sur le transfert hydrique (*§ 11.3*), les éprouvettes ont leur axe perpendiculaire à la stratification (soit $\theta = 90°$). Les jauges orthoradiales sont ainsi collées sans repérage spécifique de la position des strates.
- soit par **extensométrie optique** par corrélation d'images acquises par moyens optiques sur les méplats polis, avant et après la succion. Les déformations sont alors calculées sur des zones d'intérêt choisies (globales ou plus ou moins locales) à l'aide du logiciel *CorrelManuV* développé par M.Bornert [BOR 03]. Deux échelles d'observation sont mises en œuvre (Figure 11.2) :
  - **l'échelle mésoscopique** : les champs optiques investigués sont de l'ordre de 15×15 $mm^2$ avec une résolution inférieure à la dizaine de microns. L'intégralité de la hauteur de l'éprouvette est ainsi observée par quatre champs contigus.
  - **l'échelle microscopique** : cette échelle permet de s'intéresser à des détails de la microstructure avec une résolution de l'ordre de 0,7 µm pour des champs de taille 1,5×1,5 $mm^2$.

  Comme mentionné au *§ 6.1*, sur un même champ optique, deux images sont acquises avec un éclairage normal (qui révèle la microstructure) et avec un éclairage latéral (qui étale les niveaux de gris et ajoute du contraste spatial à une échelle plus locale, ce qui permet de réaliser l'appariement pour la corrélation). A partir des images en éclairage latéral, des corrélations entre images *non déformée* (avant succion) et *déformée* (après succion) de mêmes zones sont menées afin de déterminer les champs de déformation. L'extensométrie optique est désignée par **Méso DIC** à l'échelle mésoscopique et par **Micro DIC** à l'échelle microscopique.

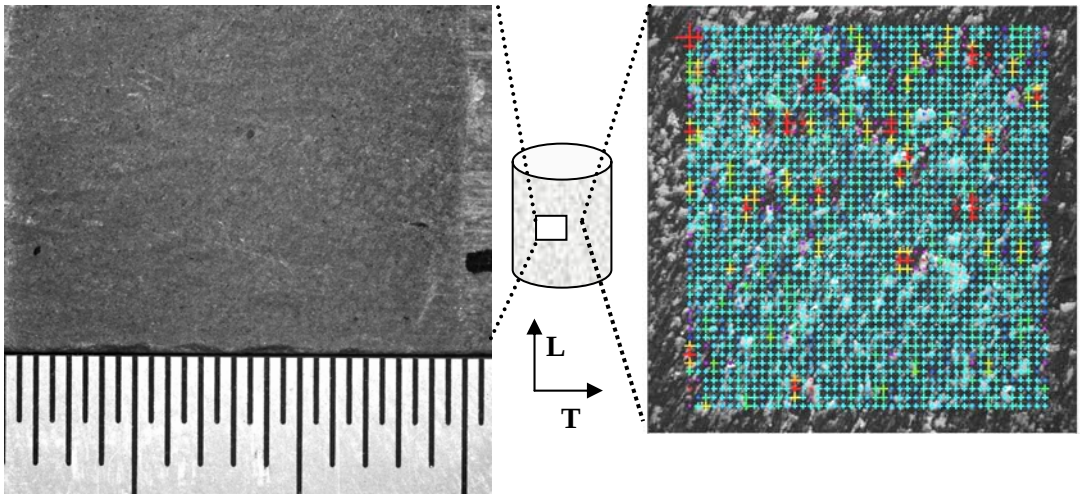



**image = 2048×2048 pixels**
**champ = 15×15 $mm^2$**
**1pixel = 8,8 µm réel**
**1 domaine de corrélation = 30×30 $pixel^2$ ou 265×265 $µm^2$**
**base de calcul des déformations = 60×60 $pixel^2$**
**ou 530×530 $µm^2$**

**(a) échelle Méso DIC.**

**image = 2048×2048 pixels**
**champ = 1,5×1,5 $mm^2$**
**1pixel = 0,75 µm réel**
**1 domaine de corrélation = 30×30 $pixel^2$ ou 22×22 $µm^2$**
**base de calcul des déformations = 60×60 $pixel^2$**
**ou 44×44 $µm^2$**

**(b) échelle Micro DIC.**

**Figure 11.2 – Images utilisées en extensométrie optique pour le calcul des déformations *hydriques*.**

Rappelons que nous avons défini le repère (*T*,*L*) par rapport à la géométrie de l'éprouvette (*cf.* Figure 7.3-a) et donc que pour la configuration $\theta = 90°$, pour l'ensemble des images présentées dans ce *Chapitre*, nous avons :

- l'axe *T* qui correspond aux *horizontales* de l'éprouvette et du site. *T* est parallèle aux plans des strates.
- l'axe *L* qui correspond aux *verticales* de l'éprouvette et du site. *L* est normal aux plans des strates.

**Les déformations sont comptées positivement dans le cas d'une expansion et négativement dans le cas d'une contraction.**

Les déformations volumiques des éprouvettes de forme cylindrique sont données par les Equations 7.10 (cas $\theta = 90°$) et 7.11 (angle $\theta$ autre). Cette estimation ne peut se faire qu'en supposant les déformations axisymétriques, ce qui est vrai globalement et est une hypothèse pour les mesures locales, hypothèse satisfaite si la zone considérée est représentative.

***calcul de la teneur en eau en fin d'un palier de succion***

Concernant les évolutions de masse au cours des paliers de succion menés depuis l'état initial *i*, nous adoptons la notation suivante à partir des masses mesurées avant ($M_i$) et après ($M_s$) la succion *s* imposée :

**Équation 11.1** $$\Delta M_{i\to s} = \frac{M_s - M_i}{M_i}$$

Nous exprimons par la suite $\Delta M_{i\to s}$ (exprimé en pourcentage) référencé par rapport à la masse $M_i$ à l'état initial (également dans les cas des paliers successifs lors du cyclage de désaturation/resaturation). La grandeur $\Delta M_{i\to s}$ étant signée, le signe positif (respectivement négatif) traduit un gain (resp. une perte) de masse.
La teneur en eau $w_s$ en fin de la succion *s* ne pouvant être déterminée par la méthode destructive classique du passage à l'étuve (de par des paliers successifs et l'utilisation des éprouvettes pour la caractérisation mécanique), $w_s$ est estimée à partir de la teneur en eau initiale $w_i$ (déterminée sur un débris proche de l'éprouvette) et des variations de masse $\Delta M_{i\to s}$.
Pour une éprouvette, nous pouvons estimer les teneurs en eau selon les relations suivantes :

- à l'état hydrique initial *i* :

**Équation 11.2** $$w_i = \frac{M_i - M_d}{M_d} = \frac{(M_d + M_{eau\,i}) - M_d}{M_d}$$

- à l'état hydrique après la succion *s* :

**Équation 11.3** $$w_s = \frac{M_s - M_d}{M_d} = \frac{(M_d + M_{eaui} + \Delta M_{i\to s} \times M_i) - M_d}{M_d} = w_i + \frac{\Delta M_{i\to s} \times M_i}{M_d} = w_i + \frac{\Delta M_{i\to s} \times M_i}{\rho_d' \times V_d}$$

avec
| | | |
|---|---|---|
| $M_i$ et $M_s$ | les masses de l'éprouvette à l'état initial *i* et après la succion *s*, |
| $M_d$ | la masse de l'éprouvette à l'état sec (après passage à l'étuve), |
| $M_{eau\,i}$ | la masse d'eau présente dans l'éprouvette à l'état *i*, |
| $\rho_d'$ | la masse volumique apparente à l'état sec, |
| $V_d$ | le volume de l'éprouvette à l'état sec. |

La masse volumique $\rho_d'$ est déterminée à la fois sur une éprouvette cylindrique après passage à l'étuve, et sur un débris proche préalablement séché à l'étuve, par porosimétrie au mercure au niveau de pression de mercure le plus faible (*i.e.* sans pénétration de mercure dans les pores de la roche).
Le volume $V_d$ d'une éprouvette à l'état sec n'est accessible que par un passage à l'étuve, ce qui est exclu dans notre cas car les éprouvettes sont utilisées par la suite pour la caractérisation mécanique dans leur

état hydrique de succion. Pour estimer $V_d$, nous utilisons la mesure du volume $V_i$ de l'éprouvette à l'état initial (déterminée par mesure géométrique au pied à coulisse) et les déformations volumiques $\varepsilon_{volumique}$ mesurées sur une éprouvette de test entre son état initial et son passage à l'étuve ; le volume $V_d$ est alors donné par $V_d = V_i \times (1 + \varepsilon_{volumique})$. Par exemple, dans le cas de la cellule *B*, ces déformations volumiques étant de l'ordre de -0,80%, le volume $V_d$ est ainsi estimé selon : $V_d = V_i \times 0{,}992$

***domaines de saturation***

La détermination des domaines de saturation peut se faire grâce à la courbe de retrait (dont la courbe théorique dans le cas des sols est présentée en Figure 1.5) qui décrit les relations entre teneur en eau pondérale et volume de l'éprouvette. Ce dernier est souvent exprimé par le volume spécifique c'est-à-dire le volume de l'éprouvette rapporté à sa masse sèche.
Une fois l'équilibre atteint en fin de palier, pour ne pas perturber l'état hydrique de l'éprouvette utilisée ultérieurement, nous estimons le volume en fin de succion à partir du volume initial corrigé des déformations volumiques obtenues par les jauges. La masse sèche est déterminée à partir de la masse de l'éprouvette dans son état hydrique initial, à laquelle nous ôtons la masse d'eau quantifiée par la teneur en eau $w_i$.

Si la courbe de retrait de l'argilite s'apparente à celle des sols, il est alors possible de déterminer les domaines saturé et non saturé ainsi que la limite de retrait. Cependant, comme évoqué au *Chapitre 1*, la définition même de la saturation pour ce type de roche comporte des ambiguités : la saturation en milieu confiné *in situ* à l'échelle du massif peut ne pas être la même que celle d'une éprouvette de taille décimétrique libre de toute contrainte mécanique externe, comme dans nos bancs de succion au laboratoire.

***estimation de la succion de l'état hydrique initial***

Les différentes instrumentations associées aux succions permettent d'estimer une hygrométrie ou succion en équilibre avec l'état hydrique initial (c'est-à-dire de réception de la matière au laboratoire). Chaque cellule a *a priori* des états hydriques initiaux différents car l'histoire de chaque cellule est indépendante.
La succion initiale doit se comprendre comme la succion pour laquelle la roche dans son état hydrique initial et dans les conditions des isothermes réalisés, serait en équilibre hydrique c'est-à-dire sans échange de masse avec l'atmosphère environnante.

Pour estimer cette succion initiale, nous cherchons à retrouver sur les courbes d'évolution des paramètres physiques, les valeurs de ces paramètres lors de l'ouverture des cellules. Ainsi, selon le paramètre considéré, nous définissons plusieurs critères :

- *critère* $\alpha$ sur les masses : l'intersection de la courbe $\Delta M_{i \to s} = \Delta M_{i \to s}(H \text{ ou } s)$ [6]avec l'axe des ordonnées, soit une variation de masse nulle,
- *critère* $\beta$ sur les déformations : l'intersection de la courbe $\varepsilon_{L,\ T \text{ ou } volumique} = \varepsilon(H \text{ ou } s)$ avec l'axe des ordonnées, soit des déformations nulles,
- *critère* $\gamma$ sur les célérités : l'intersection entre la célérité $V_{Pi}$ à l'état initial et la courbe des célérités en fonction de l'état hydrique $V_{Ps} = V_{Ps}(H \text{ ou } s)$.

***caractéristiques des éprouvettes***

Globalement, une trentaine d'éprouvettes ont été suivies en succion instrumentée selon les conditions synthétisées par la Figure 11.3. Pour l'ensemble des cellules, les paramètres physiques principaux de la roche à l'état hydrique initial (déterminés lors de l'ouverture des cellules) sont rappelés dans le Tableau 11.1.

[6] Rappelons que nous désignons par *H* l'humidité relative et par *s* la succion (*cf. Chapitre 3*).

**Tableau 11.1 – Données physiques des cellules à l'état hydrique de réception au laboratoire.**

| référence cellule *T1* | profondeur m | $\rho_i$ kg/m$^3$ | $\rho_{grains\ solides}$ kg/m$^3$ | $w_i$ % | $V_{Pi}$ m/s | argiles [GAU 04] % | quartz + feldspath [GAU 04] % | carbonates % | porosité totale $n$ % | porosité connectée $n_{Hg\ sec}$ % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *A* (Est5659) | 481,10 /481,42 | 2 418 ± 21 | 2 620 | 6,32 ± 0,13 | 2 860 ± 100 | 49 | 27 | 26,8 ± 1 | 13,2 | 14,5 |
| *B* (Est5655) | 480,37 /480,69 | 2 403 ± 50 | 2 654 | 6,60 ± 0,21 | 2 800 ± 25 | 45 | 27 | 26,6 ± 0,8 | 15 | 15,8 |
| *D* (Est5534) | 451,00 /451,32 | 2 400 ± 45 | 2 660 | 4,98 ± 0,10 | 3 200 ± 40 | 33 | 29 | 31 ± 2<br>35 * | 14,1 | 14,4 |
| *F* (Est5604) | 468,53 /468,82 | 2 415 ± 30 | 2 679 | 5,28 ± 0,15 | 2 940 ± 30 | 42 | 29 | 28,3 ± 2<br>26 * | 14,4 | 14,4 |

**Les colonnes mentionnent respectivement : la référence que nous avons affectée à la cellule *T1* pour des commodités de désignation (détails au *§ 3.1* et Tableau 8.2), la profondeur depuis la surface, les masses volumiques $\rho_i$ (à l'état hydrique *i* de réception) et $\rho_{grains\ solides}$ des grains solides (pycnomètre), la teneur en eau $w_i$, la célérité ultrasonore $V_{Pi}$ en mode *P* (dans la direction perpendiculaire à la stratification), les taux pondéraux des phases minérales principales (issus de la littérature et mesuré au calcimètre Bernard pour les taux de carbonates), les indices des vides *n* (porosité totale, calculée à partir de la teneur en eau et des masses volumiques) et $n_{Hg\ sec}$ (porosité connectée mesurée par intrusion de mercure sur débris secs). Les valeurs de $\rho_i$, $w_i$, $V_{Pi}$ et du taux de carbonates sont des moyennes effectuées sur cinq éprouvettes pour chaque cellule *T1*. Les écarts-types sont alors mentionnés.**

| | axe des éprouvettes perpendiculaire aux strates $\theta = 90°$ | | | $\theta = 0, 45$ et $90°$ |
|---|---|---|---|---|
| | **désaturation** | | **cyclage hydrique** (paliers) | **désaturation monotone** |
| | **monotone** | **paliers successifs** | | |
| cellule | *A*, *B*, *D*, *F* | *A*, *B*, D | *A*, *D* | *F* |
| nombre éprouvette | *A*(2), *B* (12) | *A*(4), *B*(4), *D*(4) | *A*(2), *B*(2), *D*(3) | *F* (3) |
| hygrométrie (% RH) | ini→98,76,44,32 | ini→98→90→76→ 66→44→32 | ini→98⇆90⇆76⇆ 66⇆44⇆32 | ini→76 |
| peson (continu)<br>sans peson | *A* (2), *B* (12) | *A*(2), *B*(2)<br>*A*(2), *B*(2),*D*(4) | *A*(1)<br>*A*(1), *B*(2),*D*(3) | *F*(3) |
| jauges | L, T<br>*A*(2), *B*(12) | L, T<br>*A*(2), *B*(2) | L, T<br>*A*(1) | L, $T_{mini}$, $T_{maxi}$<br>*F*(3) |
| extensométrie optique DIC | Méso: *B* (4)<br>Micro : *B* (98, 44) | non | non | non |
| émission acoustique | oui (98% RH) | non | non | non |
| célérité | oui | oui | oui | oui |
| porosimétrie au mercure | *A*(7), *B*(7),<br>*D*(7), *F*(7),ini(7) | non | non | non |

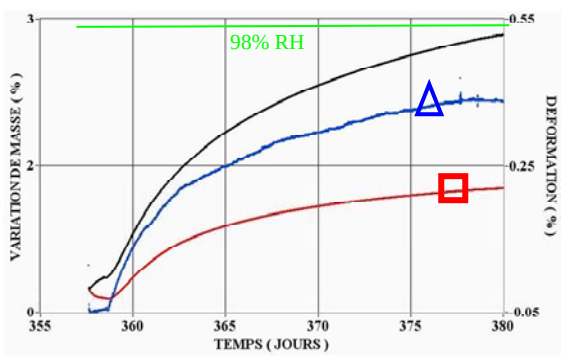
**Les chiffres entre parenthèses indiquent le nombre d'éprouvettes par cellule.**

**Figure 11.3 - Utilisation des éprouvettes au cours des essais de succion.**

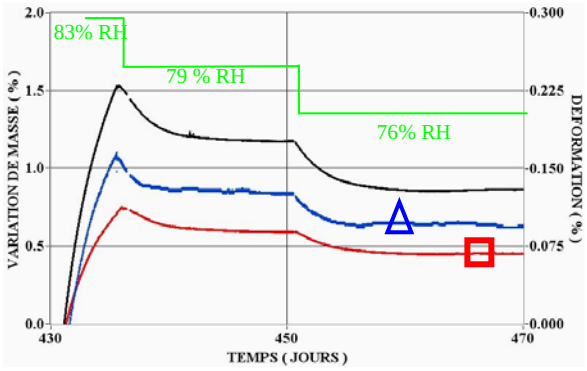
# 11.1 - Effets des succions mono-palier

Ce premier paragraphe est consacré aux résultats des succions mono-palier en phase de désaturation depuis l'état initial, pour quatre niveaux d'humidité (98, 76, 44 et 32% RH).
Les éprouvettes cylindriques ont leur axe orienté perpendiculairement à stratification ($\theta$ = 90°) et toutes sont extraites de la cellule *B*.

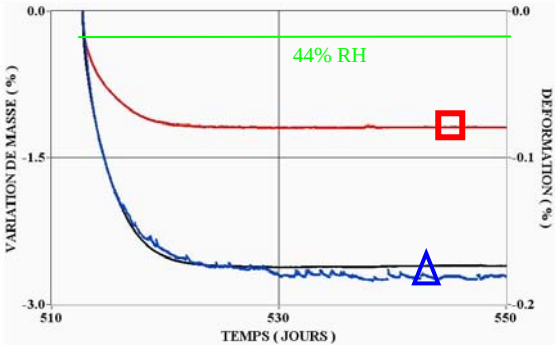
Pour chaque palier hydrique, sont testées trois éprouvettes différentes dont la moyenne de chaque paramètre est donnée dans le Tableau 11.2. Pour une éprouvette par hygrométrie, la Figure 11.4 présente des exemples d'évolutions de masse et de déformations, mesurées en continu en fonction du temps de succion.



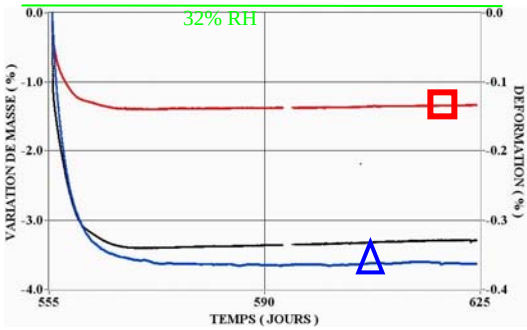

**(a) palier à 98% RH.**




**(b) palier à 76% RH (*).**




**(c) palier à 44% RH.**




**(d) palier à 32% RH.**

**Figure 11.4 – Evolutions temporelles des masses et des déformations pour les quatre paliers d'humidité en désaturation mono-palier depuis l'état hydrique initial.**

**variation de masse** **déformation axiale (⊥ strates)** **déformation transversale (// strates)**

**(*) Nous avons eu des problèmes pour maintenir une hygrométrie constante à la valeur souhaitée de 76% RH (l'humidité s'est d'abord stabilisée à 83% RH entre les jours 433 et 435, puis à 79% RH entre les jours 435 et 450 et enfin à 76% RH à partir du jour 450).**

**Tableau 11.2 – Caractéristiques des éprouvettes et évolution des masses et des déformations macroscopiques au cours des désaturations mono-palier ($\theta = 90°$ - cellule *B*).**

| $H$ % RH | $s$ MPa | $w_i$ % | durée jour | $\Delta M_{i\to s}$ % | $\rho_s$ kg/m$^3$ | $w_s$ % | $\tilde{w}_s$ - | $\varepsilon_{L\,i\to s}$ $\perp$ % | $\varepsilon_{T\,i\to s}$ // % | $\varepsilon_{volum\,i\to s}$ % | $\varepsilon_L/\varepsilon_T$ - | $V_{P\,s}$ m/s |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ini | - | 6,60 | - | - | 2 440 | 6,60 | 0,75 | - | - | - | - | 2 800 |
| 98 | 2,8 | 6,40 | 40 (35) | 2,20 | 2 390 | 8,80 | 1,00 | 0,50 | 0,15 | 0,80 | 3,2 | 2 320 |
| 76 | 40,1 | 6,40 | 40 (20) | 0,67 | 2 220 | 7,30 | 0,83 | 0,13 | 0,07 | 0,27 | 2,0 | 2 300 |
| 44 | 115,0 | 6,63 | 40 (18) | -2,60 | 2 040 | 4,02 | 0,46 | -0,18 | -0,08 | -0,33 | 2,2 | 2 090 |
| 32 | 158,5 | 6,63 | 40 (18) | -3,63 | 2 150 | 3,00 | 0,34 | -0,27 | -0,13 | -0,52 | 2,1 | 2 110 |

**Sont reportés respectivement : l'humidité relative *H*, la succion *s*, la teneur en eau initiale $w_i$, la durée de la succion (entre parenthèses est rapportée la durée de stabilisation des grandeurs enregistrées soit le temps d'équilibre), la variation signée de masse $\Delta M_{i\to s}$, la masse volumique après succion $\rho_s$, la teneur en eau $w_s$ en fin de succion *s* (estimée selon l'Équation 11.3), la teneur en eau normalisée $\tilde{w}_s$, les variations des déformations macroscopiques mesurées par jauges de déformation (longitudinale, orthoradiale et volumique), le rapport des déformations longitudinale et orthoradiale et la célérité $V_{P\,s}$ en fin de succion. Les déformations volumiques sont définies selon l'Equation 7.10.**

Les temps d'équilibre hydrique sont de l'ordre de 20 jours, excepté pour l'hygrométrie de 98% RH pour laquelle la durée de stabilisation est plus longue (de 30 à 40 jours).

Par la suite, nous analysons les évolutions des paramètres massiques et géométriques ainsi que microstructuraux.

### 11.1.1 - Quantités d'eau en jeu dans les transferts

D'une façon générale, **les succions faibles à moyennes (98 et 76% RH) se traduisent par une prise de masse, d'autant plus élevée que la succion est faible. Les succions plus importantes (44 et 32% RH) imposent une perte de masse d'autant plus grande que l'humidité est faible** (Figure 11.4).
Les variations pondérales $\Delta M_{i\to s}$ évoluent de façon quasi-linéaire en fonction de la succion pour les succions faibles à moyennes (inférieures à 120 MPa ou 44% RH) et s'atténuent pour des pressions plus importantes (Figure 11.5).

Ainsi, sur la gamme de succion [2,8-120 MPa], les lois d'évolution des variations de masse et de teneur en eau en fonction de la succion *s* (Figure 11.5-b), s'expriment selon :

**Équation 11.4** $$\Delta M_{i\to s} = \frac{M_s - M_i}{M_i} = -4{,}3\times10^{-2} s + 2{,}342$$

**Équation 11.5** $$w_s = -4{,}3\times10^{-2} s + 8{,}89 \quad \text{ou} \quad \tilde{w}_s = -4{,}9\times10^{-4} s + 1{,}014$$

avec $\Delta M_{i\to s}$, $w_s$ et $\tilde{w}_s$ en % et *s* en MPa.

La teneur en eau montre que l'état hydrique initial se situe en équilibre hydrique avec des hygrométries proches de 70% RH (Figure 11.5-a). Nous reviendrons ultérieurement sur la succion de l'état initial.

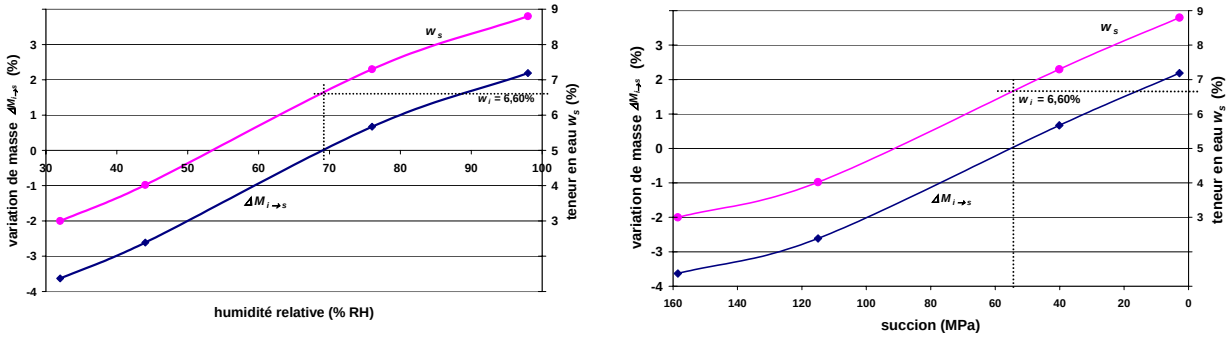



**Figure 11.5 – Evolutions massiques et teneurs en eau en fonction (a) de l'humidité relative et (b) de la succion.**

**Les points correspondent aux moyennes sur 3 éprouvettes de la cellule *B*.**

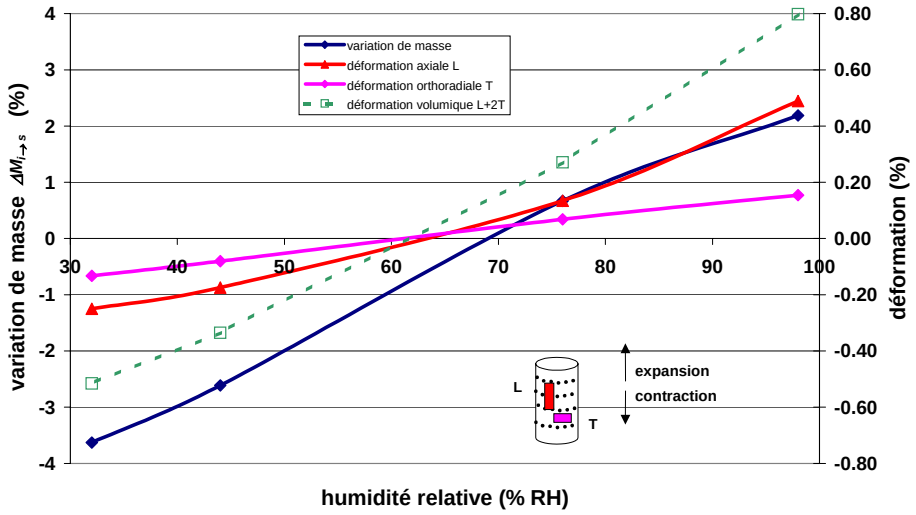
## 11.1.2 - Déformations macroscopiques associées au transfert hydrique

Les variations pondérales s'accompagnent de déformations mesurées macroscopiquement par les jauges. Les déformations axiales et orthoradiales dans le repère de l'éprouvette (ou respectivement perpendiculaires et parallèles aux plans de strates) varient systématiquement dans le même sens et ont aussi le même signe que les variations pondérales (dans la convention de signe que nous avons définie). En fin de succion, les niveaux des déformations macroscopiques atteignent des valeurs de l'ordre de plusieurs dixièmes de %.
En d'autres termes, **dans les directions aussi bien perpendiculaire que parallèle aux strates, une prise de masse induit une expansion et, au contraire, une perte de masse est associée à de la contraction.**

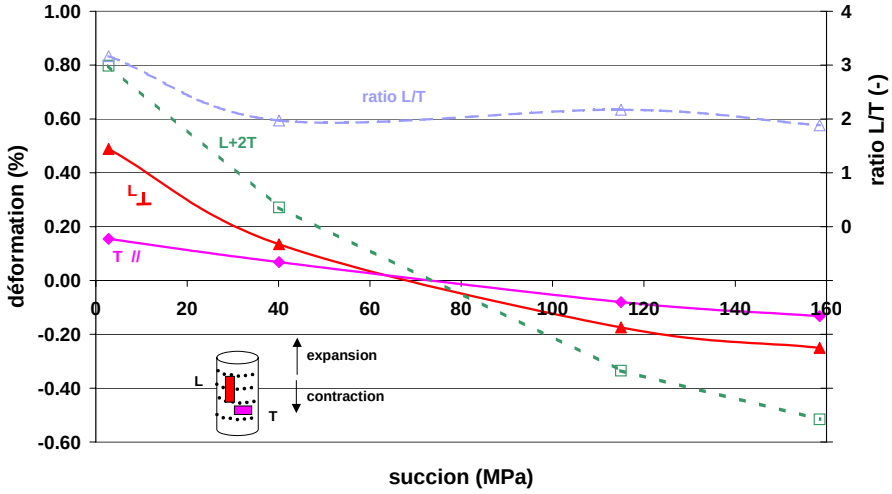
Les évolutions en fonction du temps (Figure 11.4) montrent une stabilisation des déformations simultanée à la stabilisation pondérale. D'après les tracés des évolutions des déformations macroscopiques en fonction de l'humidité relative, de la succion et de la teneur en eau normalisée (Figure 11.6), il apparaît que :

- les **déformations axiales, orthoradiales et volumiques sont linéaires en fonction de l'humidité sur la gamme [32-76% RH - désaturation monotone]**. Les déformations (axiales principalement) à 98% RH s'écartent de cette linéarité en étant largement supérieures, ce qui tendrait à démontrer une forte expansion (perpendiculaire aux strates) à cette atmosphère quasi-saturée, expansion sur laquelle nous reviendrons en particulier suite aux observations microstructurales menées *post* succion.

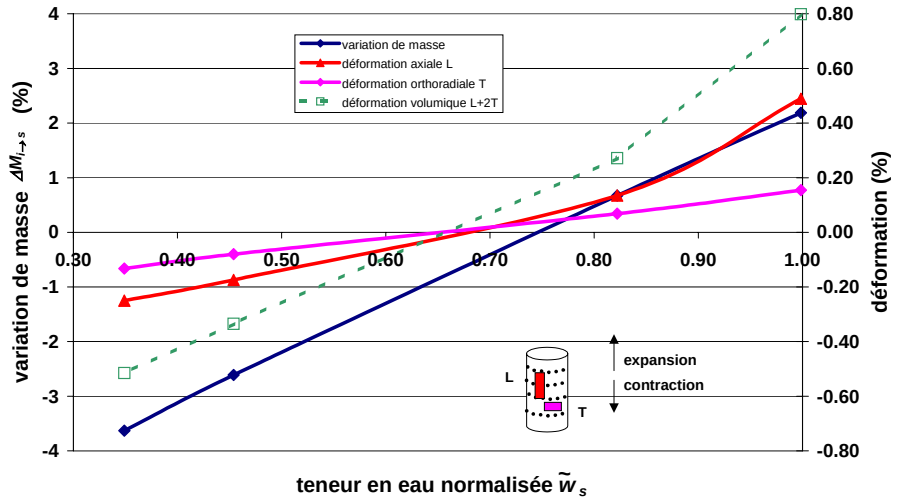
- pour chaque succion, **un comportement anisotrope des déformations** est observé : en effet, le **rapport entre les déformations perpendiculaire $\varepsilon_L$ et parallèle $\varepsilon_T$** aux plans de stratification (Figure 11.6) **est de l'ordre de 2** pour l'ensemble des succions, excepté dans le cas de l'hygrométrie de 98% RH où ce ratio $\varepsilon_L/\varepsilon_T$ atteint la valeur de 3. Cette dernière valeur plus élevée dans ce dernier cas traduit principalement des déformations axiales plus grandes ; les déformations orthoradiales (courbe $\varepsilon_T$ - $\tilde{w}_s$ de la Figure 11.6) sont au contraire sensiblement portées par un segment de droite sur toute la gamme d'humidité investiguée.




**(a) variations de masse et déformation en fonction de l'humidité relative.**




**(b) déformation en fonction de la succion.**




**(c) variations de masse et déformation en fonction de la teneur en eau normalisée.**

**Figure 11.6 - Evolution des masses et des déformations en fonction de l'atmosphère hydrique imposée (cellule *B*).**

**Par niveau hydrique, les valeurs sont des moyennes sur trois éprouvettes.**

Une interpolation linéaire des déformations en fin de paliers hydriques est proposée en fonction de la teneur en eau normalisée $\tilde{w}_s$ (Figure 11.7).
Si, pour les déformations axiales, nous extrapolons la partie linéaire identifiée sur la gamme [$\tilde{w}_s$ = 0,35-0,85] par $\varepsilon_L = 0{,}82\ \tilde{w}_s - 0{,}54$ (avec $\varepsilon_L$ en % et $\tilde{w}_s$ sans unité), jusqu'à la succion la plus faible soit $\tilde{w}_s = 1$, le niveau des déformations à 98% RH serait de l'ordre de 0,28% au lieu de 0,49% mesuré par les jauges à cette atmosphère hydrique (Figure 11.7). Cette différence de l'ordre d'un facteur proche de 2, entre les déformations axiales réelle et extrapolée à $\tilde{w}_s = 1$, peut être imputée à des modifications importantes de la microstructure telles que l'apparition de microfissures selon les plans de litage comme nous le mettons en évidence dans le paragraphe suivant, ou un gonflement très important et priviliégé dans cette direction. En effet, quel que soit le mécanisme, l'orientation perpendiculaire aux strates apparaît être le siège d'un comportement singulier pour les humidités élevées, comportement non visible dans la direction orthoradiale (déformations linéaires alors).
Nous pouvons déterminer les teneurs en eau normalisées pour des ordonnées nulles des axes de variation de masse et des déformations. Ainsi, nous avons les valeurs suivantes :

- pour $\Delta M_{i\to s}$= 0, $\tilde{w}_s$ = 0,75 (critère $\alpha$)
- pour $\varepsilon_L = \varepsilon_T$ = 0, $\tilde{w}_s$ = 0,65 (critère $\beta$) (nous pouvons remarquer que les déformations axiale et transversale intersectent l'axe des abscisses pour la même valeur de $\tilde{w}_s$).

Cet écart de $\tilde{w}_s$ selon le critère pourrait être en lien avec de la fissuration induite aux fortes humidités, ce qui tendrait à sur-estimer les déformations.

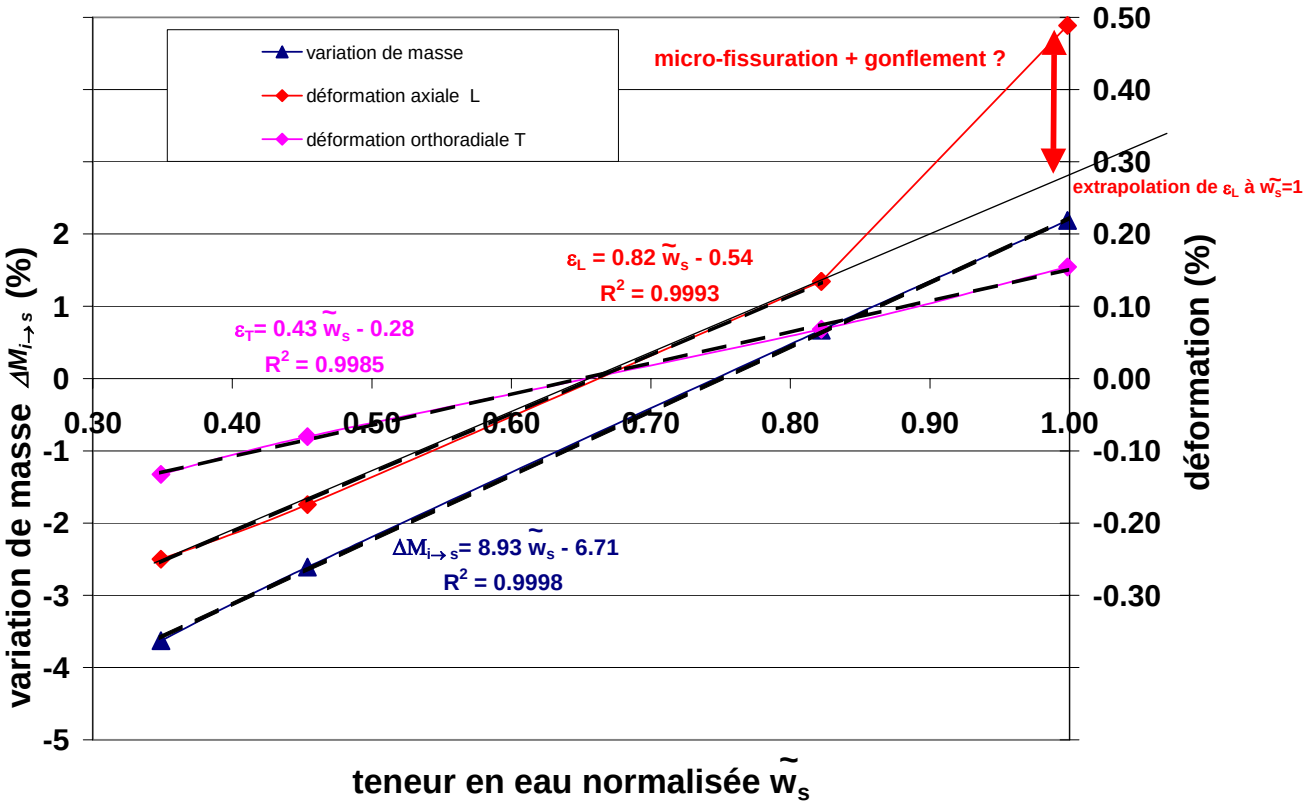



**Figure 11.7 – Ajustement des courbes d'évolution de la masse et des déformations en fonction de la teneur en eau normalisée.**

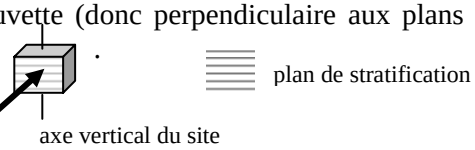
### 11.1.3 - Déformations locales et évolutions microstructurales selon l'état hydrique

Les évolutions microstructurales potentiellement induites par les succions sont analysées par différentes méthodes directes ou indirectes telles que :

- des **observations microstructurales optiques** comparatives sur les mêmes zones entre les états initiaux et *post* succion, aux échelles méso- et micro-scopiques,
- des mesures des **déformations locales** par corrélation Méso et Micro DIC des images acquises précédemment aux différentes échelles,
- des **mesures de célérités** *ante* et *post* succion,
- un suivi des **émissions acoustiques** en cours de succion de façon à quantifier l'apparition d'un éventuel endommagement d'origine purement hydrique.

#### 11.1.3.1 - Observations microstructurales

Les observations sont effectuées aux échelles méso- et micro-scopiques sur les méplats polis. La démarche est assez lourde en terme de taille d'image, en particulier à l'échelle microscopique avec des tailles d'images de 8 Moctets. A cette échelle, les observations sont menées seulement pour les hygrométries de 98 et 44% RH. Des images sont ainsi acquises sur les zones centrales des éprouvettes une première fois avant la mise dans l'enceinte de succion (état de référence), et une seconde fois, après que le transfert hydrique imposé par la succion est achevé. Cela représente environ 70 images acquises selon deux modes d'éclairage sous angles normal et latéral. Rappelons que ces deux modes éclairages permettent respectivement de révéler la microstructure pour le premier, et pour le second, d'optimiser les conditions d'imagerie pour la corrélation d'images.

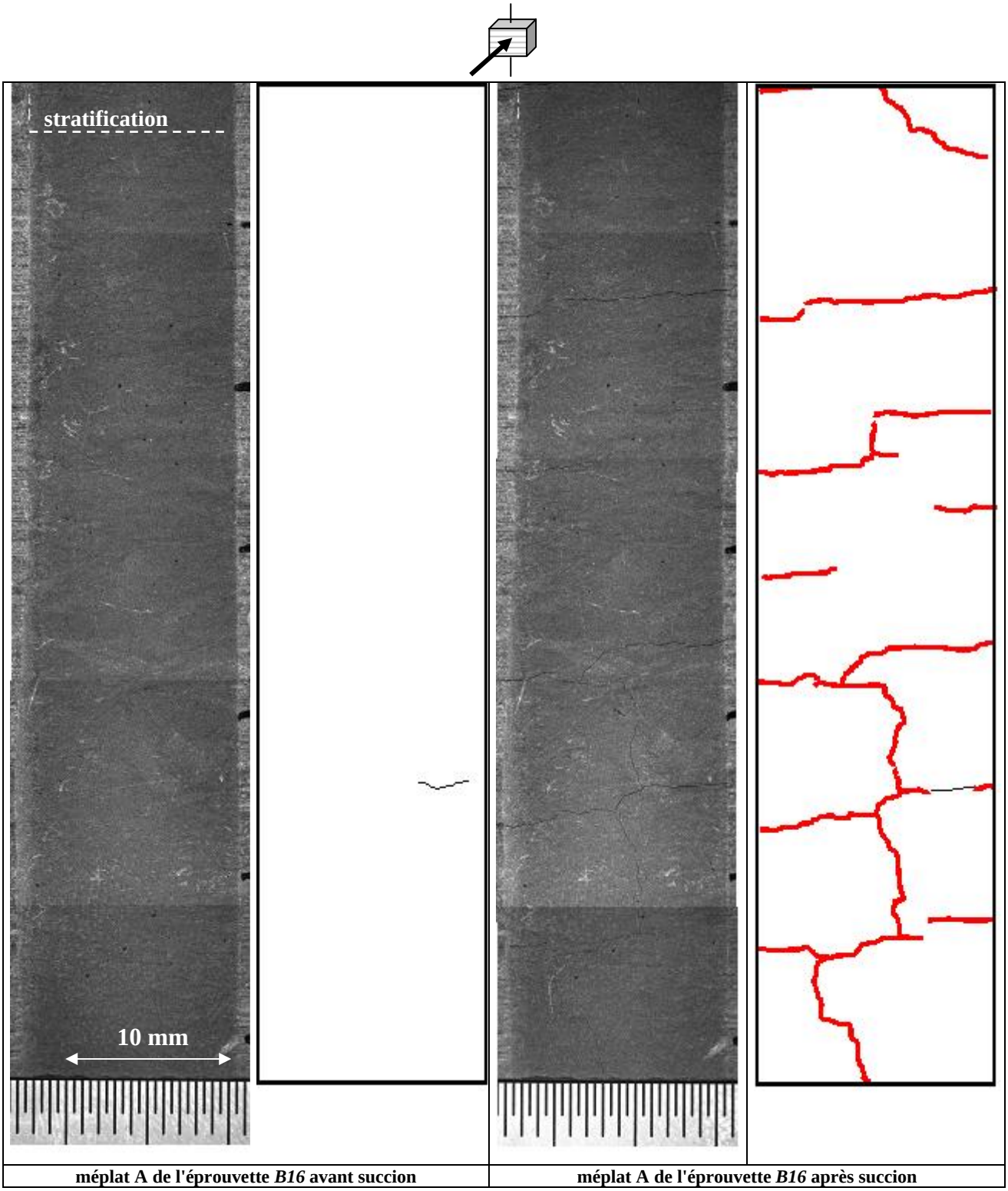
Pour l'ensemble des images présentées ($\theta = 90°$), l'axe horizontal des images correspond aux plans de stratification et l'axe vertical est coaxial à celui de l'éprouvette (donc perpendiculaire aux plans de strates). Ce repérage est symbolisé par le symbole suivant 

.

Sont maintenant présentées les évolutions des microstructure selon les niveaux de succion imposée.

***atmosphère de 98% RH***

**La succion à 98% RH induit la création de nouvelles fissures et l'ouverture de fissures pré-existantes** (Figure 11.8).
De façon mésoscopique, les nouvelles fissures sont majoritairement et régulièrement disposées de façon parallèle à la stratification avec des ouvertures de l'ordre de 15 à 20 µm (Figure 11.9). Leur pas est selon la direction perpendiculaire aux strates, de l'ordre de la dizaine de millimètre (Figure 11.8) ; d'autres fissures sont aussi visibles dans la direction perpendiculaire mais en quantité et ouverture moindres.
Les observations microscopiques montrent qu'à l'échelle des grains, les fissures ne sont pas droites et peuvent comporter de multiples déviations. La Figure 11.10 présente une même zone avant et après succion, éclairée normalement et latéralement : initialement, la zone est saine sans trace de discontinuité (à cette échelle du moins) ; après succion, une fissure *hydrique* est visible. Une fissure orientée à 45° par rapport à la stratification, chemine dans la matrice argileuse en contournant les grains minéraux.
Les fissures *pré-existantes à la succion* qui, comme nous l'avons observé au *Chapitre 9*, sont majoritairement parallèles à la stratification et d'ouverture initiale de l'ordre de 3 µm, présentent des ouvertures après succion de l'ordre de la vingtaine de microns (Figure 11.11), soit à l'identique des nouvelles fissures.
Une telle fissuration d'origine hydrique avait déjà été observée visuellement à l'œil par Chiarelli [CHI 00] après passage en atmosphère quasi-saturée ; à partir d'observations macroscopiques, l'auteur mentionne une orientation privilégiée de ces fissures dans des plans horizontaux de stratification, ce que confirment nos observations.

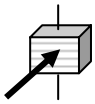


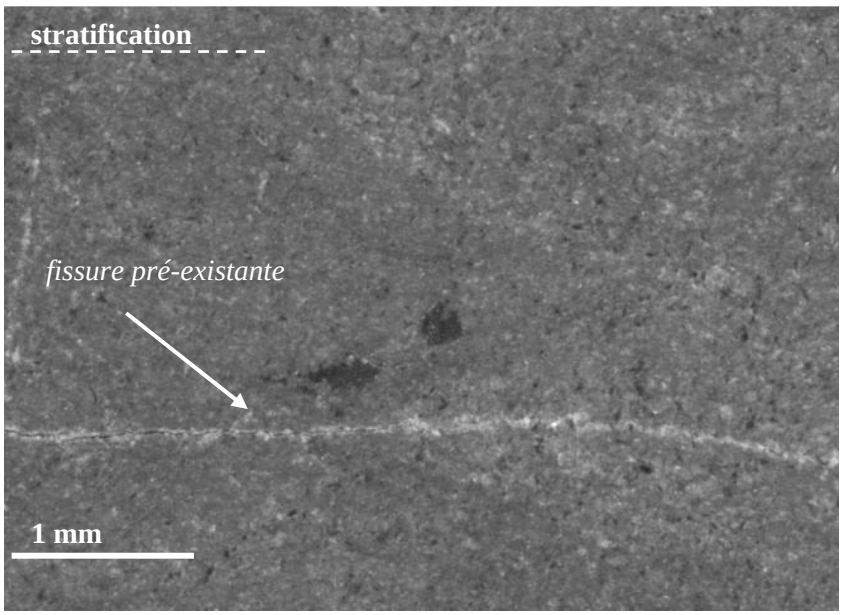

| méplat A de l'éprouvette *B16* avant succion | méplat A de l'éprouvette *B16* après succion |
|---|---|

**en noir, fissures pré-existantes à la succion - en rouge, fissures *hydriques*.**

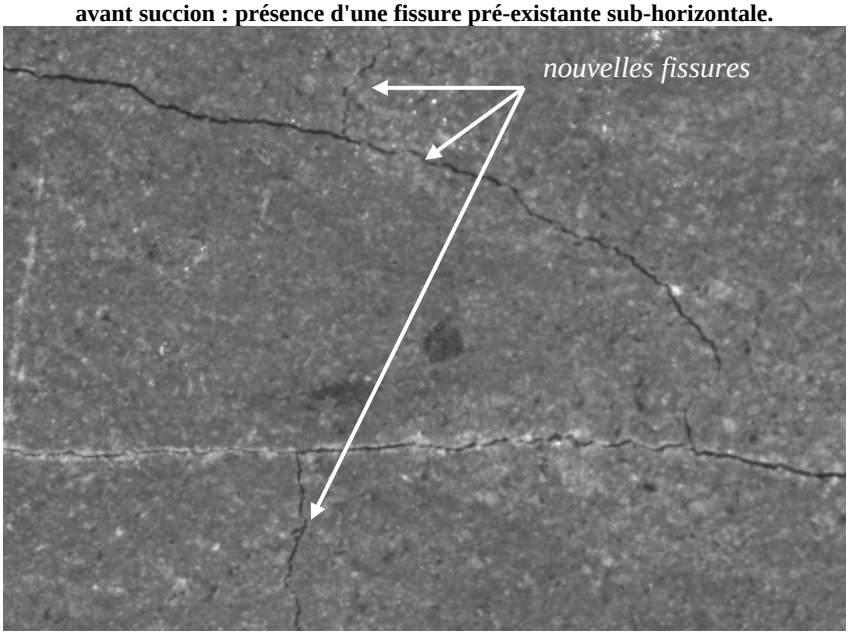
**Figure 11.8 - Mise en évidence de la fissuration d'origine hydrique pour les états 98% RH (échelle Méso).**

**L'image correspond au champ global (15 × 72 mm$^2$) d'un des deux méplats polis réalisés par éprouvette.**
**Le pas des fissures *hydriques* perpendiculairement aux strates est de l'ordre de 10mm.**






**avant succion : présence d'une fissure pré-existante sub-horizontale.**




**après succion : ouverture de la fissure pré-existante et création de nouvelles fissures.**

**Figure 11.9 – Détails de la microstructure (échelle Méso) avant et après la succion à 98% RH.**

**Les fissures *pré-existantes* sur méplat poli apparaissent en blanc du fait de la présence de résidus de polissage incrustés dans les vides.**

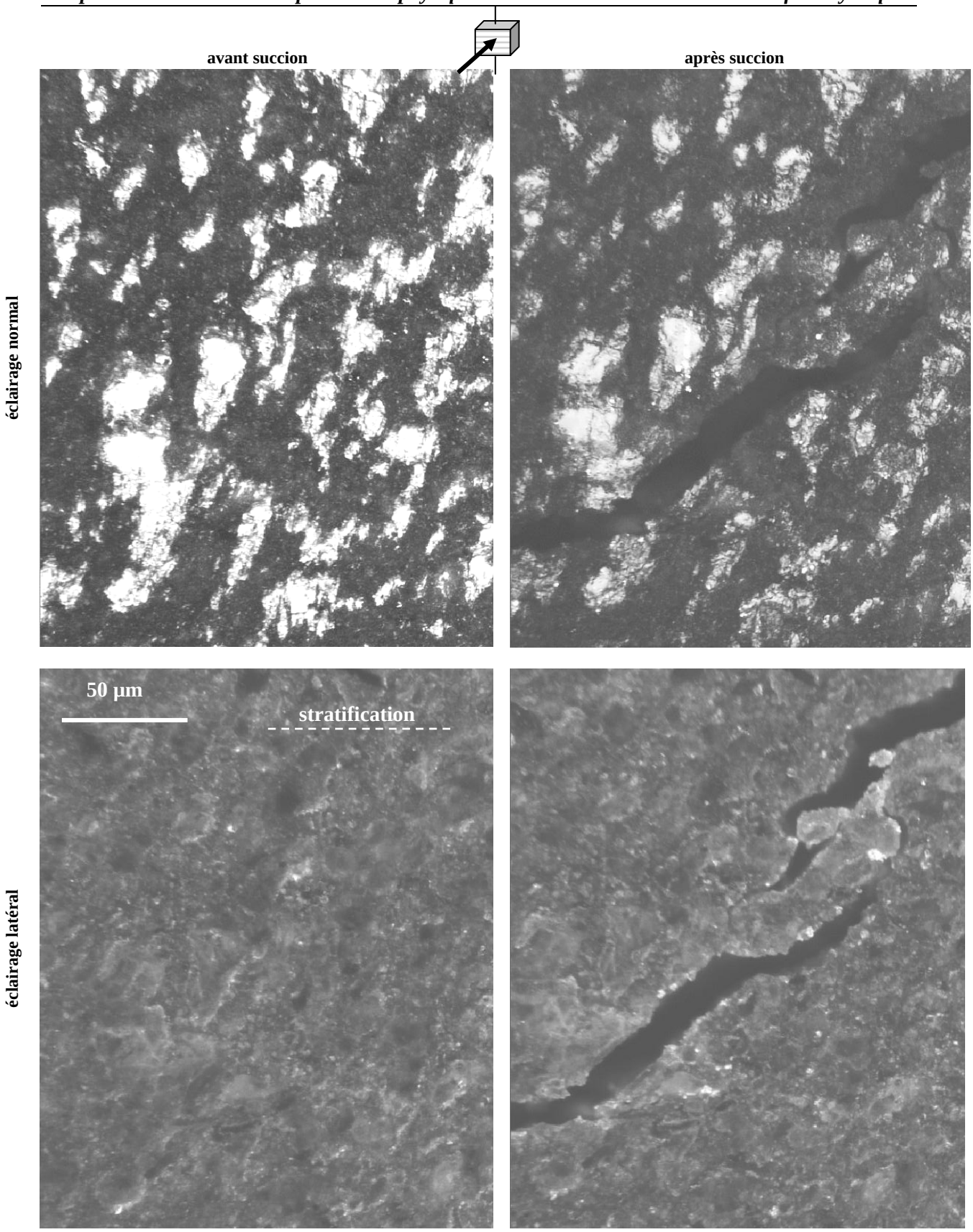
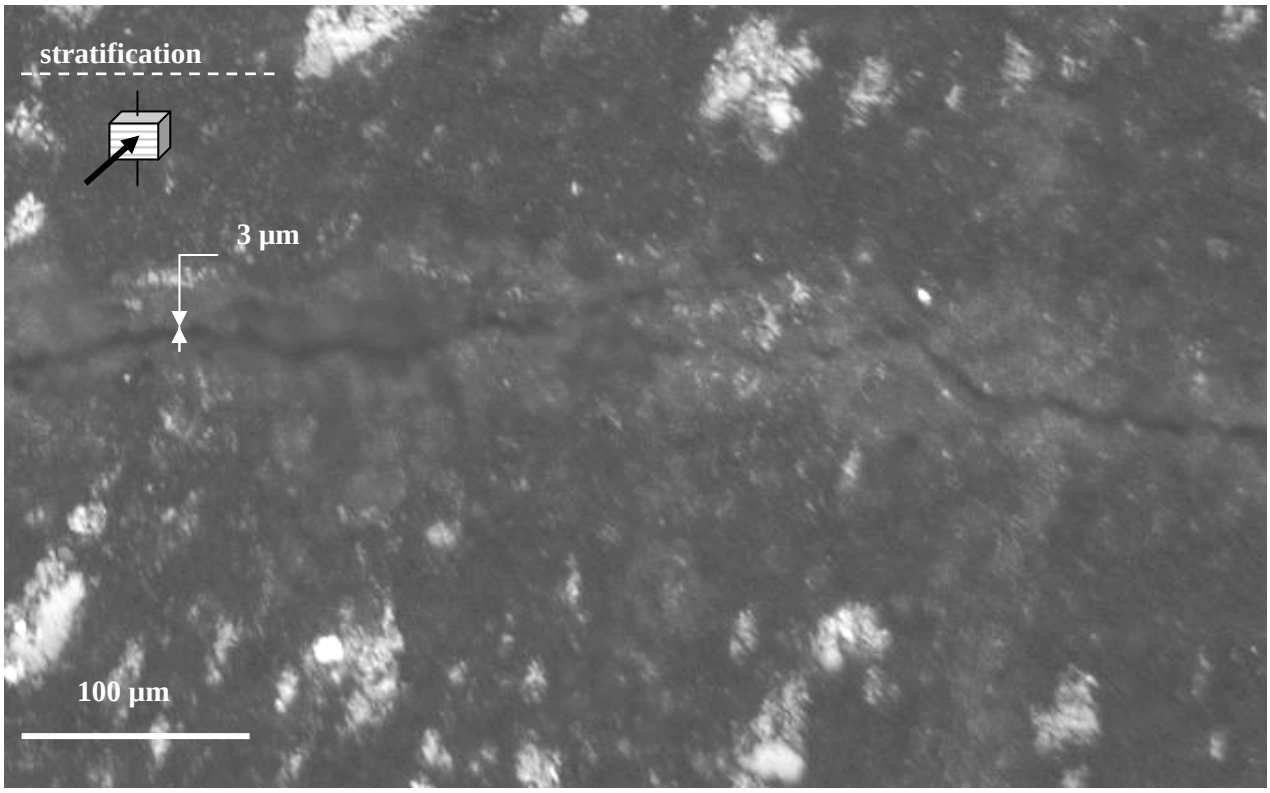
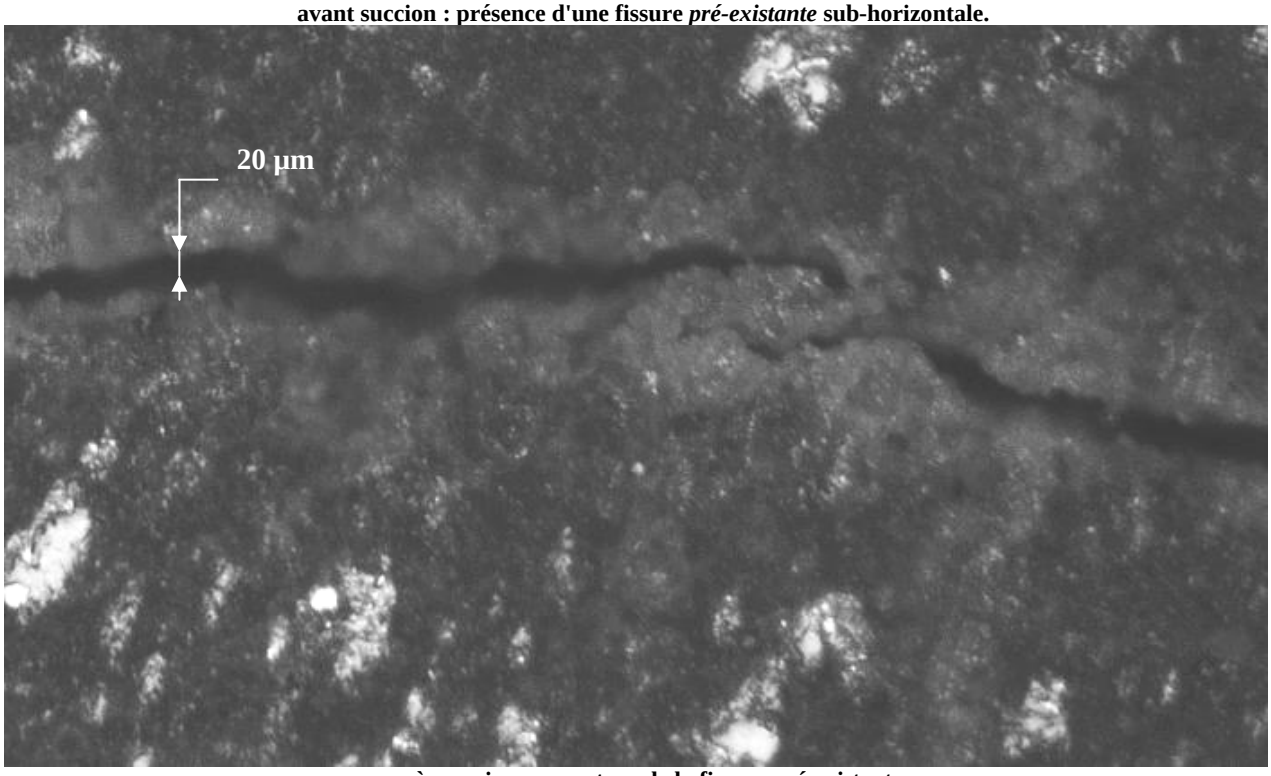



**Figure 11.10 – Apparition d'une fissure *hydrique* après la succion à 98% RH (échelle Micro).**




**avant succion : présence d'une fissure *pré-existante* sub-horizontale.**

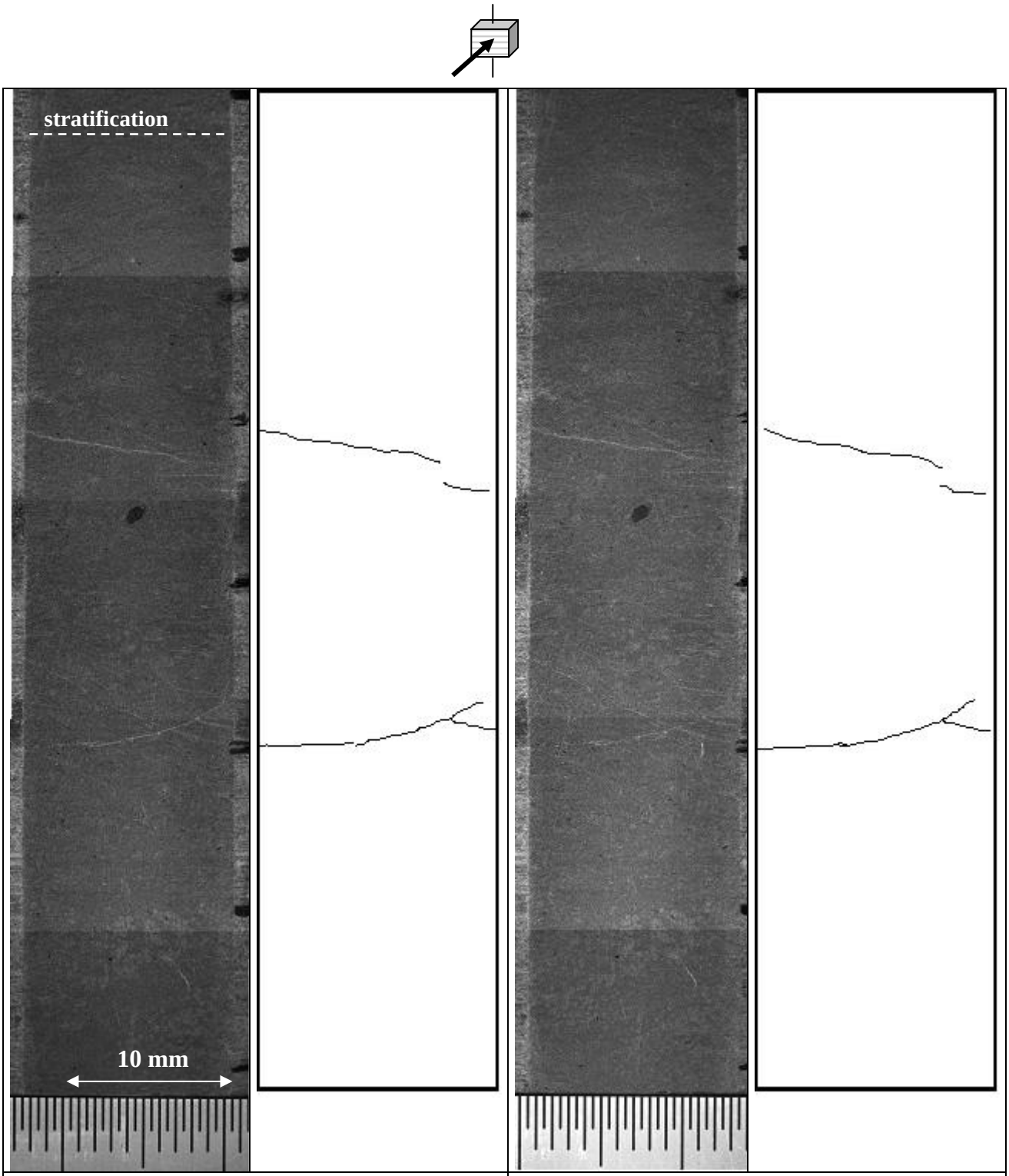



**après succion : ouverture de la fissure *pré-existante*.**

**Figure 11.11 - Détails autour d'une fissure *pré-existante* (échelle Micro) avant et après la succion à 98% RH.**

***atmosphère de 76% RH***

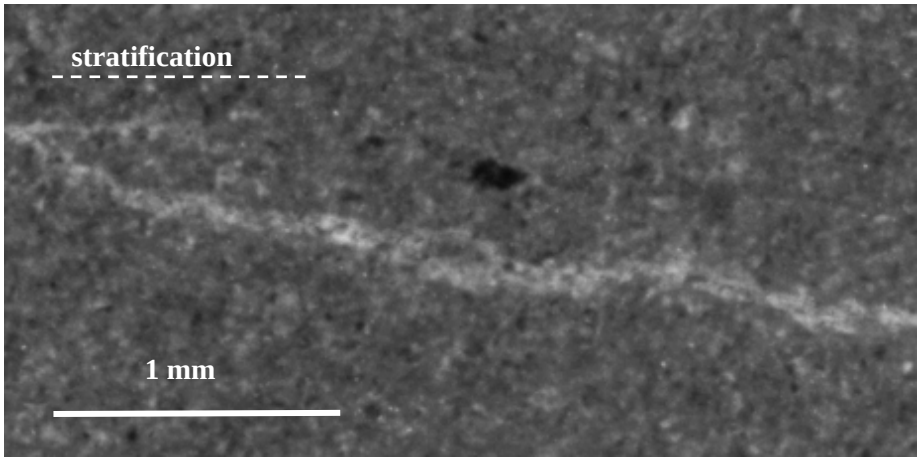
Pour l'hygrométrie à 76 % RH, nous n'avons pas observé la création de nouvelles fissures *hydriques* (Figure 11.12). Les quelques fissures *pré-existantes* sub-horizontales fermées avant succion s'ouvrent de l'ordre de la quinzaine de microns (détails sur la Figure 11.13).



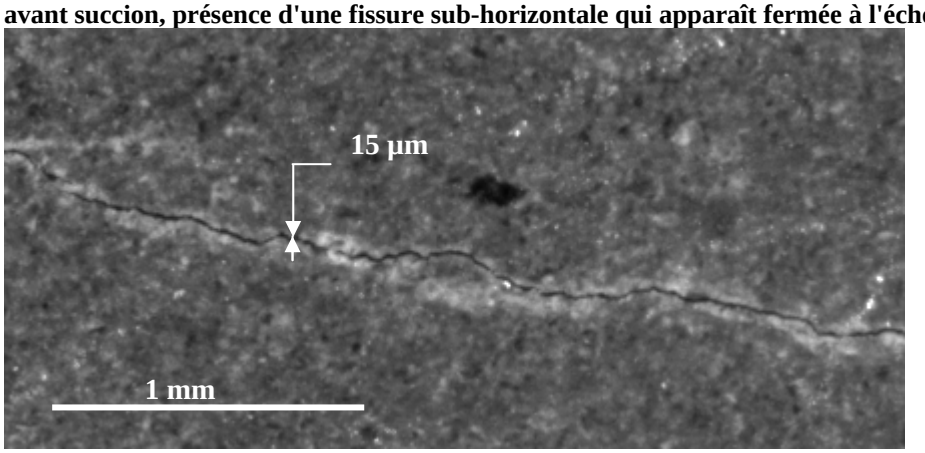

**méplat A de l'éprouvette *B17* avant succion** | **méplat A de l'éprouvette *B17* après succion**

**en noir, fissures pré-existantes à la succion - en rouge, fissures *hydriques*.**

**Figure 11.12 - Mise en évidence de la fissuration d'origine hydrique pour l'état 76% RH.**



**avant succion, présence d'une fissure sub-horizontale qui apparaît fermée à l'échelle Méso.**

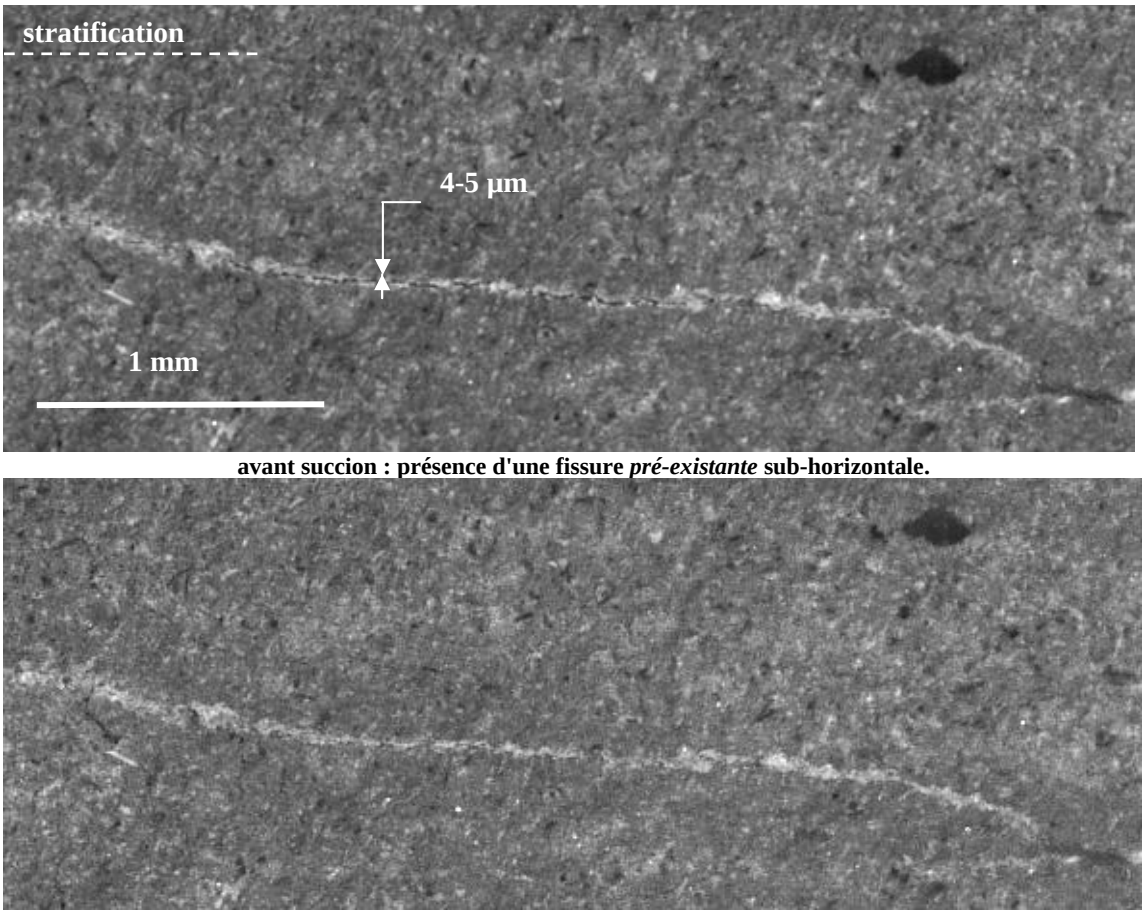



**après succion, la fissure est ouverte d'une quinzaine de microns.**

**Figure 11.13 - Détails autour d'une fissure *pré-existante* (échelle Méso) avant et après la succion à 76% RH**

***atmosphères de 44 et 32 % RH***

**Contrairement aux succions précédentes, les succions à 44 et 32 % RH tendent à refermer les fissures *pré-existantes* sans en ouvrir d'autres** (Figure 11.14 et Figure 11.15). Ceci est conforme à la contraction générale mise en évidence par les jauges.
Aucun déchaussement autour des grains non argileux (carbonates ou quartz) n'a été observé à cette échelle dont la résolution est de 0,75 µm (Figure 11.15).




**avant succion : présence d'une fissure *pré-existante* sub-horizontale.**

**après succion : fermeture de la fissure *pré-existante* sans création de nouvelles fissures.**

**Figure 11.14 - Détails de la microstructure (échelle Méso) avant et après la succion à 44% RH.**

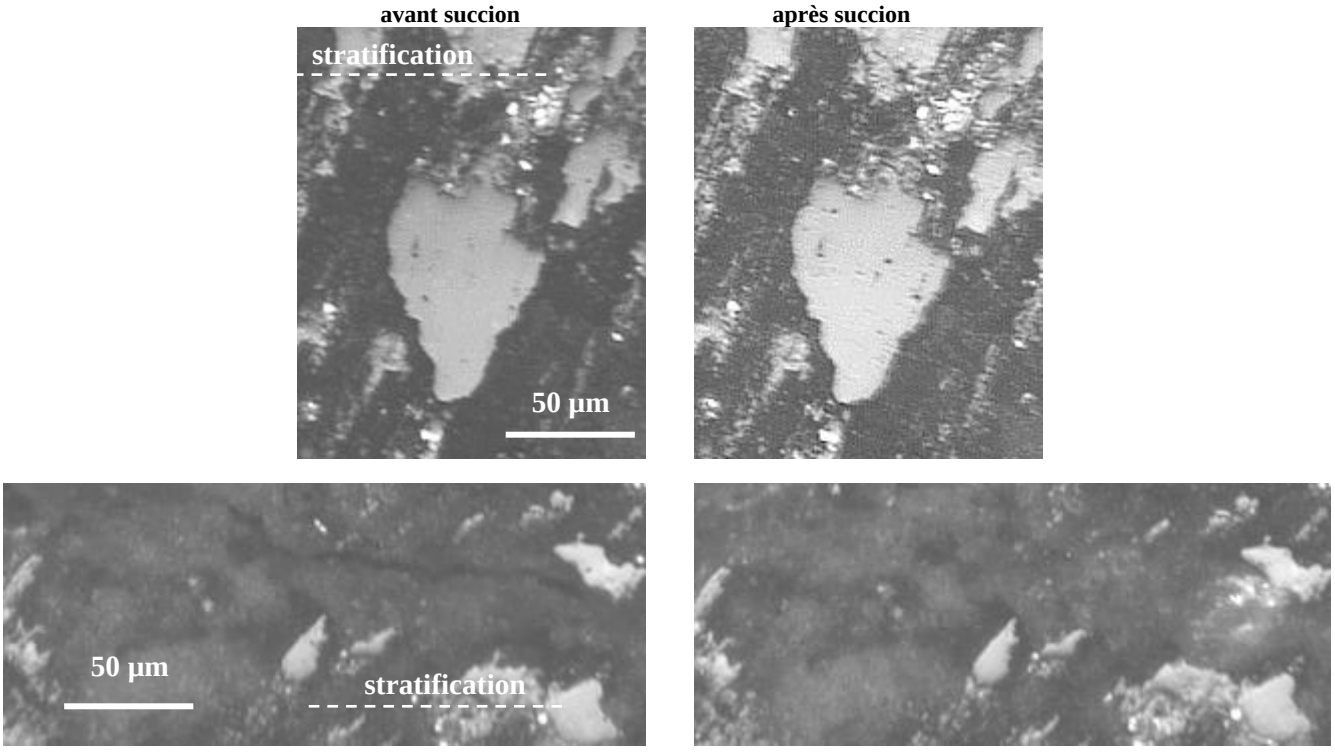



**Figure 11.15 - Détails de la microstructure (échelle Micro) avant et après la succion à 44% RH.**

### 11.1.3.2 - Déformations locales

Nous abordons maintenant les déformations mesurées en extensométrie optique par corrélation des images acquises avant et après succion en Méso et Micro DIC[7].

a - problème de repositionnement des éprouvettes

**La principale difficulté rencontrée est de retrouver les mêmes configurations d'imagerie entre l'état avant succion et l'état après succion.** Selon les échelles considérées et les montages associés, les origines de ces difficultés diffèrent.

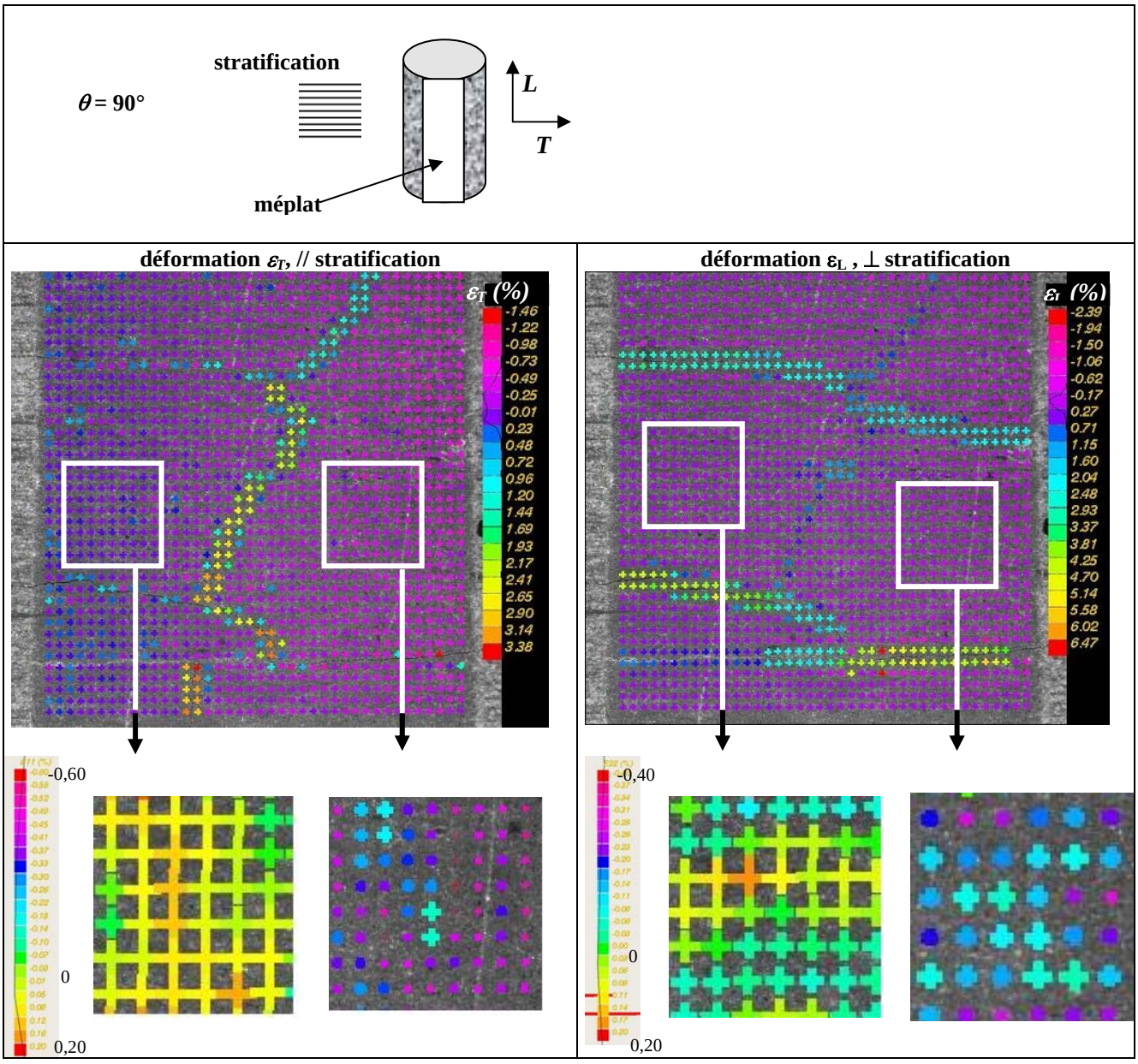
a.1 - échelle Méso DIC

A l'échelle Méso DIC, les principaux problèmes proviennent du repositionnement géométrique (*cf. § 6.1.3.1*) : en particulier l'angle $\beta_V$ qui détermine l'orthogonalité le méplat observé et l'axe optique (Figure 6.6) est difficile à régler de façon à respecter cette normalité. De plus, il n'est pas aisé de se retrouver dans un positionnement identique pour les configurations avant et après succion. Cet ensemble de causes induit une rotation de la surface observée, ce qui a pour conséquence une variation globale du grandissement. Ceci se traduit sur le calcul des déformations par un gradient latéral entre les zones de gauche et de droite des cartographies selon l'axe *T* comme cela est visible sur la Figure 11.16. Par contre, les déformations selon l'axe *L* ne présentent pas de tels gradients, ce qui laisse penser que l'angle $\beta_H$ de la Figure 6.6 est correct (cet angle est assez facile à régler par l'emploi d'un niveau à bulle).
Dans le but d'identifier, voire de quantifier cette erreur de grandissement et ses conséquences sur le calcul des déformations, nous avons mis en place une méthode de repositionnement présentée dans l'*Annexe D2*. Ainsi, nous montrons que cette méthode n'est pas optimale mais que toutefois il est possible d'extraire des déformations moyennes à partir des cartographies selon l'axe *T*. Les zones sur lesquelles ces déformations sont calculées sont mentionnées sur les cartographies par des rectangles rouges (*cf.* Figure 11.17, Figure 11.19, Figure 11.20 et Figure 11.23 pour les quatre états hydriques).

a.2 - échelle Micro DIC

A l'échelle Micro DIC, l'acquisition des images étant réalisée au microscope optique de type métallographie, le repositionnement des surfaces observées est plus aisé que en Méso DIC. En effet, la très faible profondeur de champ du microscope impose une orthogonalité quasi parfaite entre la surface et l'axe optique, ce qui limite les erreurs sur l'angle $\beta_V$ et ainsi les gradients de déformations sur les méplats. Par contre, la corrélation entre images est particulièrement sensible aux évolutions importantes des états de surface qui peuvent introduire des réflexions locales différentes entre les deux états, ce qui se traduit par des différences de distribution spatiale de contraste. Dans notre cas, pour les fortes humidités, les surfaces ont beaucoup évolué durant les 30 ou 40 jours de la succion comme le montre la Figure 11.10, ce qui a rendu impossible l'appariement par corrélation à 98% RH. Il eût été souhaitable d'effectuer des acquisitions d'images au cours de la succion (typiquement avec des intervalles de temps de l'ordre de quelques heures), les évolutions microstructurales entre deux images successives auraient alors été *a priori* suffisamment faibles pour permettre l'appariement par corrélation. Ceci n'a pas pu être réalisé car cela aurait alors monopolisé le matériel optique pendant une durée longue (typiquement de 40 jours).

[7] Rappelons que les bases de mesure des déformations sont de 530×530 µm$^2$ et de 44×44 µm$^2$ pour respectivement les échelles Méso et Micro DIC (Figure 11.2).




| | déformations mesurées sur zone non fissurée % | |
|---|---|---|
| | zone de gauche | zone de droite |
| $\varepsilon_T$ // stratification | +0,05 | -0,30 |
| $\varepsilon_L$ ⊥ stratification | +0,05 | -0,15 |

**Figure 11.16 - Détails des cartographies de déformation sur les parties droite et gauche des méplats (cas 98% RH).**

b - résultats

Les déformations sont calculées sur l'intégralité du champ ou sur des zones d'intérêt sélectionnées. Les résultats sont présentés dans le Tableau 11.3 en spécifiant les zones retenues (champ moyen, proche ou loin d'une fissure pré-existante …) et sous forme de cartographies superposées à la microstructure initiale (Figure 11.18 à Figure 11.22).

**Tableau 11.3 – Déformations axiales et orthoradiales mesurées par jauges et par extensométrie optique Méso DIC (Cellule *B*).**

| *H* % RH | moyens de mesure | zone d'intérêt | $\varepsilon_L \rightarrow \varepsilon_\perp$ % | $\varepsilon_T \rightarrow \varepsilon_{//}$ % | ratio $\varepsilon_\perp/\varepsilon_{//}$ |
|---|---|---|---|---|---|
| 98 | jauge | zone centrale | +0,50 | +0,15 | 3,3 |
| | Méso DIC | champ global (15×15 mm$^2$)<br>*loin* d'une fissure *pré-existante* | +0,30 [-0,20;+0,40]<br>+0,15 | +0,15<br>+0,10 | 1,5<br>1,5 |
| | Micro DIC | | appariement des images non satisfaisant. | | |
| 76 | jauge | zone centrale | +0,13 | +0,07 | 1,9 |
| | Méso DIC | champ global (15×15 mm$^2$)<br>*loin* d'une fissure *pré-existante*<br>sur fissure horizontale *pré-existante* | +0,12 [-0,07;+0,30]<br>+0,07<br>+1,65 | +0,10<br>+0,05<br>+0,10 | 1,2<br>1,4<br>- |
| 44 | jauge | zone centrale | -0,18 | -0,08 | 2,2 |
| | Méso DIC | champ global (15×15 mm$^2$)<br>*loin* d'une fissure *pré-existante* | -0,18 [-0,40;0]<br>-0,15 [+0,05;-0,40] | -0,10<br>-0,10 | 1,8<br>1,5 |
| | Micro DIC | champ global (1,5×1,5 mm$^2$)[8]<br>zone fortement argileuse<br>zone fortement minérale<br>zone pyritisée | -0,11 [-1,00;0,40]<br>-1,30<br>+0,02<br>+3,60 | -0,07 [-0,70;0,50]<br>-0,80<br>0<br>+0,21 | 1,5<br>1,6<br>-<br>- |
| 32 | jauge | zone centrale | -0,27 | -0,13 | 2,1 |
| | Méso DIC | champ global (15×15 mm$^2$)<br>*loin* d'une fissure *pré-existante* | -0,30 [-0,60;-0,20]<br>-0,25 | -0,25<br>-0,18 | 1,5<br>1,4 |

**Sont mentionnées les valeurs moyennes de zone d'intérêt ainsi que leur dispersion entre crochets. En l'absence de valeurs entre crochets, il s'agit de mesures ponctuelles.**

***humidités de 98 et 76% RH***

Pour les humidités à 98% RH, **le matériau est globalement en extension** (Figure 11.17) **avec de fortes hétérogénéités associées aux micro-fissures** créées par la succion et observées précédemment.
A partir des cartographies détaillées (Figure 11.18), nous pouvons déterminer que l'ouverture des fissures est de l'ordre de 3% × base de mesure (530 µm à l'échelle Méso, *cf.* Figure 11.2) soit 15 µm pour les fissures horizontales parallèles aux strates (selon l'axe *L*) et de 2% × 530µm soit de l'ordre de 10 µm pour la fissure verticale (selon l'axe *T*).
A ce niveau de succion, du fait de l'ouverture des fissures, les zones *fissurées* ont des niveaux d'extension de l'ordre de plusieurs pourcents, alors que *assez loin* de ces discontinuités, la roche est dans un état global en extension perpendiculairement ($\varepsilon_\perp$ = + 0,15%) et parallèlement ($\varepsilon_{//}$ = + 0,10%) aux strates. Les dimensions de la zone affectée par les fissures *hydriques* en terme de déformation sont de l'ordre de 2 mm autour des fissures. L'impossibilité de déterminer les déformations Micro DIC complique l'interprétation des déformations à l'échelle Méso. Il semble apparaître toutefois que **le gonflement des argiles par prise d'eau s'effectue principalement perpendiculairement aux strates**, *a priori* par gonflement des agrégats dont nous avons signalé au *Chapitre 9*, la disposition préférentielle sub-horizontale.

[8] A l'échelle Micro DIC, les données sont moyennées à partir de plusieurs champs et seuls les champs exempts de fissures pré-existantes sont sélectionnés. Ainsi les valeurs mesurées sont très proches de celles déterminées à l'échelle Méso DIC sur des zones éloignées de fissures.

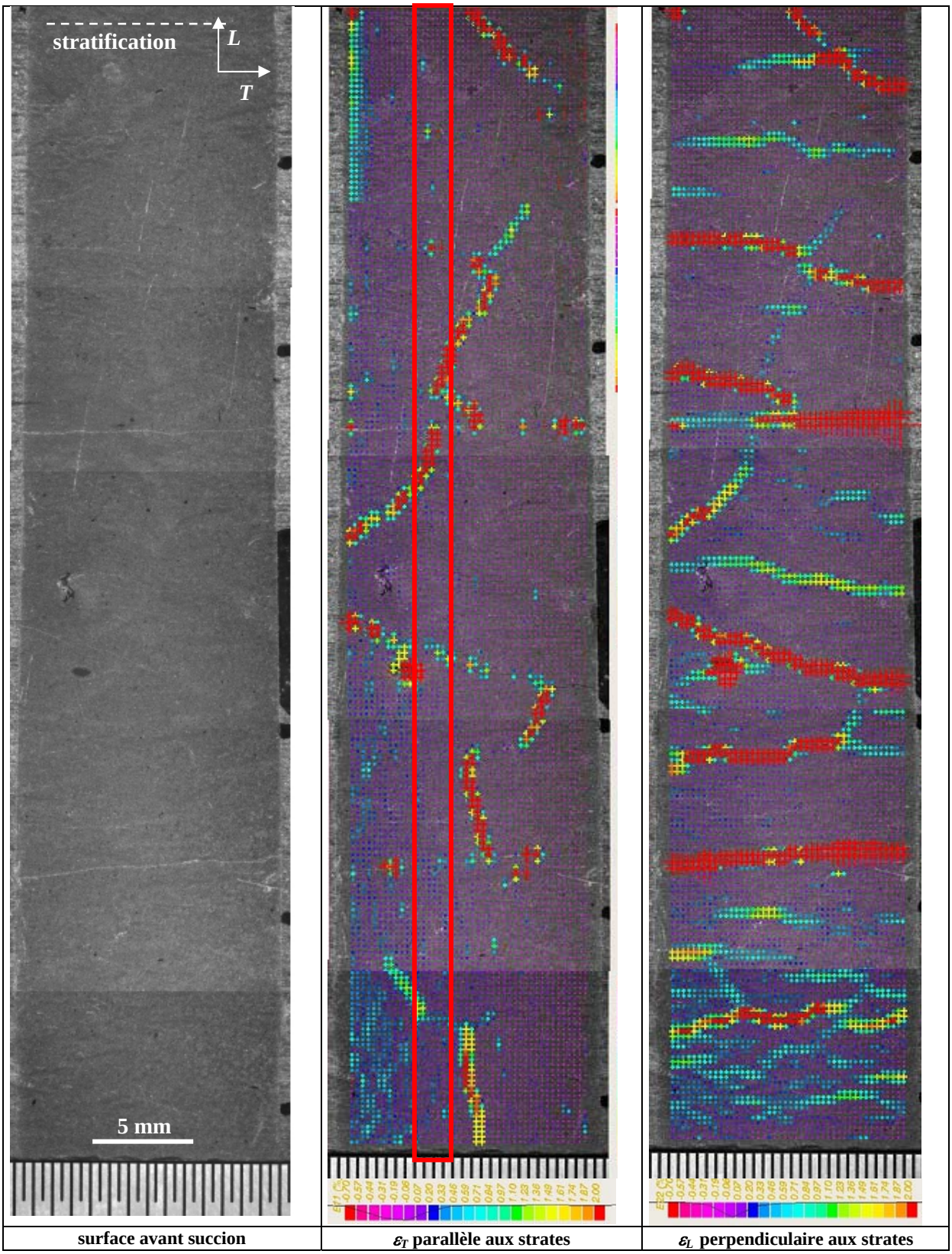
Un comportement similaire d'extension est observé pour l'humidité à 76% RH mais sans fissuration *hydrique* associée (Figure 11.19).

***humidités de 44 et 32% RH***

**Pour ces deux niveaux d'humidités asséchantes, l'éprouvette est globalement en contraction** (Figure 11.20 et Figure 11.23) **avec des zones assez fortement comprimées avec refermeture des fissures existantes horizontales** de l'ordre de 5 µm (valeur estimée à partir des déformations localisées sur la fissure et à partir de la base de mesure de 530 µm) (Figure 11.21). Ainsi, d'après l'ouverture initiale de l'ordre de 4 à 5 µm estimée sur la Figure 11.14, la refermeture de ces fissures est totale. A l'échelle Micro DIC (Figure 11.22), à 44 % RH, les champs de déformation sont hétérogènes et superposés à la nature composite de la roche. Ainsi, nous mettons en évidence que :

- sur les grains de taille importante (> 50 µm) de mica et de carbonates, quasiment aucune déformation n'est mesurée.
- sur les zones à forte dominance d'argiles, des déformations anisotropes de contraction sont visibles. Ainsi, il est mis en évidence que **l'argile se contracte préférentiellement dans la direction perpendiculaire aux strates**, ce qui est en cohérence avec les mécanismes que nous avons décrits pour les propriétés de prise ou de retrait d'eau des argiles à caractère gonflant (*cf. § 8.1.1*).
- sur certaines zones pyritisées, de l'expansion est visible. Il pourrait s'agir d'une expansion en lien avec une oxydation de la pyrite avec l'air comme illustré par la Figure 8.8. Mais il convient de rester prudent car des artefacts sont possibles, liés à des conditions locales d'imagerie trop détériorées au cours de la succion comme dans le cas de l'hygrométrie à 98% RH, faussant ainsi les calculs de corrélation en Micro DIC.

**Aux différentes échelles investiguées, nous n'avons relevé aucune création de nouvelle micro-fissure pour les humidités de 44 et 32% RH**.

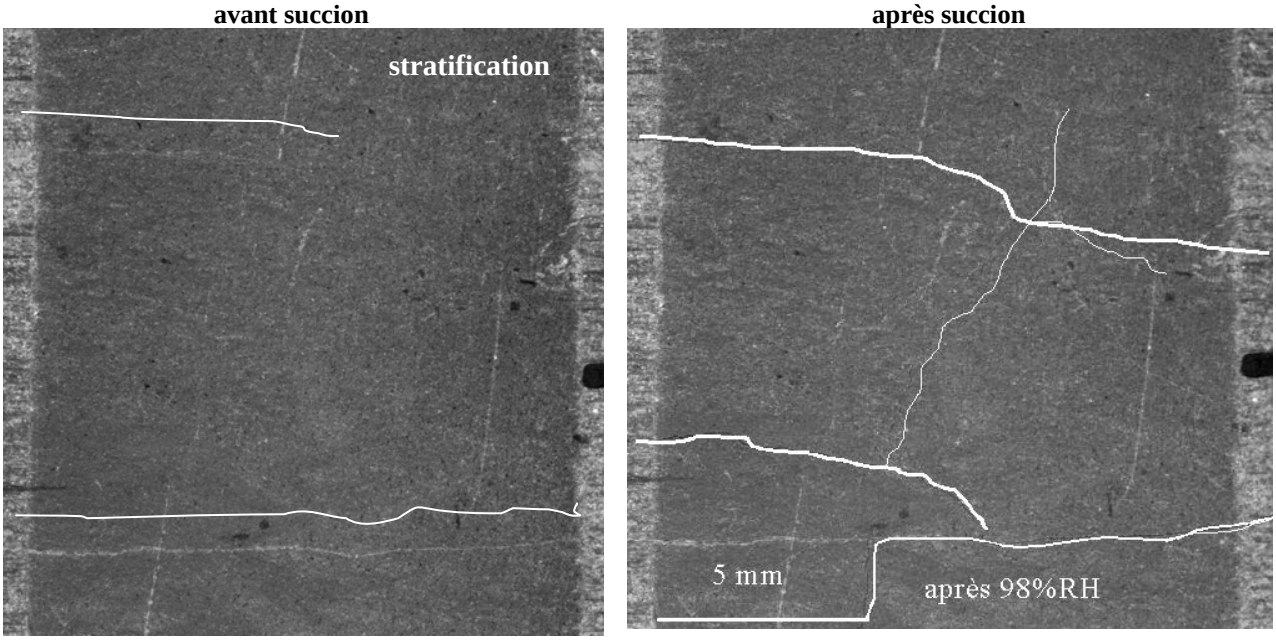



| surface avant succion | $\varepsilon_T$ parallèle aux strates | $\varepsilon_L$ perpendiculaire aux strates |
|---|---|---|

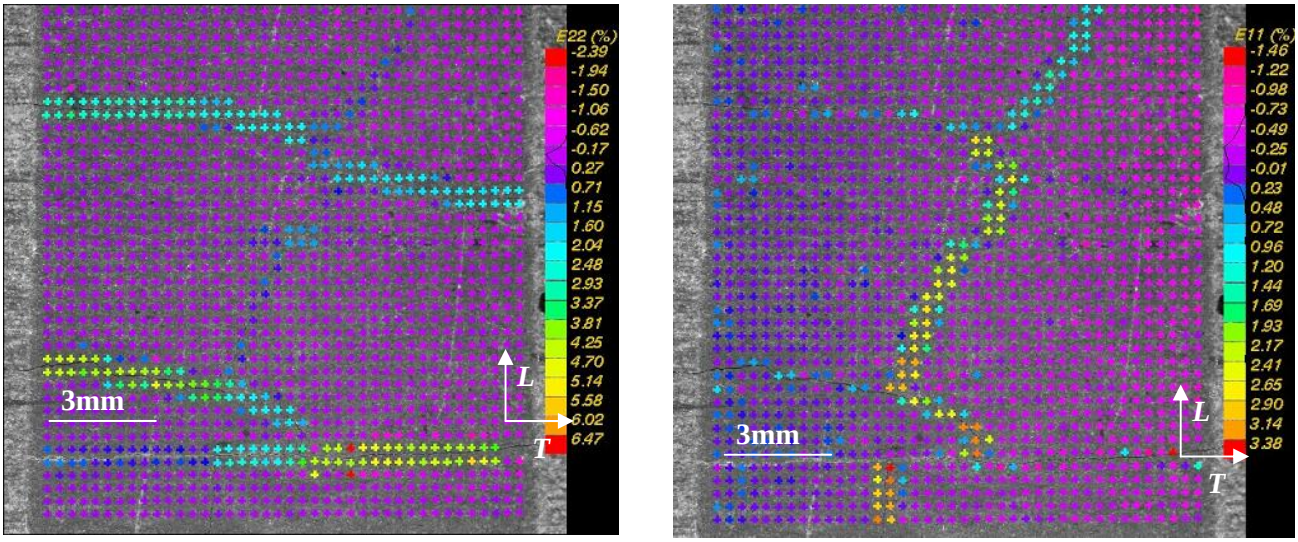
**Figure 11.17 - Cartographies des déformations sur une hauteur complète de l'éprouvette à l'échelle Méso DIC après la succion à 98% RH.**

**L'image de gauche représente le méplat poli observé avant la succion. Se distinguent certaines hétérogénéités minéralogiques ainsi que des fissures *pré-existantes* qui apparaissent en blanc (dont on retrouve les conséquences sur les cartes de déformation, en particulier sur celles de $\varepsilon_L$). Le rectangle rouge sur la cartographie $\varepsilon_T$ correspond à la zone sur laquelle sont estimées $\varepsilon_T$ *(Tableau 11.3)* ; la position spatiale de ce rectangle est déterminée à partir des mesures du gradient des déformations sur le réglet (*cf. Annexe D2*).**

**98% RH**

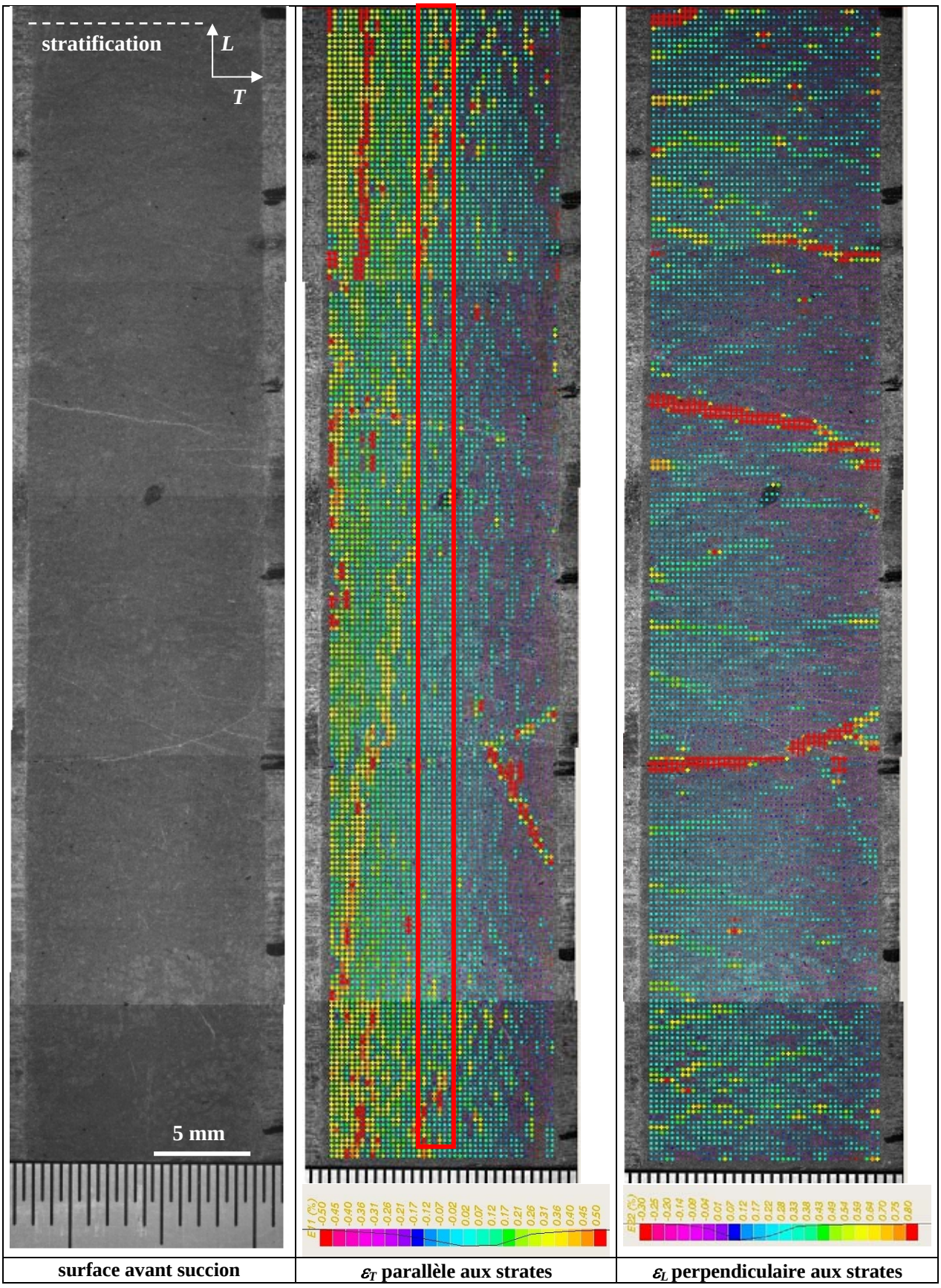



**apparition de nouvelles fissures après succion : les nouvelles fissures principales sont dans des plans horizontaux (⊥ aux strates), des fissures secondaires sont aussi visibles verticalement.**




**cartographie des déformations : à gauche, $\varepsilon_L$ dans le sens vertical (⊥ stratification) et à droite, $\varepsilon_T$ dans le sens horizontal (// stratification) : les champs de déformation révèlent un état global en faible extension lié au gonflement par prise d'eau, et des zones d'extension plus importante, associées à la création de nouvelles fissures.**

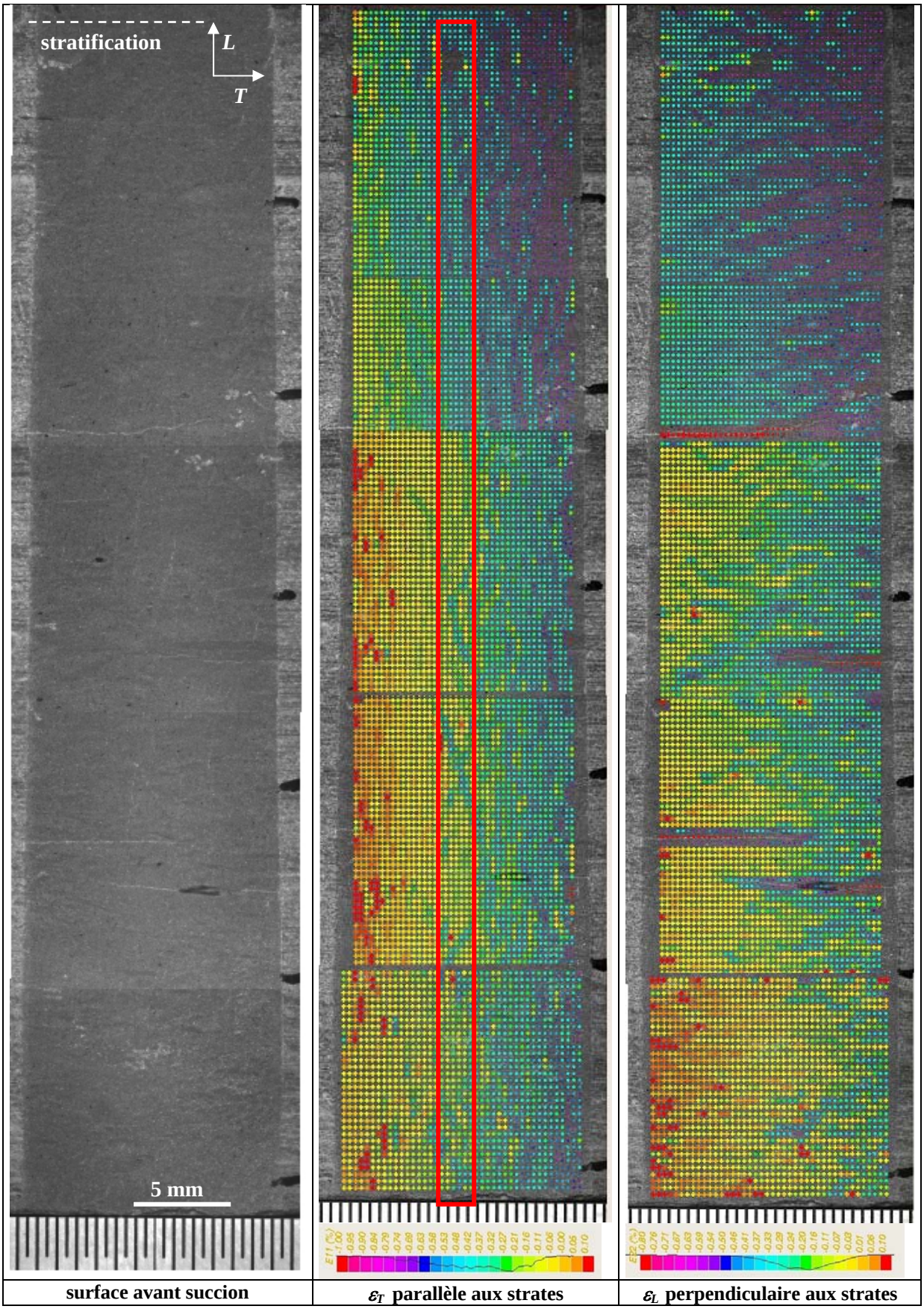
**Figure 11.18 – Détails de la microstructure et des champs de déformation à l'échelle Méso DIC après la succion à 98% RH.**




| surface avant succion | $\varepsilon_T$ parallèle aux strates | $\varepsilon_L$ perpendiculaire aux strates |
|---|---|---|

**Figure 11.19 - Cartographies des déformations sur une hauteur complète de l'éprouvette à l'échelle Méso DIC après la succion à 76% RH.**

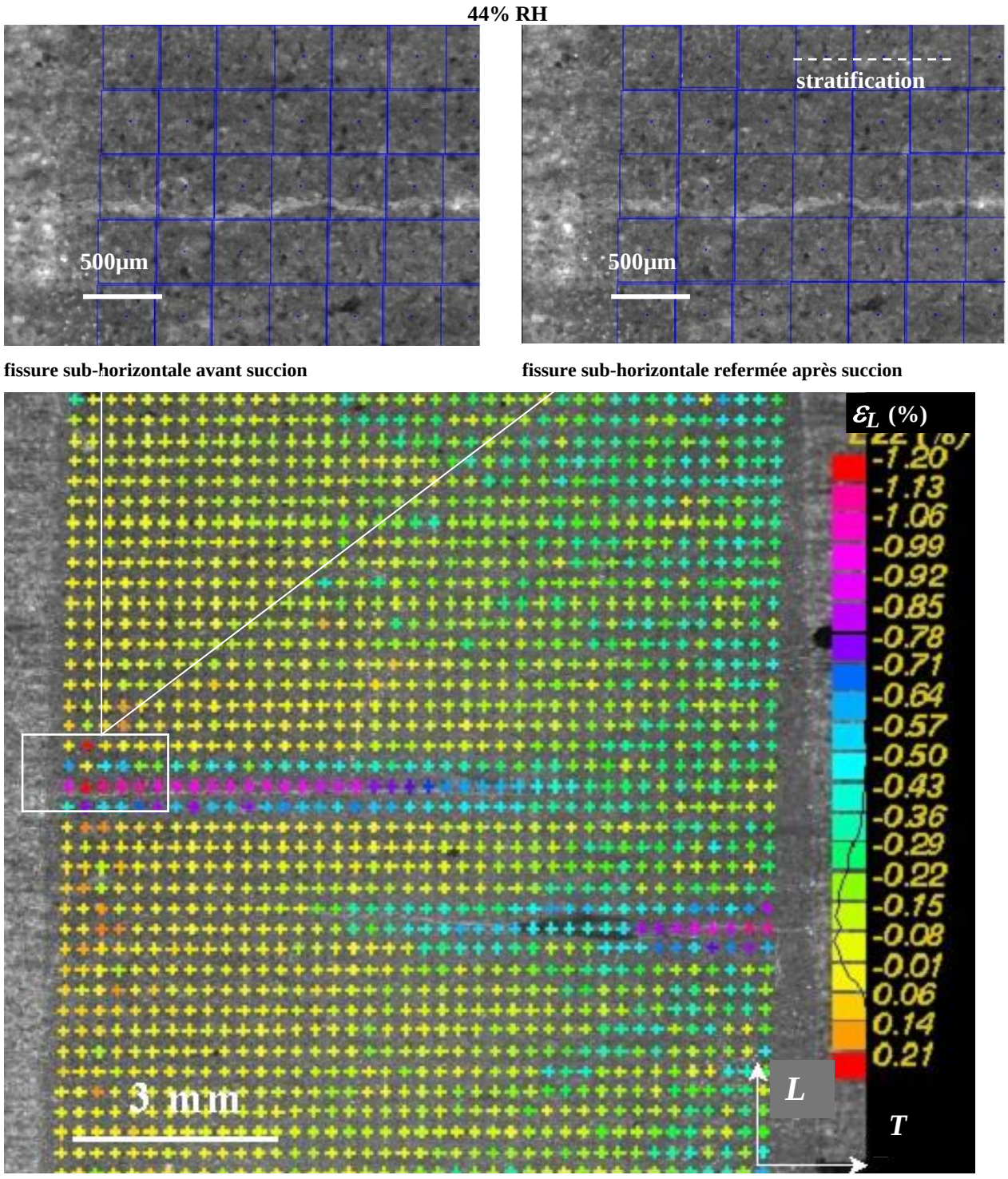
**Voir les commentaires de la Figure 11.17.**




| surface avant succion | $\varepsilon_T$ parallèle aux strates | $\varepsilon_L$ perpendiculaire aux strates |
|---|---|---|

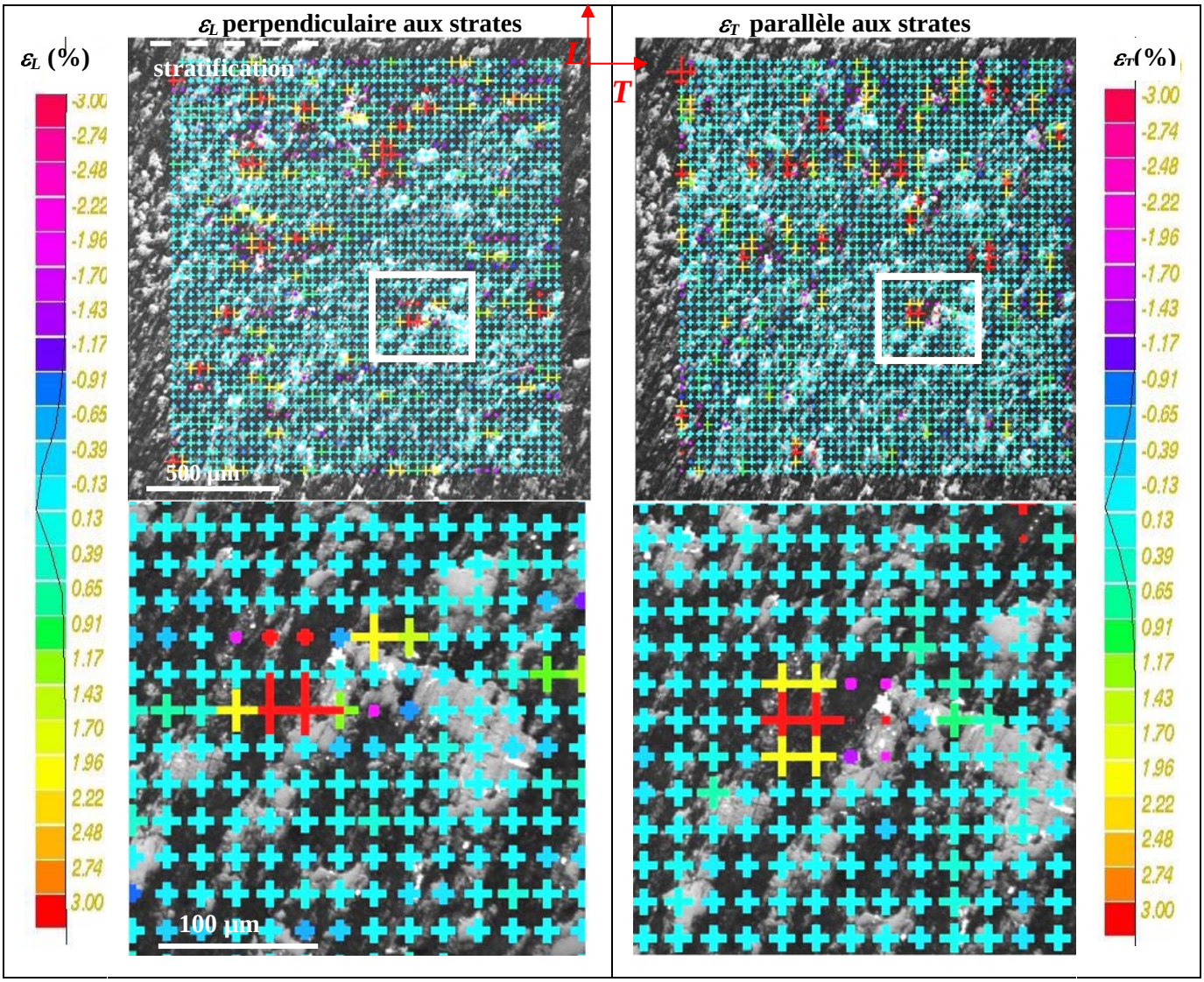
**Figure 11.20 - Cartographies des déformations sur une hauteur complète de l'éprouvette à l'échelle Méso DIC après la succion à 44% RH.**

**Voir les commentaires de la Figure 11.17.**



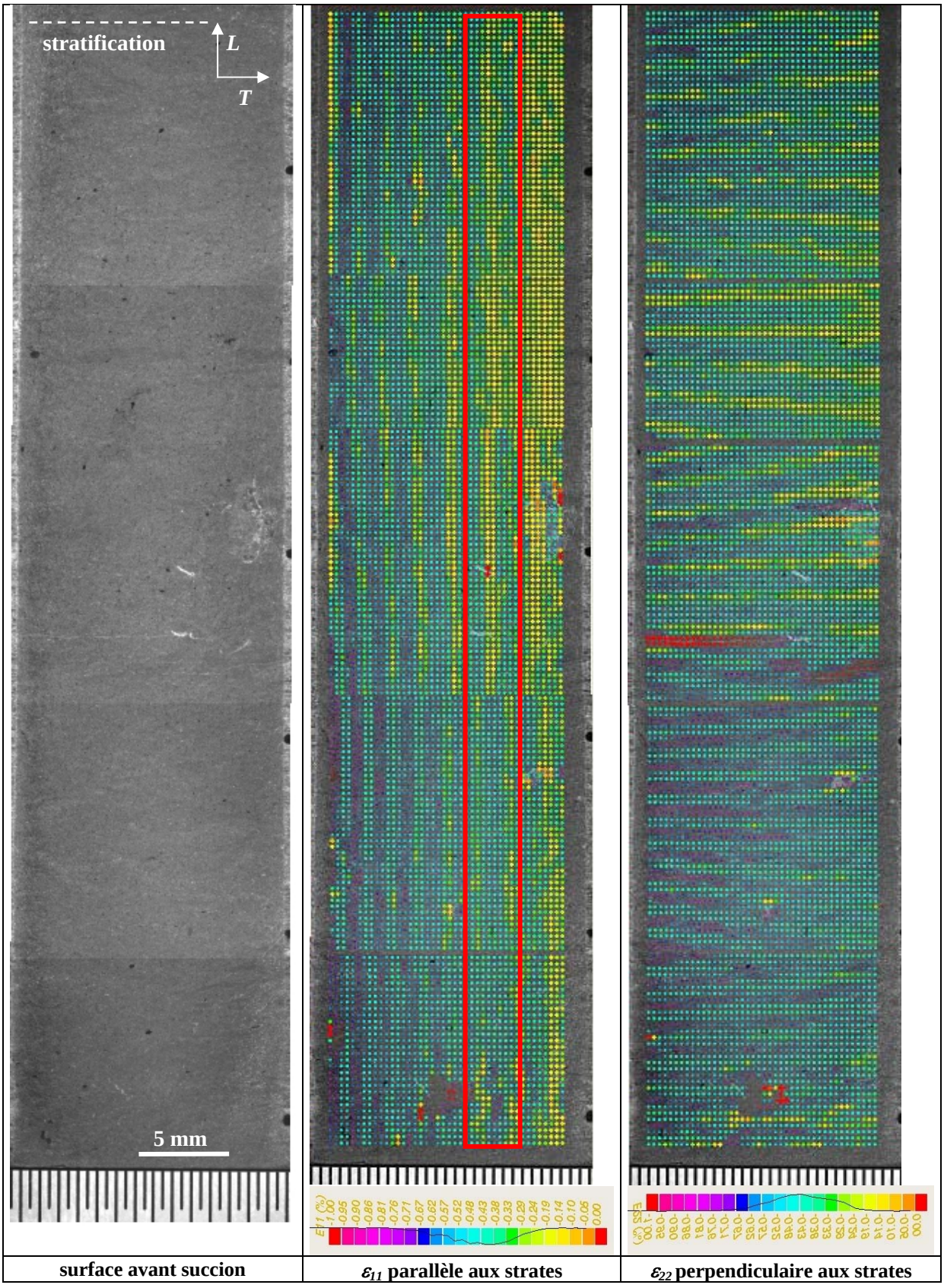

**la surface de l'éprouvette est en compression avec des zones plus comprimées associées à la refermeture des fissures *pré-existantes* (// à la stratification). Le gradient latéral est moins prononcé que dans le cas 98% RH.**

**Figure 11.21 - Détails de la microstructure et des champs de déformation à l'échelle Méso DIC après la succion à 44% RH.**




**les vues inférieures sont des agrandissements de zones sélectionnées dans les cartes de déformation des vues supérieures.**

**Figure 11.22 – Cartographies des déformations à l'échelle Micro DIC (44% RH).**




| surface avant succion | $\varepsilon_{11}$ parallèle aux strates | $\varepsilon_{22}$ perpendiculaire aux strates |
|---|---|---|

**Figure 11.23 - Cartographies des déformations sur une hauteur complète de l'éprouvette à l'échelle Méso DIC après la succion à 32% RH.**

**Voir les commentaires de la Figure 11.17.**

***conclusion***

Globalement, **les déformations sont corrélées aux hétérogénéités constitutives de la roche, présentes aux diverses échelles d'observation**, comme les fissures pré-existantes, les grains de grande taille de mica ou de carbonates, les zones pyritisées (sur bioclaste) et à la nature propre des phases qui confère à la microstructure une distribution composite et contrastée.

**Les déformations d'origine hydrique sont anisotropes aussi bien à l'échelle globale que à l'échelle microscopique pour les zones argileuses** en particulier. Il apparaît clairement que **la direction perpendiculaire à la stratification sub-horizontale est une direction priviliégiée de déformation**.

**Pour des humidités élévées, les fortes déformations d'expansion traduisent à la fois un fort gonflement des zones argileuses, associé à la prise d'eau, et une fissuration d'origine hydrique.**

**Les succions plus importantes conduisent à des contractions anisotropes sans fisssuration associée**. **L'extensométrie à l'échelle microscopique met en évidence que les grains de carbonates et de quartz évoluent peu au cours des succions et que les agrégats argileux présentent des déformations de retrait et de gonflement anisotropes sans décohésion visible entre zone argileuse et grains autres.**

Comme précédemment à partir des mesures par jauges (Figure 11.7), nous pouvons tracer les évolutions des déformations en fonction de l'humidité relative et de la teneur en eau normalisée pour différentes zones d'intérêt. Nous choisissons de suivre les déformations sur les champs globaux observés en Méso DIC et sur des zones exemptes de fissures à cette même échelle. Il s'agit seulement d'émettre des tendances car les données chiffrées doivent être considérées plutôt à titre indicatif, en particulier celles sur les déformations transverses.

Sur la gamme de teneur en eau normalisée [0,35-0,85], les déformations évoluent de façon quasi-linéaire avec la teneur en eau normalisée (Figure 11.24). Sur les champs globaux en Méso DIC, les déformations axiales à $\tilde{w}_s$ =1 s'écartent de la linéarité précédente en étant légèrement supérieures mais restent très inférieures aux données des jauges. A l'humidité de 98% RH, en comparant les déformations axiales obtenues en extensométrie sur les champs globaux et les zones exemptes de fissures, nous pouvons déterminer la contribution des fissures sur le comportement macroscopique : à 98% RH, globalement, le gonflement des zones non fissurées perpendiculairement aux strates est de l'ordre de +0,15% et les créations-ouvertures des fissures d'origine hydrique "*rajoutent une déformation macroscopique*" de l'ordre de 0,15%.

A l'hygrométrie de 98% RH et pour les déformations axiales, l'écart entre les mesures globales en Méso DIC (peu sujettes à des erreurs de positionnement de l'éprouvette) et les jauges (Figure 11.24) pourrait être dû soit à un comportement local différent entre les surfaces imagées et celles sous la jauge, soit à une sur-estimation des mesures par jauges causée par une prise d'eau de la colle traduisant alors une expansion. Par contre, pour les hygrométries plus basses, nous pouvons noter la bonne concordance entre les données d'extensométrie optique et les jauges.

Au niveau des techniques et des montages employés, le positionnement des surfaces observées serait à améliorer par une conception plus précise que celle employée. De plus, les résultats montrent qu'il est indispensable d'acquérir des images continûment au cours des succions. Cela permettrait de déterminer les conditions d'apparition de la fissuration pour les hautes humidités, ce qui ne peut être fait à partir des seules images *ante* et *post* succion.

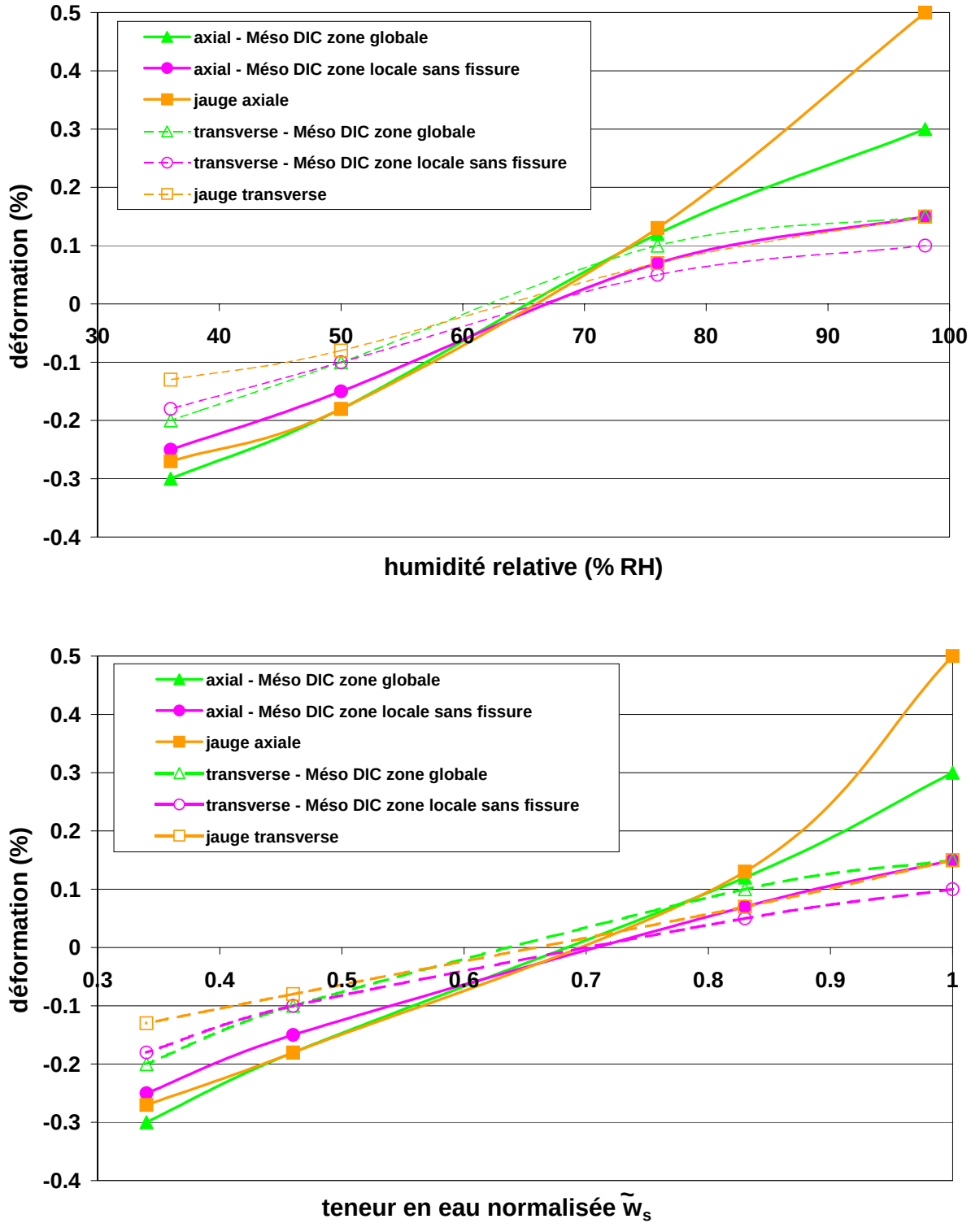



**Figure 11.24 - Déformations sur différentes zones d'intérêt en fonction de l'atmosphère hydrique imposée.**

### 11.1.3.3 - Evolution des célérités ultrasonores

Un paramètre simple à mesurer, traduisant les évolutions de la roche au cours des sollicitations hydriques, est la célérité de propagation des ondes ultrasonores. Les évolutions des célérités peuvent être associées :

- à l'état de remplissage des pores (célérité moins véloce lorsque la phase gazeuse remplace l'eau liquide dans les pores),
- à une densification par contraction (célérité plus véloce),
- à une fissuration (célérité plus lente ou une impossibilité de transmission de l'onde).

Les célérités sont mesurées sur les éprouvettes en mode principal *P*, antérieurement $V_{Pi}$ et postérieurement $V_{Ps}$ à chaque succion *s* imposée, selon l'axe de l'éprouvette orientée selon la direction $\theta = 90°$ (l'onde se propage donc perpendiculairement aux strates).

Les succions importantes provoquent une chute importante des célérités par rapport à la célérité de l'état initial (Figure 11.25). Nous disposons de trop peu de points sur des niveaux hydriques intermédiaires pour déterminer une loi d'évolution de la célérité en fonction de l'humidité imposée. La célérité après la succion à 98% RH, succion inférieure à celle de l'état initial comme nous le déterminons ultérieurement, est à relier à la micro-fissuration observée, en plus de la présence d'eau en quantité importante (d'ailleurs, pour une éprouvette à ce niveau d'humidité, cette micro-fissuration sub-horizontale qui était visible à l'œil nu, a rendu impossible la transmission de l'onde ultra-sonore). Finalement, la mesure des célérités semble confirmer que les fissurations observées par les méthodes optiques sont bien des phénomènes de volume et non seulement surfaciques.

Par la suite, nous reviendrons plus en détails sur les évolutions des célérités selon l'état hydrique de la roche (avec des états hydriques intermédiaires et selon différents chemins hydriques).

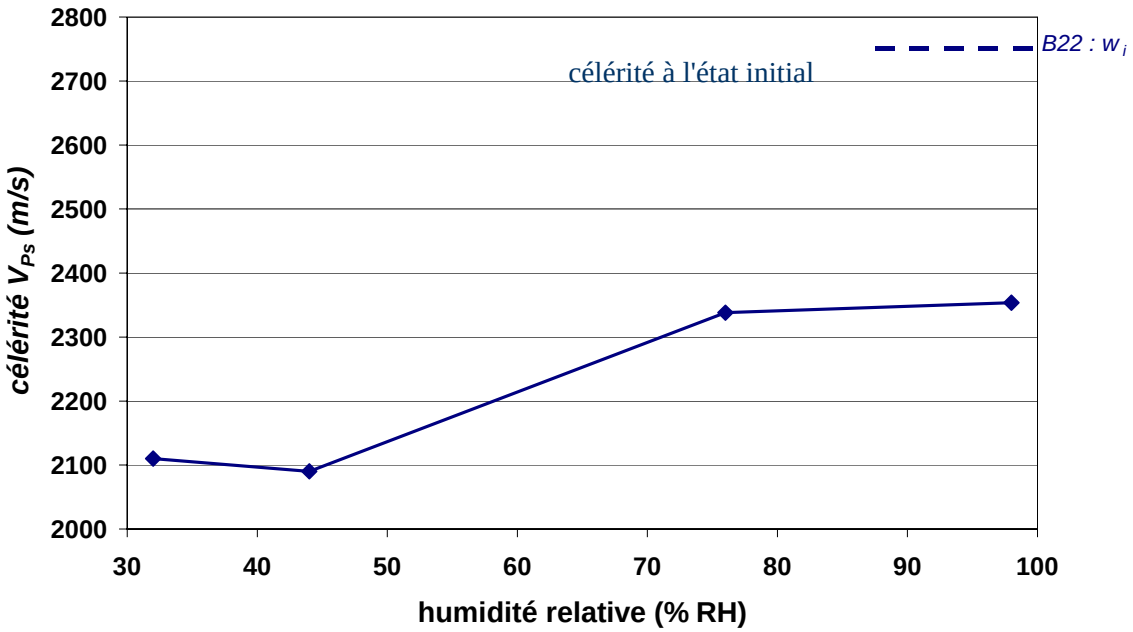



**Figure 11.25 – Evolution des célérités acoustiques en fonction de l'humidité pour les désaturations mono-palier.**

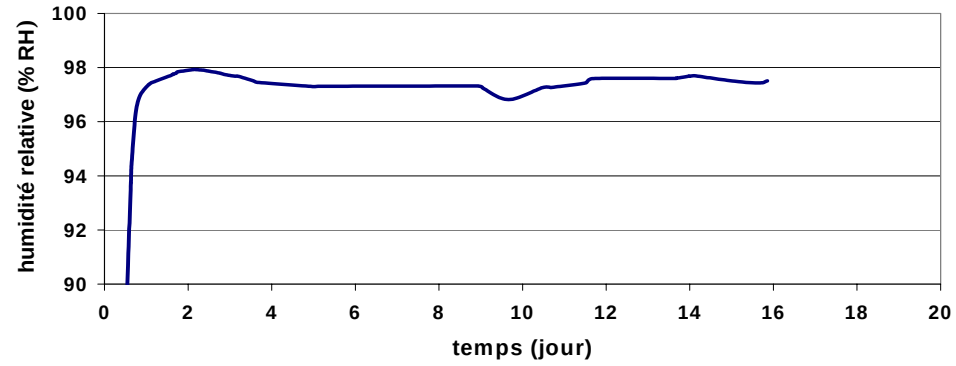
### 11.1.3.4 - Suivi par émission acoustique

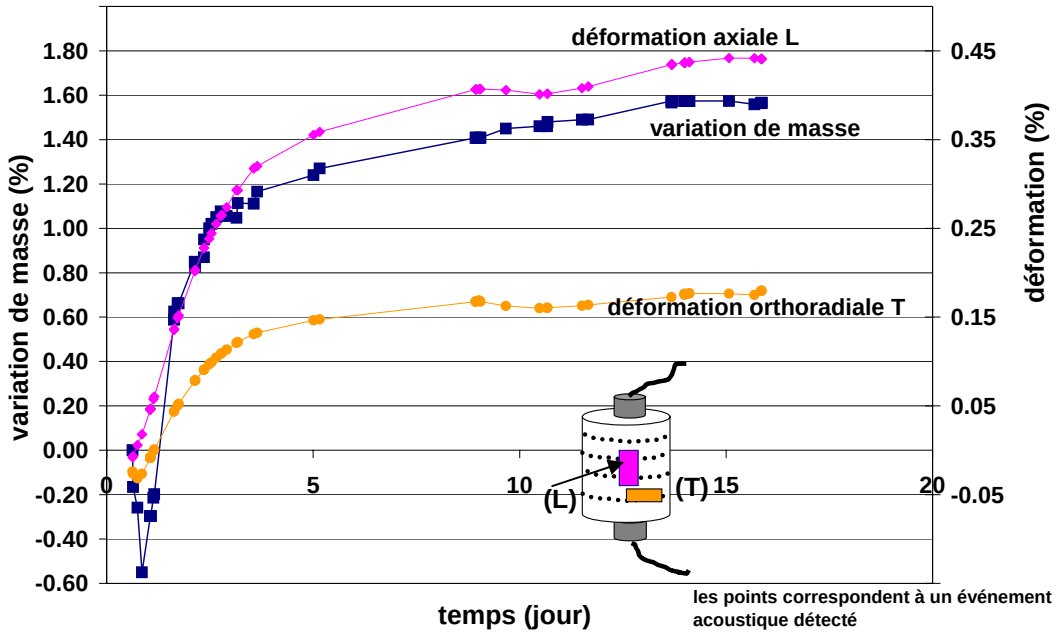
L'écoute acoustique nécessitant de monopoliser le banc acoustique pendant une durée longue (un mois typiquement), nous n'avons réalisé ce suivi que pour un seul palier de succion. Les évolutions microstructurales précédentes ayant mis en évidence de la fissuration pour les succions faibles, nous avons choisi d'enregistrer les émissions acoustiques au cours du transfert hydrique entre l'état initial et l'humidité de 98% RH.
Au cours de cette succion, l'activité acoustique est suivie en continu, en plus des enregistrements de la masse et des déformations par jauges. L'éprouvette testée provient de la cellule *B*.

L'activité acoustique (Figure 11.26-a) est importante en nombre d'évènements dès les premiers jours de la succion (soit pendant les 5 premiers jours). Au delà, quand les variations pondérales et géométriques sont sur leur palier de stabilisation, les évènements acoustiques sont moins nombreux et leurs énergies plus faibles. Au niveau de la forme des signaux, le nombre de coups par signal (Figure 11.26-b) traduit aussi les mêmes tendances que l'énergie des signaux, les sauts d'énergie étant associés à des nombres importants de coups.
Ces mesures qu'il conviendrait de valider sur d'autres enregistrements, semblent mettre en évidence que la fissuration serait un phénomène qui se produirait dès les premiers stades de la succion à 98% RH lorsqu'il existe un gradient hydrique important entre le cœur et la surface extérieure de l'éprouvette.

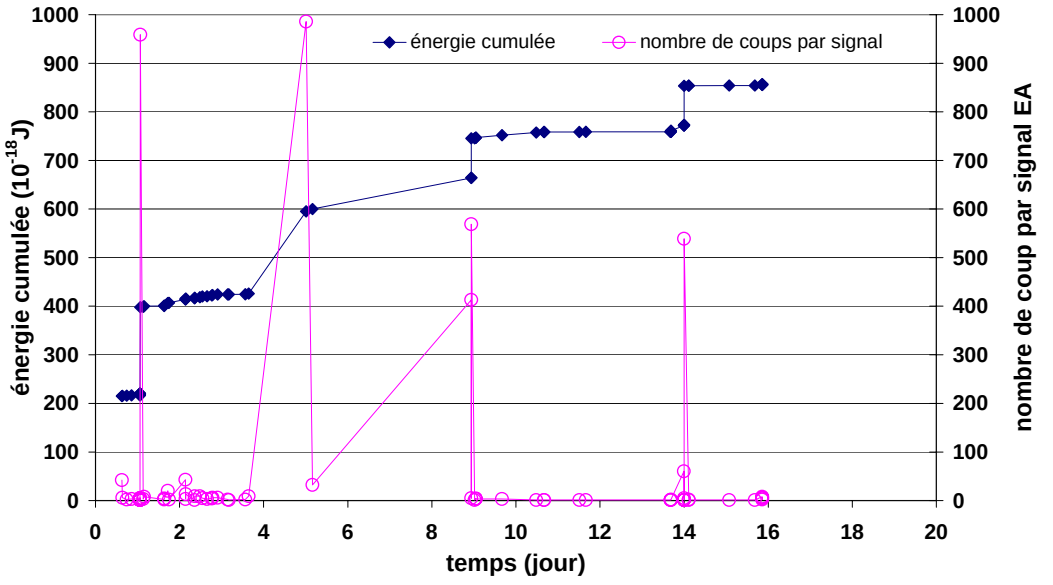
De plus, étant donnée la position des capteurs centrée sur les faces de l'éprouvette (Figure 11.26-a), les enregistrements acoustiques proviennent du cœur de l'éprouvette. Ainsi, tout comme les mesures de célérité, les émissions enregistrées tendent à confirmer que les micro-fissures créées par les fortes humidités et observées par les méthodes optiques précédentes, sont bien un phénomène qui affecte le volume de l'éprouvette.

Dans le futur, il serait intéressant de corréler ces enregistrements acoustiques à des cartographies de déformations en cours de succion afin de mieux appréhender la fissuration.




**(a)**




**(b)**

**Figure 11.26 – Paramètres physiques et signatures acoustiques en fonction de la durée de la succion à 98% RH.**

### 11.1.4 - Domaines de saturation et succion initiale

La Figure 11.27 présente les courbes de retrait pour deux éprouvettes des cellules *A* (courbe en bleu) et *B* (courbe en rouge) dans la phase de désaturation. Sont également reportés la courbe d'égale variation de volume spécifique et de teneur en eau (droites en pointillés), ainsi que le volume spécifique et la teneur en eau à l'état initial. La droite d'égale variation de volume et de teneur en eau (de pente égale à $1/\rho_{eau}$) a une ordonnée à l'origine à l'inverse de la masse volumique des grains solides $\rho_{grains\ solides}$ (déterminée au *§ 8.3.3.1*). Cette droite permet de déterminer l'intervalle sur lequel les échantillons développent un comportement de type sol saturé. Le volume spécifique porté en ordonnée correspond au volume total de l'échantillon rapporté à la masse sèche de celui-ci.

Malgré le faible nombre de points en particulier pour les fortes teneurs en eau, les courbes de retrait sont composées de deux segments de droite, comme classiquement observé sur les sols. Pour les teneurs en eau les plus fortes, la pente est inférieure à $1/\rho_{eau}$, ce qui laisse présager que le point d'entrée d'air est dépassé. Ceci est à associer à la fissuration observée dans les cas des fortes humidités. Nous voyons bien la difficulté de déterminer une limite de retrait dans un tel cas. Cependant, comme le propose Daupley [DAU 97], nous tentons de définir une limite de retrait approchée par l'intersection entre la tangente à la plus faible pente de la courbe de retrait, et la droite théorique de pente $1/\rho_{eau}$ et d'ordonnée à l'origine $1/\rho_{grains\ solides}$.
Ainsi, nous pouvons estimer les valeurs des teneurs en eau pour cette limite de retrait qui sont de 6,10 et 6,50% respectivement pour les cellules *A* et *B*, soit pour des humidités proches de 70% RH. Elles sont donc légèrement inférieures aux teneurs en eau de l'état initial qui sont de 6,32 et 6,60% pour ces mêmes cellules respectivement. Pour la cellule *B*, en reportant la teneur en eau normalisée à la limite de retrait (qui vaut $\frac{6,50}{8,80}=0,74$) sur la Figure 11.6, nous obtenons une humidité associée à la limite de retrait de l'ordre de 66% RH.
Au delà de cette humidité, nous pouvons définir un domaine de saturation avec toutefois l'ambiguïté signalée précédemment à propos de la fissuration. Il faut sous-entendre dans cette notion de saturation que, hormis ces fissures *hydriques* (ces fissures créées par la succion sont non-intrinsèques à la roche car elles sont dictées par la structure et la géométrie particulière que constitue l'éprouvette), il n'y a pas de porosité exempte d'eau liquide. En deçà de 70% RH, la roche est dans le domaine de désaturation pour lequel se produisent à la fois la refermeture des fissures et le remplacement d'eau liquide par du gaz.

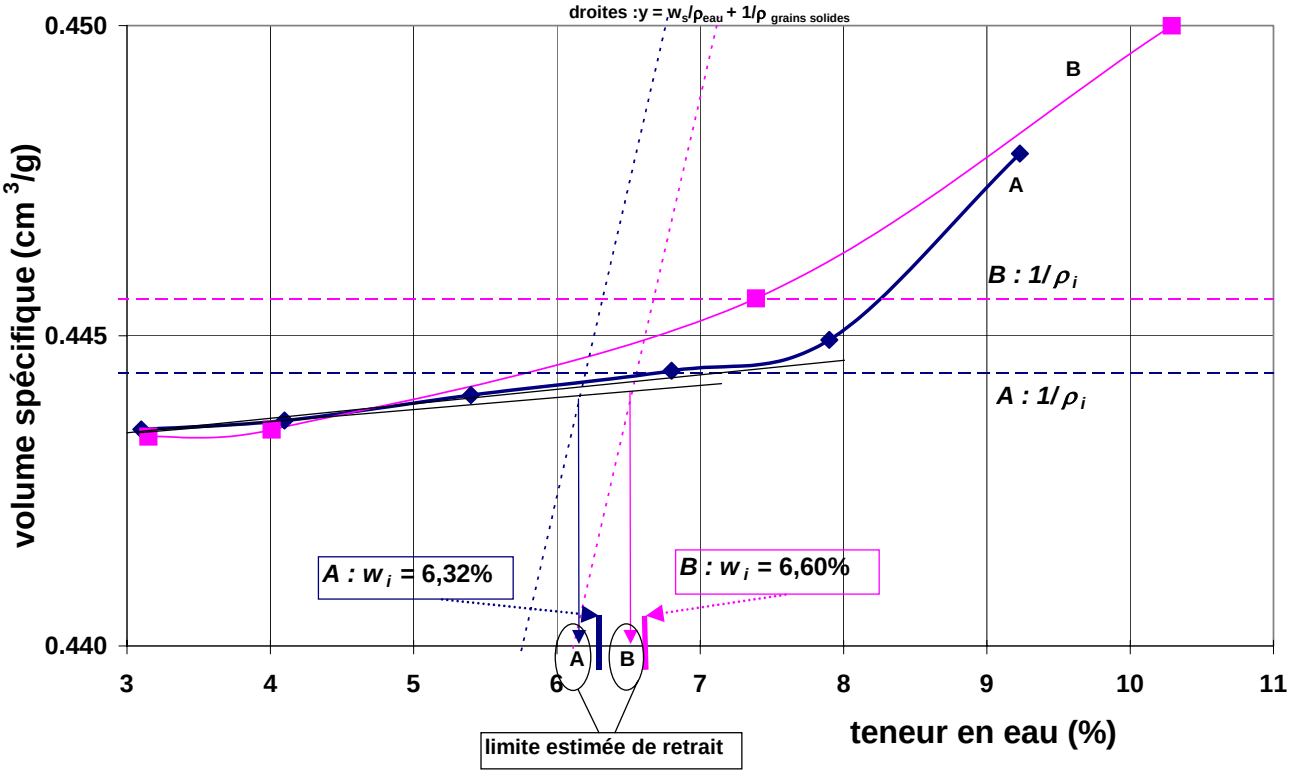
En considérant des variations nulles de masse (*critère* $\alpha$[9]) ou de déformations (*critère* $\beta$) sur les Figure 11.5 et Figure 11.6, ou en reportant sur la courbe de retrait, la teneur en eau $w_i$ et le volume spécifique $1/\rho_i$ à l'état hydrique initial (Figure 11.27), nous pouvons estimer l'état de succion initiale de la roche ainsi que l'hygrométrie pour laquelle la roche dans son état hydrique initial serait en équilibre hydrique (*i.e.* sans variations massique ou géométrique). Les données sont rapportées dans le Tableau 11.4. Ainsi, nous pouvons conclure que **la roche est saturée dans son état de réception au laboratoire, avec toutefois une limite de retrait proche de l'état hydrique initial**. Malgré les inévitables perturbations hydriques qui tendent à désaturer la roche (prélèvement, stockage, préparation au laboratoire), celle-ci n'aurait pas perdu une quantité d'eau assez suffisante pour être désaturée, ce qui signifie en d'autres termes, que les pores sont exempts d'air et ainsi que des phénomènes d'altération (avec l'oxygène ambiant entre autre) n'ont pas été activés avant les essais de succion.

Selon les succions imposées, pour les cellules *A* et *B*, nous pouvons ainsi qualifier les états hydriques comme suit :

- pour les **hygrométries de 90 et 98% RH, la roche est saturée,**
- pour les **hygrométries autour de 70% RH**, **la roche est proche de la limite de retrait**,
- pour les **hygrométries plus sèches** mises en œuvre (44 et 32% RH dans notre cas), **la roche est partiellement désaturée**.

[9] Les critères $\alpha$ et $\beta$ ont été définis précédemment en début de *Chapitre*.

Par la suite, nous adoptons cette classification pour les domaines de saturation.




| cellule | courbe de retrait | droite d'égale variation de volume spécifique et de teneur en eau | volume spécifique à l'état initial | tangente à la plus faible pente |
|---|---|---|---|---|
| ***A*** | ◆ | ⋰ | – – – | ——— |
| ***B*** | ■ | ⋰ | – – – | ——— |

**Figure 11.27 – Courbe de retrait volume spécifique – teneur en eau pour des éprouvettes des cellules *A* et *B*.**

**Tableau 11.4 – Teneurs en eau et hygrométries associées à l'état hydrique initial et à la limite de retrait.**

| cellule | état hydrique initial | | limite de retrait | |
|---|---|---|---|---|
| | teneur en eau à l'état initial $w_i$ % | hygrométrie en équilibre avec l'état initial % RH | teneur en eau à la limite de retrait % | hygrométrie en équilibre à la limite de retrait % RH |
| *A* | 6,32 | 72 (α) | 6,15 * | 68 ** |
| *B* | 6,60 | 69 (α) 65 (β) | 6,45 * | 66 ** |

**(α) critère α sur les évolutions de masse. (β) critère β sur les évolutions des déformations.**
*** données issues de la Figure 11.27. ** données estimées à partir des données précédentes et de la Figure 11.5.**

### 11.1.5 - Synthèse sur les effets des succions monotones

De façon synthétique, les résultats de succion monotone depuis l'état hydrique initial jusqu'à des paliers d'humidité de 98, 76, 44 et 32% RH, mettent en évidence les principaux points suivants pour la cellule *B* avec une orientation $\theta = 90°$ :

- les humidités supérieures à 70% RH ont pour conséquence une prise d'eau qui s'accompagne d'expansion volumique. Au contraire pour des humidités en deçà de 70% RH, les transferts hydriques induisent une perte d'eau et une contraction volumique. Dans tous les cas, une anisotropie des déformations par rapport à la stratification sub-horizontale est marquée : les déformations perpendiculaires aux strates sont supérieures d'un facteur proche de 2 par rapport aux déformations selon les strates.

- les domaines de saturation/désaturation ainsi qu'une limite de retrait apparente sont estimés à partir des courbes d'évolution de masse et de déformations en fonction de l'hygrométrie. Ainsi, pour cette cellule, la limite apparente de retrait correspond à une humidité proche de 70% RH, délimitant ainsi les domaines saturé et non saturé.

- outre la corrélation avec la stratification, les déformations *hydriques* associées aux évolutions pondérales sont corrélées à l'agencement microstructural des différents constituants de la roche :
    - o les grains de quartz-carbonates-micas se déforment peu quelle que soit l'hygrométrie.
    - o les zones à forte dominance d'argiles se déforment fortement avec une anisotropie marquée par rapport à la stratification.

- les niveaux d'humidité des succions conditionnent l'endommagement associé :
    - o les fortes humidités engendrent des fissurations majoritairement orientées selon les plans de stratification. La fissuration semble se produire dès le début du chargement hydrique.
    - o les humidités basses tendent à refermer les fissures pré-existantes sans créer d'endommagement supplémentaire.

Vis-à-vis des conséquences des transferts hydriques imposés par les quatre paliers hydriques (98, 76, 44, 32% RH), trois types de comportement hydrique semblent se distinguer de façon superposée aux domaines de saturation : l'état quasi-saturé à 98%, les états partiellement désaturés à 44 et 32% RH (dont les évolutions des paramètres sont proches) et l'état proche de la limite apparente de retrait à 76% RH.

# 11.2 - Influence du chemin hydrique sur le transfert hydrique

L'influence de l'histoire hydrique est considérée en effectuant les différents chemins reportés sur la Figure 11.1 :

- **paliers successifs de désaturation** sur la gamme [ini→98→32% RH],
- **cyclage hydrique** comprenant une phase de désaturation (6 paliers) suivie d'une phase de resaturation (5 paliers), soit un cycle [ini→98→32→98% RH].

La démarche est similaire à celle présentée précédemment pour les désaturations mono-palier : les paliers hydriques successifs sont établis par la méthode des solutions salines ; un suivi des paramètres physiques est réalisé soit en continu (masse et déformations par jauges), soit à la fin de chaque palier (célérité des ondes). Nous n'avons pas mené d'observation des surfaces et d'extensométrie optique.
Les éprouvettes sont orientées perpendiculairement à la stratification ($\theta = 90°$) et proviennent des cellules *A, B* et *D,* dont les caractéristiques initiales sont données dans le Tableau 11.1.

## 11.2.1 - Effets de paliers successifs en phase de désaturation

En phase de désaturation, pour un niveau donné de succion, nous pouvons soit imposer directement un seul palier hydrique de l'état initial au niveau de succion souhaitée, soit imposer des paliers successifs pour amener la roche au même niveau final de succion (Figure 11.1). Le fait de réaliser des paliers hydriques intermédiaires impose des gradients hydriques plus petits, ce qui peut avoir des répercussions sur la réponse hydro-mécanique (en termes de paramètres de transfert et d'état microstructural).

La Figure 11.28 trace les évolutions des teneurs en eau $w_s$, des déformations induites par les succions et des masses volumiques associées à chaque état hydrique en fonction de l'humidité imposée ou de la teneur en eau induite, pour une désaturation mono-palier et pour une désaturation comportant six paliers successifs sur la gamme [initial→98→32% RH]. Les éprouvettes sont issues de la cellule *B.* Au premier point à 98% RH, les histoires hydriques étant identiques, les valeurs de teneur en eau et de déformations devraient être les mêmes pour les deux éprouvettes. L'écart visible est relativement faible (de l'ordre de 0,5 % en teneur en eau) et peut être attribué aux dispersions minéralogiques qu'il existe au sein d'une même cellule, ainsi qu'aux incertitudes de mesure de la teneur en eau (de l'ordre de 0,3% de teneur en eau comme décrit au *§ 3.2.1*).

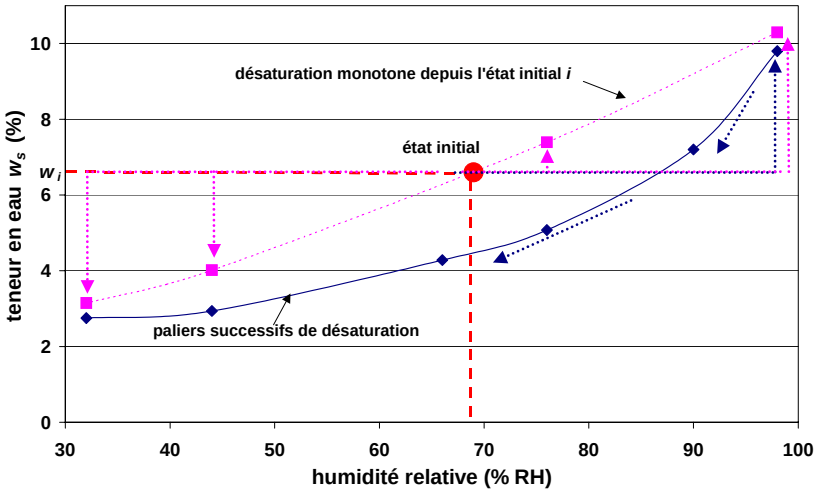
Dans les gammes de succions intermédiaires, **la désaturation effectuée par paliers successifs se traduit par des teneurs en eau plus faibles que par un chemin hydrique direct monotone**, ou en d'autres termes que **pour une humidité donnée, la roche est plus humide si elle subit une désaturation directe** depuis son état initial (Figure 11.28-a). Cependant, pour le dernier palier à la succion la plus élevée (32% RH), les teneurs en eau $w_s$ sont identiques pour les deux chemins hydriques suivis.
Pour les deux histoires hydriques, les déformations induites par les transferts hydriques sont quasi linéaires en fonction de l'humidité en deçà de 76% RH inclus (Figure 11.28-b). Au delà de 76% RH, les déformations s'écartent de la linéarité en étant supérieures et aucune fissuration d'origine hydrique n'a été observée à l'oeil. Sur l'ensemble de la désaturation [98→32% RH], si nous comparons les déformations obtenues selon les deux chemins suivis, nous avons pour la cellule *B* :

monotone : $\varepsilon_{L\ 98\rightarrow 32\%\ RH} = -0{,}75\%$ ; $\varepsilon_{T\ 98\rightarrow 32\%\ RH} = -0{,}28\%$
par paliers : $\varepsilon_{L\ 98\rightarrow 32\%\ RH} = -0{,}60\%$ ; $\varepsilon_{T\ 98\rightarrow 32\%\ RH} = -0{,}20\%$

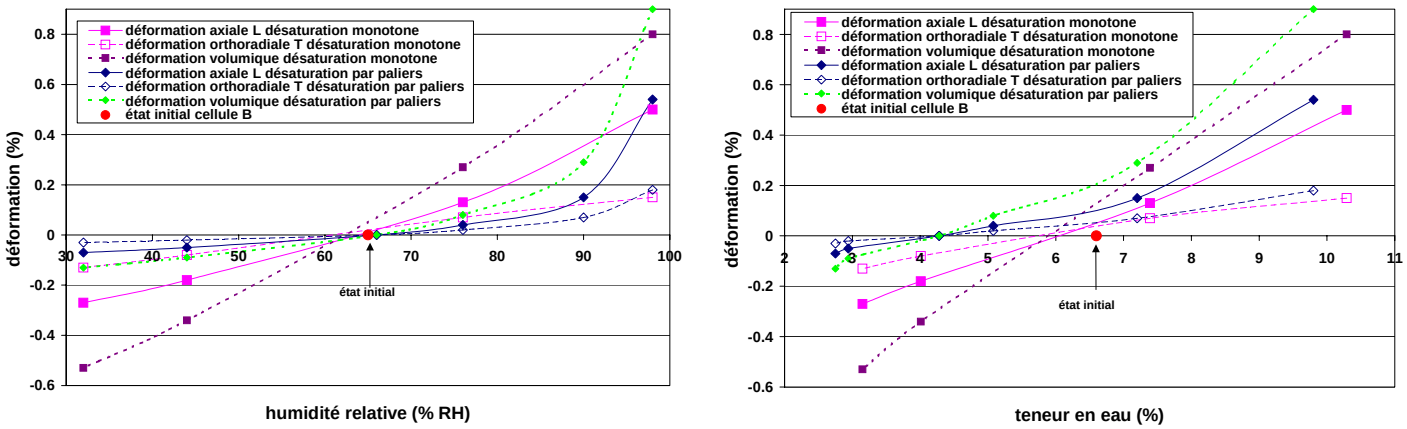
Contrairement aux variations pondérales, il n'y a pas de réversibilité. Les déformations globales moindres sur le chemin par paliers successifs pourraient être liées aux gradients hydriques moins importants entre deux paliers, ce qui pourrait permettre une accommodation des déformations. Cependant il conviendrait de confirmer cette hypothèse sur un plus grand nombre d'essais.
Les masses volumiques qui traduisent à la fois les variations pondérales et volumiques évoluent en fonction de l'humidité à l'identique de la teneur en eau, et de façon linéaire avec la teneur en eau

(Figure 11.28-c). Pour les deux chemins hydriques, les pentes de ces droites sont identiques et le décalage entre les courbes est à incriminer aux différences minéralogiques citées précédemment.

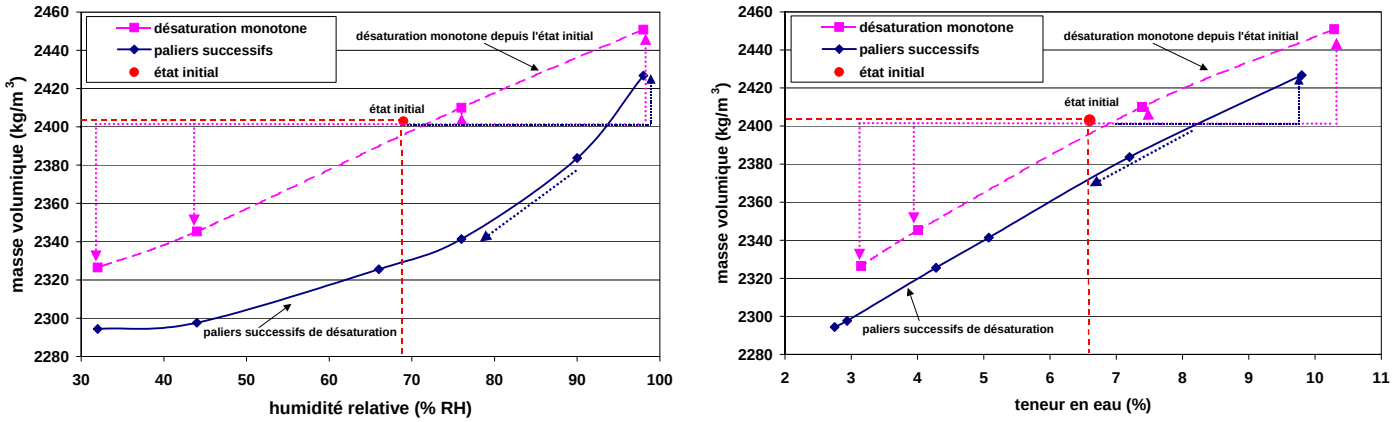
Au vu de l'évolution des différents paramètres, il eût été aussi intéressant d'avoir une désaturation mono-palier à 90% RH depuis l'état initial afin d'établir plus finement les comparaisons entre les deux chemins hydriques, ce qui n'a pu être réalisé par manque de matière.




**(a) teneur en eau en fonction de l'humidité relative selon le chemin hydrique.**




**(b) déformations (jauges) en fonction de l'humidité relative selon le chemin hydrique (les déformations volumiques sont estimées selon l'Equation 7.10).**

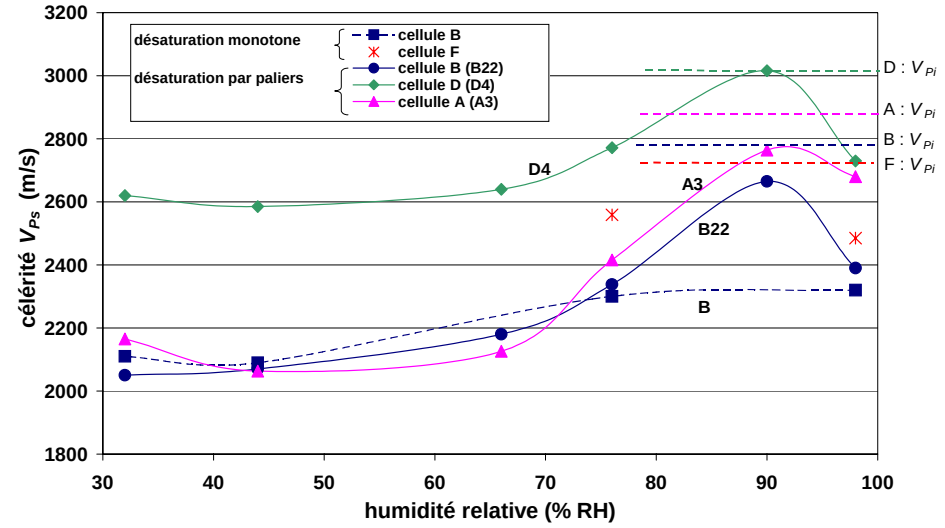



**(c) masse volumique estimée à partir des variations de masse et des déformations volumiques.**

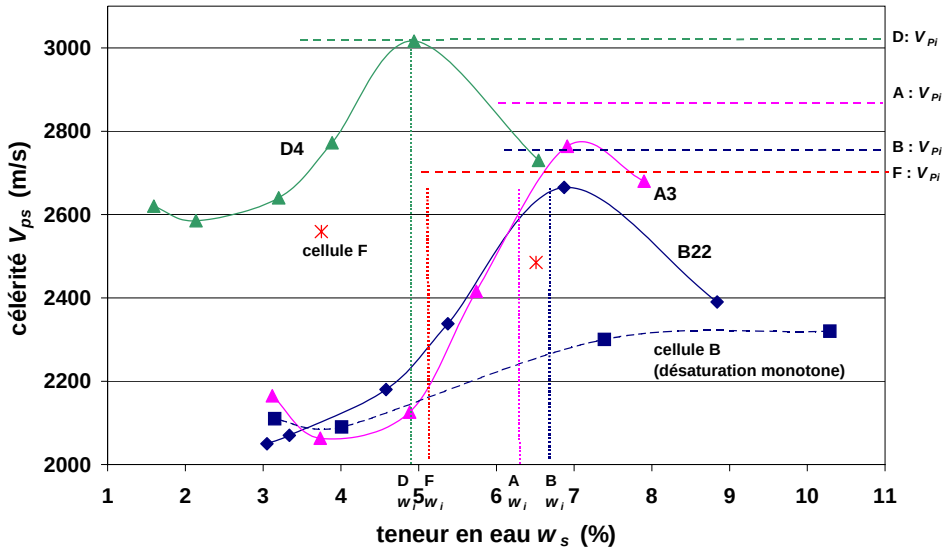
**Figure 11.28 – Comparaison des évolutions des paramètres en fonction de l'humidité selon des chemins mono-palier et par paliers successifs en désaturation (cellule *B*).**

**L'état de référence des déformations est celui de l'état hydrique initial. Les déformations sont mesurées par jauges.**

Les évolutions des célérités en fonction de l'humidité relative imposée ou de la teneur en eau[10] sont en forme de chapeau de gendarme tronqué (Figure 11.29) : l'hygrométrie de 98% RH fait chuter $V_P$ par rapport à l'état initial, puis au cours de la désaturation, la célérité augmente de nouveau vers 90% RH, avant de chuter pour se stabiliser pour des humidités inférieures à 70% RH. Ainsi pour la cellule *B*, il apparaît que **l'histoire hydrique influence les célérités dans le domaine de saturation** (au delà de 70% RH) ; dans le domaine désaturé, l'influence est minime.
Pour les cellules *A* et *B*, les évolutions des célérités n'ont pas d'intersection avec la célérité à l'état hydrique initial (*critère γ*) ; il est cependant difficile d'être très affirmatif car, encore une fois, des points supplémentaires dans le domaine saturé auraient peut-être donné une forme de chapeau de gendarme tronqué plus haute recoupant ainsi la célérité $V_{pi}$. Par contre, pour la cellule *D*, la célérité à 90% RH correspondant à la célérité de l'état initial, il est probable que cette hygrométrie soit en équilibre avec l'état hydrique initial.




**(a)**




**(b)**

**Figure 11.29 – Evolution des célérités (perpendiculaires aux strates) au cours des succions successives pour des éprouvettes prélevées dans les cellules *A*, *B*, *D* et *F*.**

**Les célérités $V_{Pi}$ indiquées correspondent aux valeurs mesurées sur les trois éprouvettes citées après chaque succion.**

[10] Puisque à une humidité donnée, la teneur en eau dépend de l'histoire hydrique, il est plus réaliste de rapporter les célérités en fonction de la teneur en eau.

D'après les célérités des phases constituantes (*cf.* Tableau 8.5) que l'on peut classer selon la nature du matériau, par célérité décroissante, respectivement dans l'ordre suivant : carbonate > quartz > argiles > eau > air, nous pouvons supposer le scénario suivant pour la cellule *B*, scénario illustré par la Figure 11.30 :

- domaine α : pour la succion la plus faible (98% RH), la prise d'eau s'accompagnerait d'un écartement des feuillets argileux (préférentiellement orientés sub-horizontalement) ; l'onde ultra-sonore traverse ces zones fortement hydratées en étant ralentie d'où l'importante chute des célérités. De plus, la micro-fissuration mise en évidence précédemment contribue à ce ralentissement de la transmission.
- domaine β : lorsque la succion augmente (autour de 90% RH), les feuillets se rapprochent, de l'eau est expulsée et les micro-fissures créées par la succion précédente (98% RH) tendent à se refermer. Ces deux phénomènes contribuent à une propagation de l'onde dans un milieu plus homogène et moins discontinu, ce que traduit l'augmentation de la célérité.
- domaine γ : pour les succions plus élevées conduisant à des états partiellement désaturés (en deçà de 70% RH), la phase aqueuse devient progressivement discontinue avec de l'air pénétrant dans la roche par vidange partielle des pores : les célérités diminuent de façon linéaire en première approximation.

Cependant, d'après cette interprétation, la célérité maximale serait attendue pour des états hydriques proches de la limite de retrait apparente pour laquelle le matériau présente la compaction maximale soit sans fissure et avec des pores de volume réduit contenant exclusivement de l'eau liquide. Les résultats obtenus mettent en défaut cette hypothèse dans le domaine saturé.

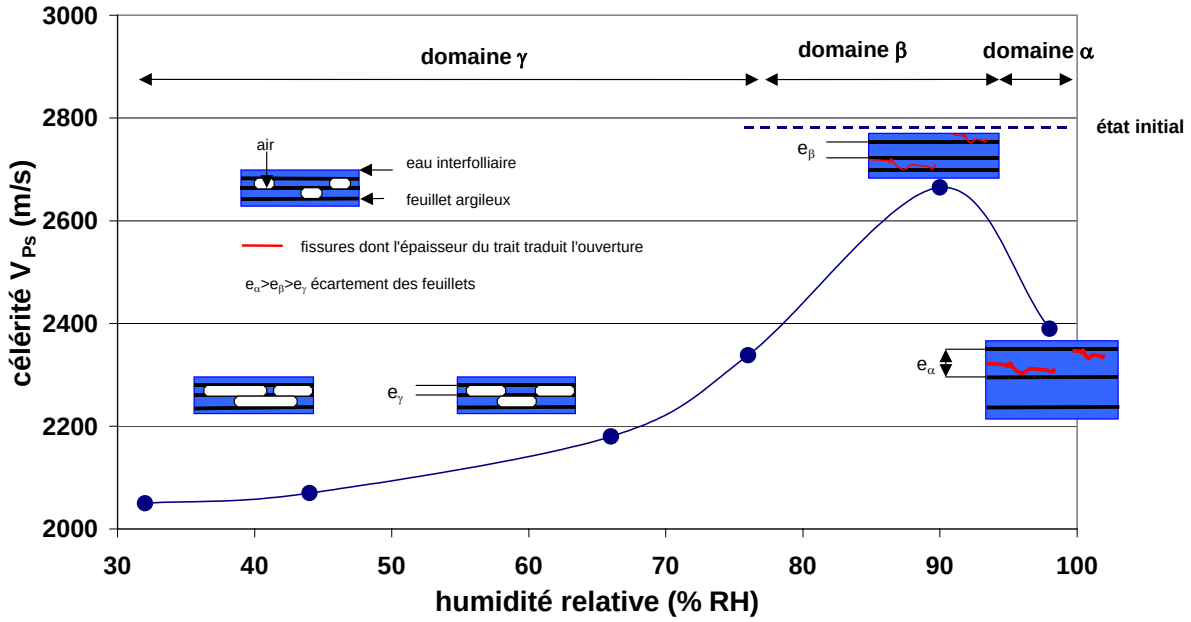



**Figure 11.30 – Représentation schématique des phases (eau et air) autour des feuillets argileux, superposée à l'évolution des célérités au cours de la désaturation.**

Des mesures de célérité effectuées sur l'argilite de Tournemire par Valès *et al.* [VAL 04] donnent des tendances tout à fait similaires dans le cas de l'orientation $\theta = 90°$ (Figure 11.31).

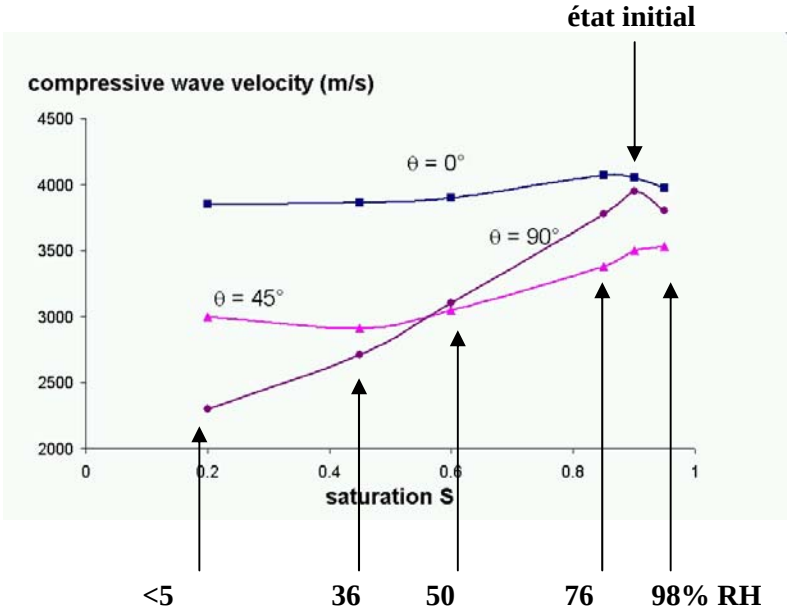



**Figure 11.31 – Evolutions de la célérité en fonction du degré de saturation pour l'argilite de Tournemire selon trois orientations $\theta$ par rapport à la stratification [VAL 04].**

**Les hygrométries sont mentionnées à titre indicatif. Nous reviendrons ultérieurement sur les évolutions de la célérité pour les orientations $\theta = 0$ et $45°$ lorsque nous aborderons l'influence de l'orientation sur le transfert.**

## 11.2.2 - Effets d'un cyclage hydrique

Afin de considérer l'influence du cyclage hydrique, nous effectuons un suivi des paramètres physiques tout d'abord sur une phase de désaturation avec six paliers successifs, puis sur la phase de resaturation comportant les six mêmes paliers hydriques. Comme énoncé en début de *Chapitre*, nous avons choisi d'effectuer un cyclage sur la gamme d'humidité [initial→98⇆32% RH].
Cet essai met en œuvre :

- une éprouvette instrumentée de telle sorte que sa masse et ses déformations sont enregistrées continûment pendant la succion,
- des éprouvettes dont les suivis de masse, des déformations et des célérités se font en fin de chaque palier hydrique lors des changements de solutions salines pendant l'ouverture de l'enceinte climatique. L'ensemble des éprouvettes ne suit pas l'intégralité du cycle [initial→98⇆32% RH] car à chaque palier hydrique, des éprouvettes sont prélevées et testées mécaniquement.

L'éprouvette instrumentée en continu (*A6*) provient de la cellule *A* ; les autres éprouvettes (13 au total) sont prélevées dans les cellules *D* et *B*. Toutes les éprouvettes ont leur axe selon $\theta = 90°$. L'éprouvette *A6* a été par ailleurs intégrée aux travaux de Pham [PHA 06] qui, à partir des évolutions pondérales, s'est intéressé au paramètre de diffusivité hydrique.

L'essai a duré 420 jours, ce qui représente des données assez lourdes à traiter, parfois entachées de valeurs parasites liées à des coupures électriques inévitables sur des durées longues d'essai. Des tests préalables sur des durées de plusieurs semaines ont été réalisés afin de vérifier la validité des capteurs et de leur mise en œuvre (dérive des capteurs et de la chaîne d'acquisition, collage des jauges …) (*cf. Annexe D1*). Toutefois en début et en fin d'essai, les échantillons sont pesés à l'aide d'une balance de précision afin de vérifier que les variations de masse mesurées continûment à l'aide des pesons sont correctes. Ainsi, nous avons relevé des écarts maximaux de masse de 0,2 g sur des éprouvettes de masse totale de l'ordre de 170 g, ce qui se traduit par des incertitudes sur les teneurs en eau de l'ordre de 0,3% absolu en teneur en eau.

### 11.2.2.1 - Masses et déformations macroscopiques

La Figure 11.32 présente les évolutions en fonction du temps de la masse et des déformations ainsi que de l'hygrométrie imposée. Le palier initial à 98% RH a été fortement perturbé par une non-stabilité de l'humidité (*a priori*, la quantité de solution saline n'était pas suffisante vis-à-vis de la quantité de roche disposée dans l'enceinte). Les ouvertures de porte de l'enceinte climatique se traduisent par des sauts rapides au niveau de l'hygrométrie. Après chaque changement de solution saline, l'hygrométrie met environ une à deux journées pour se stabiliser à la valeur souhaitée.

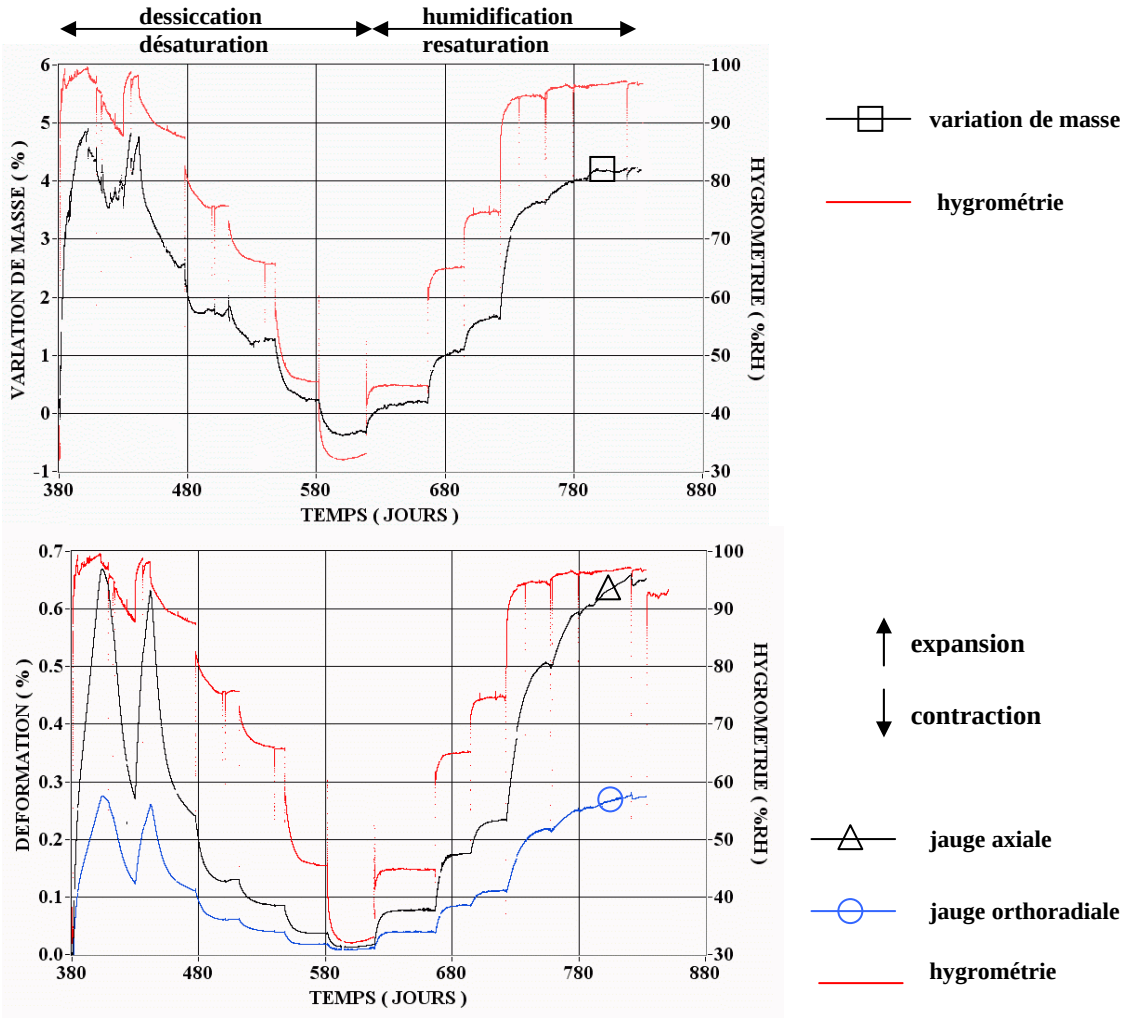


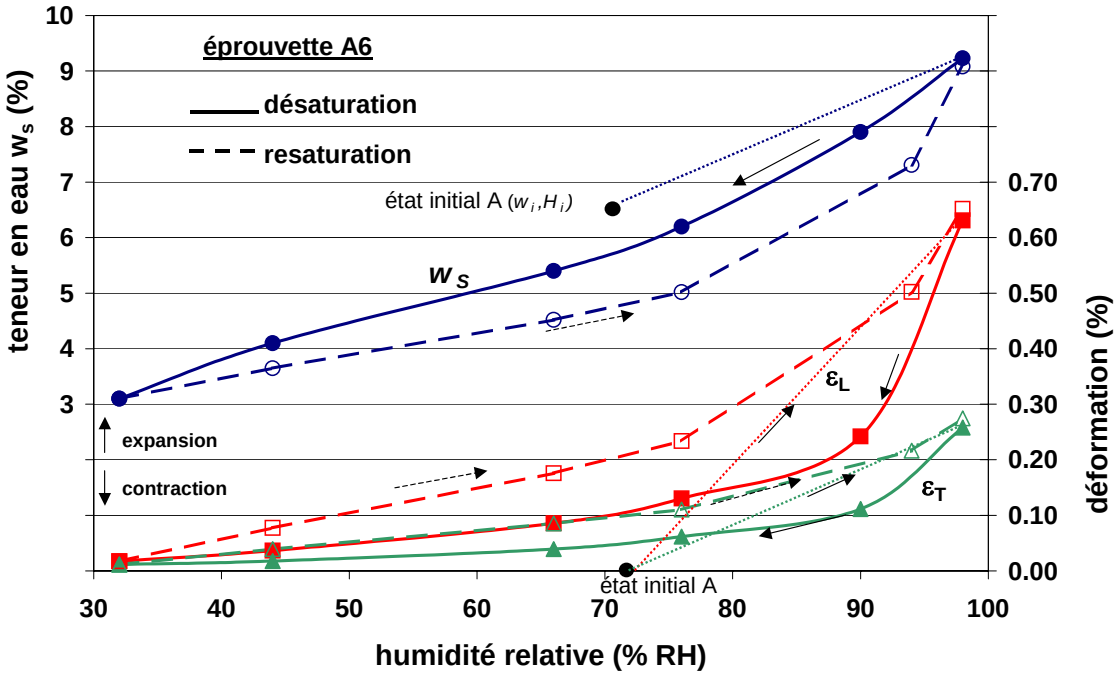

**Figure 11.32 – Evolution de la masse, des déformations et de l'hygrométrie imposée en fonction des cycles de désaturation/resaturation [11]pour l'éprouvette cylindrique *A6*.**

**L'état 0 déformation (non déformé) est celui antérieur à la première succion à 98 %RH, soit l'état initial.**

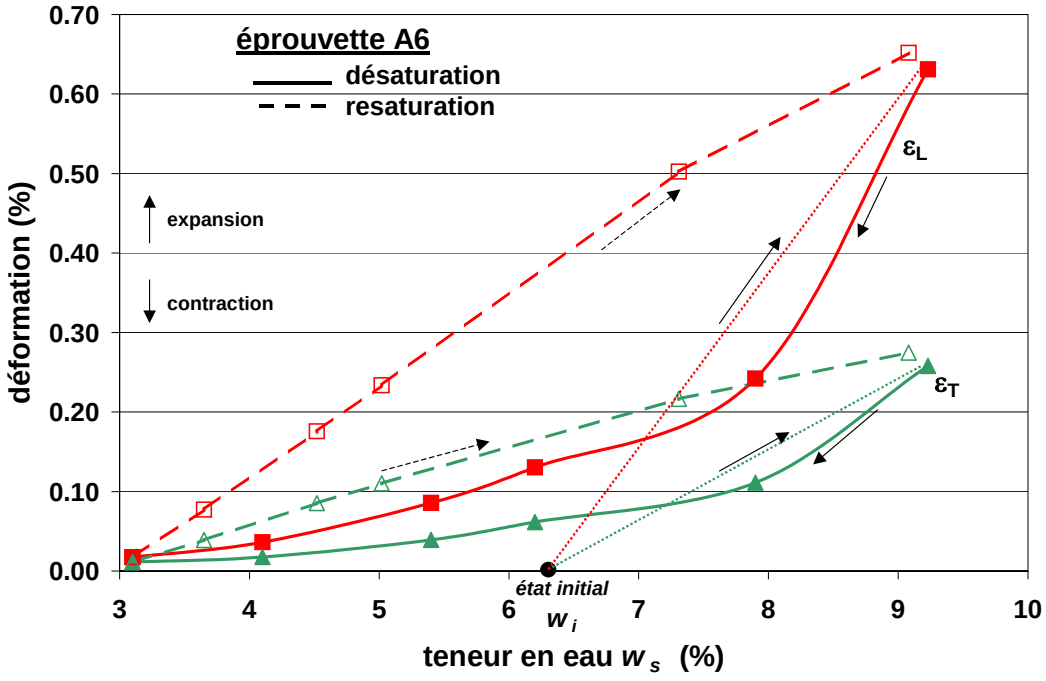
Les courbes montrent que **la relation entre humidité relative et masse relative d'eau n'est pas univoque** et que **pour une même humidité, l'argilite est plus humide à la dessiccation qu'à l'humidification**.
Lors du premier palier à 98% RH, les deux chutes d'hygrométrie de 98 à 90% RH se traduisent rapidement sur les évolutions de masse et de déformation et ce de façon simultanée. Les décroissances des déformations sont particulièrement importantes (elles chutent de moitié) alors que la décroissance pondérale est moindre. Ceci tend à montrer qu'il y a un effet de peau affectant les déformations, effet en lien avec la structure de l'éprouvette.

[11] Les désaturations successives ont démarré le 15 janvier 2004 ce qui correspond au jour 380 d'après notre origine des temps fixée au au 1er janvier 2003.

A partir des courbes précédentes obtenues sur l'éprouvette *A6*, nous reportons les évolutions de la teneur en eau et des déformations en fonction de l'humidité (Figure 11.33-a). Comme la teneur en eau diffère selon le chemin de drainage ou d'imbibition après drainage, nous traçons aussi les déformations en fonction de la teneur en eau (Figure 11.33-b). La Figure 11.34 fournit les évolutions de la teneur en eau pour chaque palier hydrique sur des éprouvettes autres, provenant des cellules *A*, *B* et *D* et dont les évolutions pondérales sont mesurées à chaque changement de solution saline (*i.e.* en fin de chaque palier hydrique).




**(a) déformation et teneur en eau en fonction de l'humidité relative.**




**(b) déformation en fonction de la teneur en eau.**

**Figure 11.33 – Evolutions de la teneur en eau et des déformations selon l'état hydrique au cours d'un cycle [initial→98⇆32% RH] (éprouvette *A6*).**

**L'état de référence des déformations est celui de l'état hydrique initial. Afin d'alléger les courbes, nous n'avons pas tracé les évolutions des paramètres entre l'état initial et l'humidité à 98% RH. Les flèches indiquent la chronologie de l'histoire hydrique.**

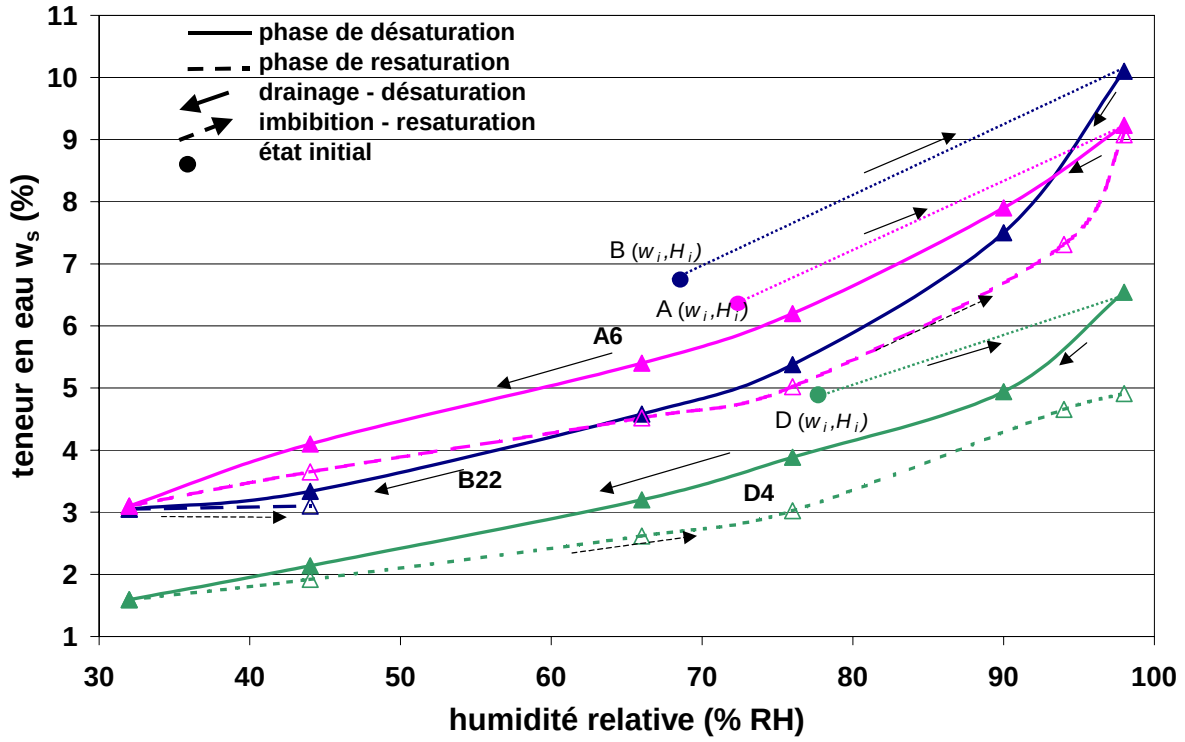



**Figure 11.34 – Evolution des teneurs en eau en fonction de l'hygrométrie imposée pour les éprouvettes *B22*, *A6* et *D4* au cours d'un cycle [initial→98⇆32% RH] complet ou partiel.**

Pour les éprouvettes des cellules *A* et *B*, des tendances similaires se dégagent :

- **pour les cellules *A* et *B* contenant au moins 45% d'argiles, une hystérésis forte est visible sur l'évolution de la teneur en eau en fonction de l'humidité, avec une réversibilité effective à la fin du cycle désaturation/resaturation [initial→98⇆32% RH].**

  **Les déformations axiale et orthoradiale présentent aussi une forte hystérésis en resaturation** et finalement, comme les teneurs en eau $w_s$, tendent à revenir aux valeurs du premier palier hydrique de désaturation. En valeur absolue, les déformations entre deux paliers hydriques identiques sont systématiquement plus importantes sur le chemin de resaturation que de désaturation. De plus, dans le cas de l'éprouvette *A6*, nous pouvons remarquer que les déformations mesurées restent en extension, ceci est dû aux fortes déformations lors de la première hygrométrie à 98% RH, associées à de la microfissuration. Malgré la contraction visible pour les hygrométries suivantes plus basses dans la phase de désaturation, ces fissures semblent ne pas se refermer totalement ce qui crée cet état global toujours en extension. Un suivi optique des mouvements des fissures aurait permis de valider cette hypothèse et aurait peut-être pu déterminer les causes de cette non-refermeture qui pourrait être des phénomènes chimiques (oxydation…) actifs sur la durée longue de cet essai.
- pour deux éprouvettes de la cellule *B*, nous avons observé de la fissuration hydrique au cours de la resaturation (palier [66→76% RH]).

Par contre, pour l'éprouvette de la cellule *D*, il y a à l'identique, une hystérésis sur $w_s$ qui n'est cependant pas réversible en fin de cycle.

### 11.2.2.2 - Courbes de retrait et masses volumiques

Pour chaque éprouvette (dont la masse et le volume initiaux sont mesurés avant succion), à partir des évolutions de masse et des déformations au cours des succions (présentées au § précédent), nous traçons les évolutions du volume spécifique en fonction de la teneur en eau (Figure 11.35). Les courbes se rapportent aux éprouvettes issues des cellules *A*, *B* et *D* en phases de désaturation et resaturation. Comme pour la Figure 11.27, sont aussi tracées pour chaque cellule, les droites théoriques de pente $1/\rho_{eau}$ et d'ordonnée à l'origine $1/\rho_{grains\ solides}$.

Comme précédemment, les courbes de volume spécifique en fonction de la teneur en eau pour la phase de désaturation présentent deux parties comme observé classiquement pour les sols. En phase d'imbibition, les évolutions du volume spécifique en fonction de la teneur en eau sont quasiment linéaires et les courbes sont systématiquement situées au dessus des courbes obtenues en phase de drainage. Ceci signifie que pour des teneurs en eau égales, les volumes spécifiques sont plus grands lors de l'imbibition que lors du drainage, phénomène similaire décrit également sur les argilites de Tournemire par Daupley [DAU 97] (*cf.* Figure 10.2). Ceci pourrait être dû à un maintien de la structure en fin de drainage de par l'état de succion de l'eau, maintien qui contribue aussi à la refermeture des fissures *pré-existantes* ou créées aux fortes humidités. Lors de l'imbibition, des volumes spécifiques plus importants que dans la phase de drainage pourraient être la conséquence :

- d'une imbibition des pores les plus fins : il s'agit de l'**effet de goulot** fréquemment observé sur la vidange et le remplissage des pores lorsque la distribution des tailles de ceux-ci est étalée.
- d'une libération des contraintes qui contribuerait à des ouvertures précoces de fissures.

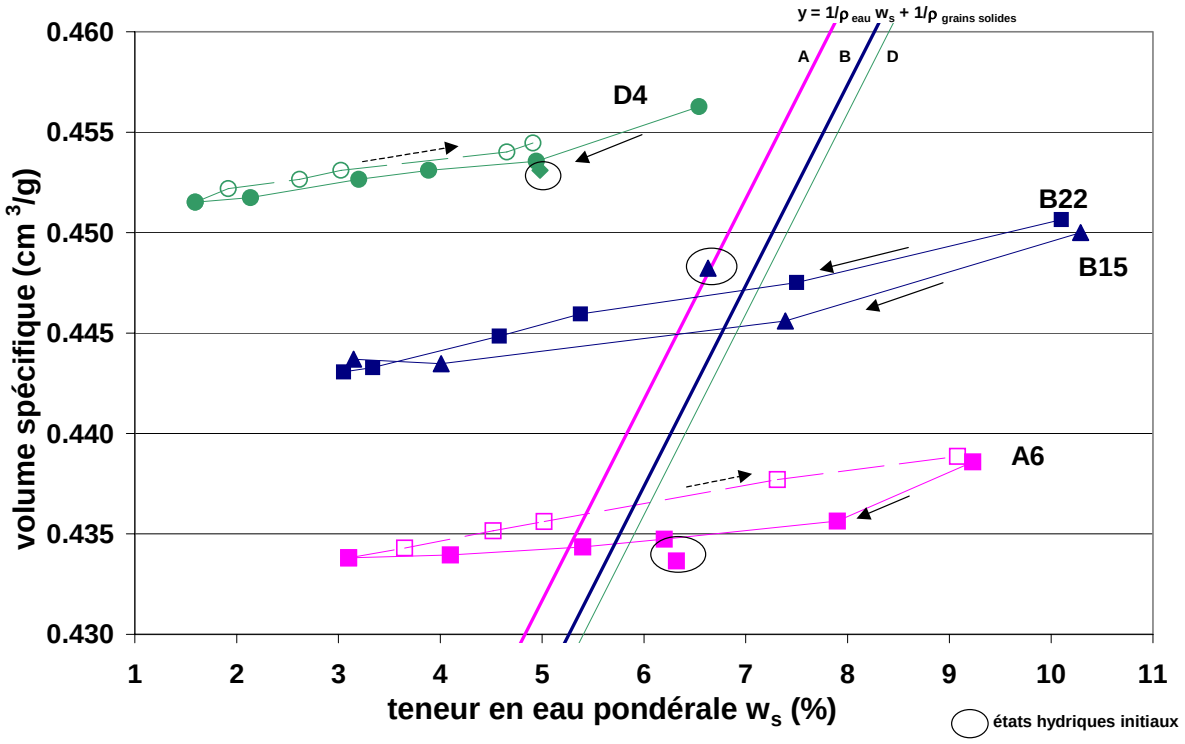
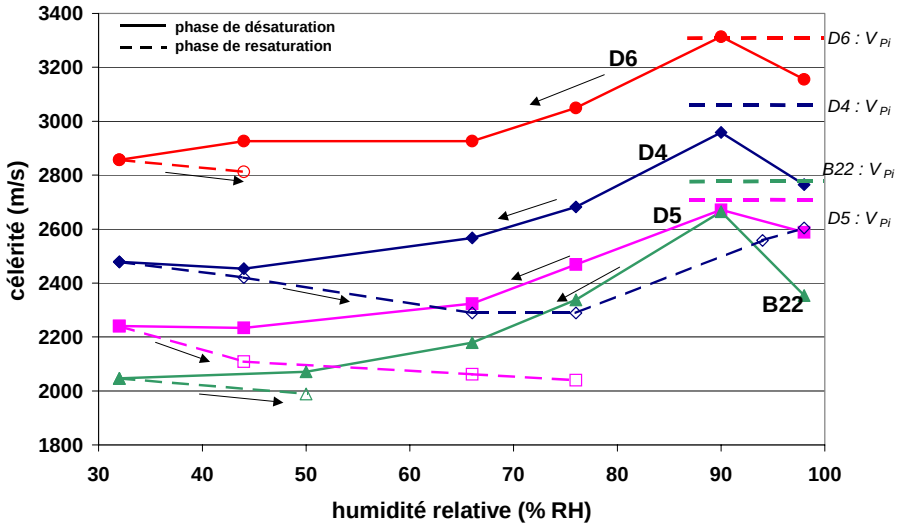


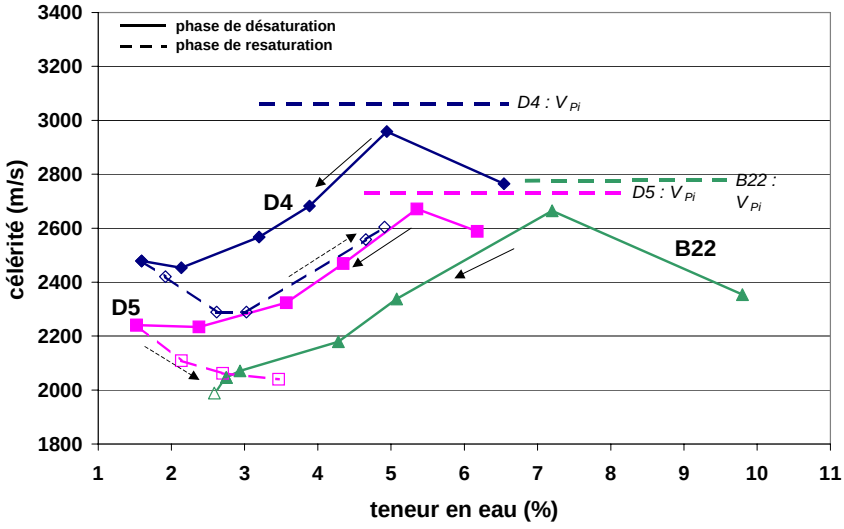

**Figure 11.35 – Volume spécifique et masse volumique en fonction de la teneur en eau.**

### 11.2.2.3 - Evolution des célérités acoustiques

**Les célérités en imbibition sont systématiquement inférieures à celles de la phase de drainage pour des niveaux identiques d'hygrométrie** (Figure 11.36).
Pour l'éprouvette *D4* pour laquelle les célérités ont été mesurées sur le cycle complet, les célérités présentent une hystérésis non réversible en fin de cycle, en lien direct avec la non-réversibilité observée sur cette cellule pour les teneurs en eau.
Pour la cellule *B*, nous ne disposons pas d'un suivi ultra-sonore sur l'ensemble du cycle car des éprouvettes sont prélevées pour les tests mécaniques et certaines éprouvettes ont présenté de la fissuration lors du passage à 66% RH en imbibition rendant impossible les propagations des ondes ultra-sonores. Ce dernier point corrobore l'hypothèse précédente relative à des volumes spécifiques plus importants en lien avec de la fissuration.




**(a)**




**(b)**

**Figure 11.36 – Evolution des célérités pour chaque palier hydrique en phases de drainage et d'imbibition.**

**Les célérités à l'état hydrique initial sont reportées pour chaque éprouvette par des traits horizontaux pointillés.**

### 11.2.3 - Conclusion sur l'influence du chemin hydrique

Globalement, les évolutions des paramètres physiques (masse, célérité) et géométriques (déformations ou volume) au cours d'un cycle hydrique sur la gamme [initial→98⇆32% RH], traduisent une **influence du chemin hydrique en termes de :**

- une **hystérésis et une quasi-réversibilité finale** des paramètres en fonction de l'hygrométrie, entre les phases de drainage et d'imbibition pour les cellules les plus argileuses, et une hystérésis non réversible pour la cellule la plus carbonatée.
- de la **micro-fissuration** irréversible en phase de resaturation pour quelques éprouvettes dont l'argilosité est de l'ordre de 45%.

Les essais de longue durée n'ont pas posé de problèmes majeurs.
Afin de comprendre mieux les phénomènes associés à l'hystérésis réversible et à la micro-fissuration mises en évidence, des techniques de suivi continu des évolutions des éprouvettes (microstructure, extensométrie locale, émission acoustique) seraient appréciables lors de travaux futurs.

## 11.3 - Influence de la direction de prélèvement sur le séchage

Dans cette partie, nous présentons les données de transfert hydrique obtenues sur des éprouvettes cylindriques dont l'axe a des orientations variables par rapport à la stratification horizontale. Nous cherchons simplement à mettre en évidence si la position des strates influe sur les échanges au sein d'éprouvette de géométrie identique. Celle-ci étant dans notre cas celle dictée par la Mécanique (cylindrique à base circulaire), il ne s'agit pas d'effectuer une étude complète de l'influence de la stratification vis-à-vis du transfert hydrique. Pour cela, il faudrait imposer les transferts selon des directions privilégiées par rapport aux strates en isolant certaines faces des échanges hydriques.

L'influence de la direction de prélèvement sur les propriétés de transfert est analysée pour l'hygrométrie 76% RH. Des éprouvettes prélevées selon les trois directions $\theta = 0$, *45 et 90°* à un même niveau de la cellule *F* [12] sont soumises à cette succion avec mesure des masses et des déformations par jauges selon la configuration présentée en Figure 7.3 (en particulier pour les positions orthoradiales).
Une seule éprouvette par direction est testée ; les résultats présentés par la suite fournissent donc seulement une indication qu'il conviendrait de confirmer par des essais complémentaires.

Une éprouvette issue de la cellule *F* (éprouvette *F7*) est placée en parallèle dans une atmosphère à 98% RH, de façon à déterminer les teneurs en eau normalisées. Ainsi, la teneur en eau normalisée de l'état initial est estimée à 0,78.

Pour l'hygrométrie de 76% RH et pour la cellule *F*, les pertes de masse par rapport à l'état initial sont de l'ordre de 1% quelle que soit la direction de prélèvement par rapport à la stratification (Tableau 11.5). Ces variations pondérales sont différentes de celles des échantillons précédents (pour les succions à 76% RH, les masses des éprouvettes de la carotte *B* s'accroissaient en moyenne de 0,80%). Ceci confirme la nécessité de prendre des éprouvettes de la même cellule pour mettre en évidence les phénomènes que l'on veut observer et s'affranchir de la minéralogie et de l'état hydrique initial. Les temps de transfert sont identiques.
Pour les trois orientations investiguées, les temps de transfert sont les mêmes et les niveaux des déformations par rapport au repérage des strates sont identiques. En effet, les déformations (macroscopiques par jauges) perpendiculaires à la stratification sont de l'ordre de -0,10% et les déformations parallèles au litage proches de -0,05% (Tableau 11.5). Le rapport entre les déformations perpendiculaires et parallèles à la stratification est de l'ordre de 2, ratio identique à celui des éprouvettes précédentes.
Contrairement aux éprouvettes de la cellule *B* pour un même niveau de succion, aucune fissure n'a été observée au microscope optique sur les trois éprouvettes de la cellule *F*. Ceci peut être en lien avec

[12] La cellule *F* contient plus de quartz-carbonates que les cellules *A* et *B*, comme mentionné dans le Tableau 8.3.

une argilosité moindre (42% pondéraux d'argiles pour la cellule *F* et 45 % pour *B*), point que nous abordons au paragraphe suivant.

**Tableau 11.5 – Evolution des masses et des déformations d'éprouvettes orientées à $\theta = 0, 45$ et $90°$ au cours de désaturation mono-palier à 76% RH depuis l'état hydrique initial.**

| éprouvette | $\theta$ | $H$ | $w_i$ | durée | $\Delta M_{i\to s}$ | $w_s$ | $\tilde{w}_s$ | repère des jauges (selon la Figure 7.3) | | | repère des strates | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | | | $\varepsilon_L$ | $\varepsilon_{Tmaxi}$ | $\varepsilon_{Tmini}$ | $\varepsilon_{\perp}$ | $\varepsilon_{//}$ |
| | ° | % RH | % | jour | % | % | - | % | % | % | % | % |
| - | 90 | ini | 5,10 | - | - | - | 0,78 | - | - | - | - | - |
| F4 | 0 | 76 | 5,09 | 20 | -0,98 | 4,23 | 0,70 | -0,04 | -0,07 | -0,04 | -0,07 | -0,04 |
| F1 | 45 | 76 | 5,59 | 20 | -1,18 | 4,12 | 0,67 | -0,10 | -0,03 | -0,04 | - | - |
| F5 | 90 | 76 | 5,11 | 20 | -1,00 | 3,75 | 0,65 | -0,12 | -0,05 | | -0,12 | -0,05 |
| F7 | 90 | 98 | 5,11 | 35 | +1,61 | 6,51 | 1,00 | +0,25 | +0,12 | | +0,25 | +0,12 |

**$\varepsilon_{\perp}$ et $\varepsilon_{//}$ sont les déformations selon les directions normale et parallèle aux plans de stratification sub-horizontale.**

Globalement, les célérités décroissent avec la succion mais l'amplitude de cette décroissante dépend de la position des strates (Tableau 11.6). En effet, aussi bien entre l'état initial et 76% RH, que entre l'état initial et 98% RH, les célérités dans la direction perpendiculaire aux strates décroissent fortement alors que dans les plans des strates, les célérités restent quasiment constantes à la dispersion près des mesures de célérités que nous pouvons estimer de l'ordre de 40 m/s.

**Tableau 11.6 – Célérités selon la position des strates pour les humidités de 76 et 98% RH.**

| humidité | % RH | 76 | | 98 |
|---|---|---|---|---|
| position des strates | | $\perp$ | // | $\perp$ |
| état initial : avant succion $V_{Pi}$ | m/s | 2 714 | 3 054 | 2 764 |
| après succion $V_{Ps}$ | m/s | 2 485 | 3 005 | 2 559 |
| $V_{Ps}$ - $V_{Pi}$ | m/s | -229 | -49 | -204 |

**Les célérités sont mesurées selon l'axe des éprouvettes cylindriques, donc, selon l'orientation, parallèlement ou perpendiculairement aux strates.**

Malgré le petit nombre de points, nous retrouvons des tendances identiques à celles mises en évidence sur l'argilite de Tournemire par Valès *et al.* [VAL 04] et présentées précédemment (Figure 11.31). L'évolution des célérités pour l'orientation $\theta = 90°$ a une forme de chapeau de gendarme tronqué avec une chute importante des célérités pour l'humidité de 98% RH, alors que pour $\theta = 0°$, les célérités sont quasiment indépendantes de la teneur en eau.

Dans l'hypothèse d'une représentation de la roche comme un composite planaire stratifié alternant parallèlement des plans denses solides et des plans contenant majoritairement des argiles, des pores et de l'eau (Figure 11.37), lorsque l'onde se propage parallèlement à ces plans ($V_{//}$), elle suit les plans denses de phases solides qui évoluent peu au cours des succions. En revanche, dans le cas d'une propagation perpendiculaire aux plans ($V_{\perp}$), l'onde chemine en alternant plans denses et plans aqueux : ces derniers perdant de l'eau au cours de la désaturation, l'onde est alors modifiée lors de sa progression.
Cette représentation idéalisée et théorique en montages parallèle et série paraît réaliste du moins à l'échelle des agrégats argileux qui ont majoritairement une orientation sub-horizontale.

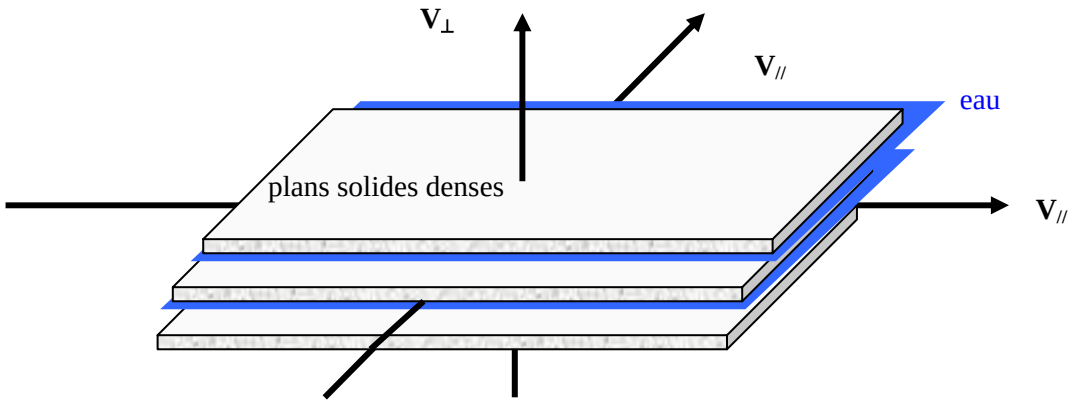



**Figure 11.37 – Propagation des ondes ultra-sonores dans une représentation idéale d'un composite stratifié.**

**La position des strates n'affecte ni les quantités d'eau, ni les cinétiques de transfert, ni les niveaux de déformations.** Quelle que soit la position de l'anisotropie structurale du matériau (litage) par rapport à la géométrie cylindrique de l'éprouvette, les déformations présentent un facteur 2 entre les directions perpendiculaire et parallèle à la stratification.
Toutefois, ces constations étaient attendues puisque au cours de ces essais de succion, il n'y avait pas de direction privilégiée du chargement hydrique vis-à-vis d'un élément de matière.

## 11.4 - Influence de la minéralogie sur le transfert hydrique

L'ensemble des essais précédents ont mis en œuvre des éprouvettes provenant de différentes cellules qui, rappelons-le (*cf.* Tableau 11.1), peuvent se distinguer en quatre familles de par leur taux d'argiles selon :

- argilosité maximale (de l'ordre de 49%) pour la cellule *A*,
- argilosité forte (de l'ordre de 45%) pour la cellule *B*,
- argilosité moyenne (de l'ordre de 42%) pour la cellule *F*,
- argilosité faible (de l'ordre de 33%) pour la cellule *D*.

**Les teneurs en eau $w_s$ en fin de chaque palier hydrique sont systématiquement plus faibles lorsque l'argilosité est faible** (Figure 11.38-a). Il y a une **corrélation nette entre présence d'argiles et capacité de rétention d'eau**.
**Les déformations volumiques[13] associées à ces teneurs en eau sont de la même manière corrélées à l'argilosité** (Figure 11.38-b) :

- pour des argilosités de l'ordre de 45%, aux humidités élevées, des déformations importantes en expansion (proche de 2% à 98% RH) sont visibles. Elles sont associables à du gonflement de la phase argileuse et à de la micro-fissuration.
- pour des taux d'argiles supérieurs (environ 50%) et inférieurs (33 %), aucune fissure n'a été observée et des déformations d'expansion sont observées avec des amplitudes comprises entre 0,5% et 1% pour l'humidité de 98% RH.

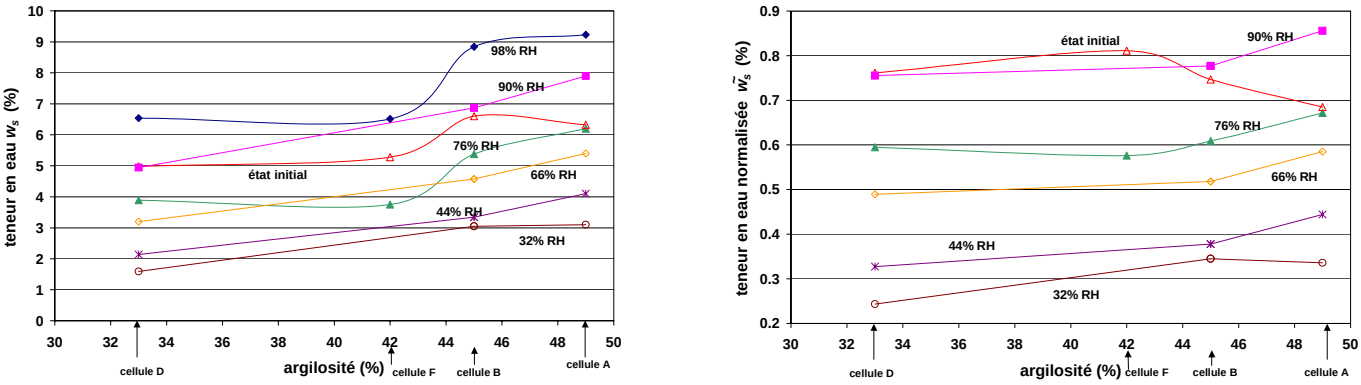
Cette constatation semble montrer que :

- pour les fortes et faibles argilosités, la roche accommoderait les déformations induites par les fortes humidités,

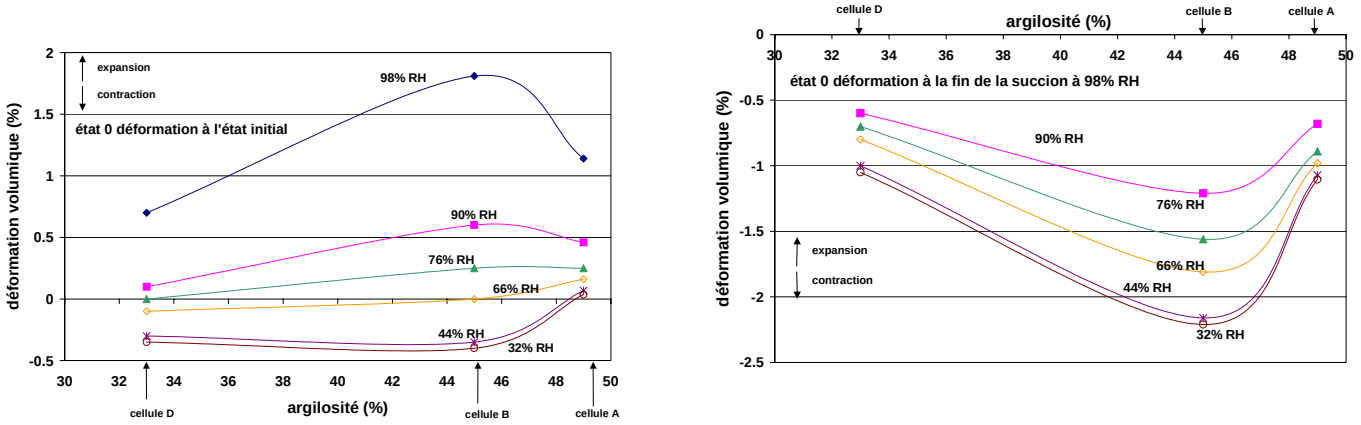
[13] Si il est aisé de comparer les teneurs en eau $w_s$ et les célérités $V_{Ps}$ en fin de succion, il est en revanche, délicat de confronter les mesures de déformations entre l'état initial et un niveau de succion donné, car les états initiaux sont sujets à des éventuelles désaturations avant essai. Pour cette raison, nous présentons aussi les déformations volumiques normalisées par rapport à la fin du premier palier d'humidité de 98% RH.

- par contre, pour une argilosité intermédiaire (45%), les déformations d'expansion des argiles dans l'ensemble des minéraux non argileux sont incompatibles et conduisent à de la fissuration.

**Les capacités de déformation et d'endommagement semblent donc liées à une plage critique du ratio grains non argileux par rapport à la phase argileuse.**
Pour les différentes argilosités, les évolutions des célérités en fonction de l'état hydrique sont similaires, en forme de chapeau de gendarme tronqué sur la gamme [98-32% RH] (*cf.* Figure 11.29-a). Un décalage dans les célérités existe, directement lié à la minéralogie : pour une même succion, les célérités sont plus importantes lorsque la roche contient plus de grains non argileux.




**(a) teneur en eau en fonction de l'argilosité.**




**(b) déformations en fonction de l'argilosité.**

**Figure 11.38 – Evolutions des teneurs en eau et déformation volumique en fonction de l'argilosité (paliers hydriques de désaturation).**

# 11.5 - Volume poral affecté par le transfert hydrique

A l'identique des mesures effectuées au *§ 9.2.2* et avec les limitations évoquées vis-à-vis de l'emploi de la porosimétrie par intrusion sur matériaux hydratés, nous effectuons des mesures de volumes accessibles au mercure par *PIM* sur des échantillons dont les états hydriques sont ceux imposés par les succions de désaturation mono-palier depuis l'état hydrique initial. Les tests sont réalisés sur les quatre cellules utilisées pour nos travaux (ce qui représente globalement 28 mesures de porosimétrie).
Les résultats des cellules *A*, *B* et *F* (contenant au moins 42% d'argiles) étant similaires en terme de répartition des classes de pore, nous présentons les résultats obtenus sur les cellules *B* et *D* (dont les argilosités sont respectivement de 45 et 33 %). Le
Tableau 11.7 fournit les valeurs des porosités avec les corrections que nous avons mentionnées précédemment, la Figure 11.39 présentant les distributions porales pour les différents états hydriques.

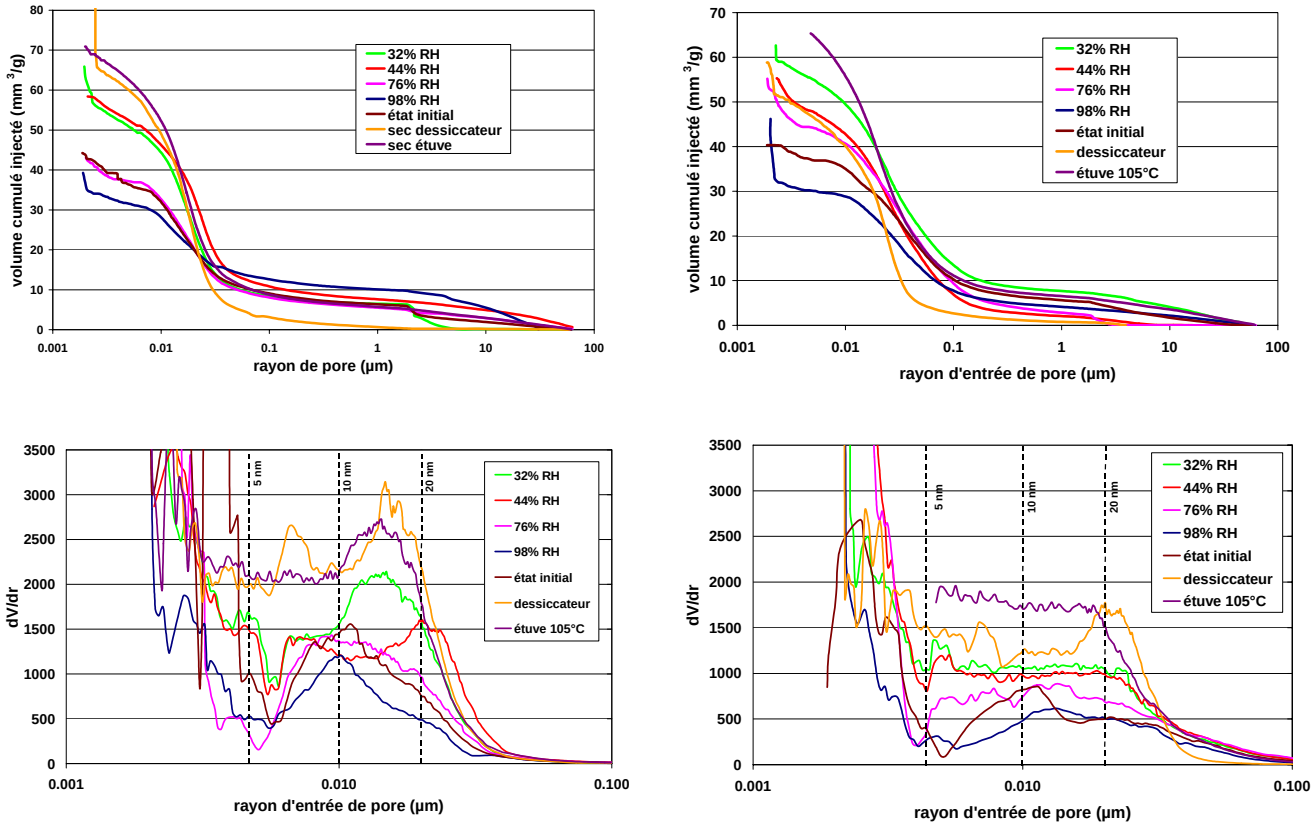
A 98% RH, les volumes accessibles au mercure sont importants (de l'ordre de 3 à 4% volumique après correction de la compressibilité de l'eau) malgré l'état attendu d'un quasi-remplissage des pores par l'eau. Comme au § 9.2.2, les volumes $V_3$ correspondant aux volumes estimés de gaz + eau liquide sont supérieurs aux volumes de pore mesurés sur les états secs, ce qui montre soit la présence d'artefact dans la méthode, soit que les corrections effectuées ne sont pas satisfaisantes. En particulier, ceci peut provenir de la compressibilité du squelette solide qui n'est pas pris en compte dans nos corrections volumiques.
Les ratios de volume accessible en données brutes $V_1$ et corrigées des compressibilités de l'eau $V_2$ (
Tableau 11.7) montrent que le volume poral disponible pour l'intrusion de mercure est inversement proportionnel à la quantité d'eau présente dans la roche comme l'illustre la Figure 11.40. En suivant les évolution de $V_2$, les états hydriques initiaux des cellules *B* et *D* se situent légèrement en deçà de l'humidité de 76% RH, ce qui est en accord avec les autres critères prise en compte précédemment (*cf. § 11.1.4*).

Des classes de pores sont marquées en deçà de 30 nm et quelques différences sont visibles sur les spectres selon les cellules:

- pour la cellule *B* (45% d'argiles), une classe de pore [8-20 nm] est marquée pour tous les états hydriques et évolue avec eux. En effet, dans le domaine de saturation estimé précédemment (soit les humidités de 76 et 98% RH ainsi que l'état initial), cette classe de pore est large [7-20 nm] et centrée autour de 10 nm. Pour les états désaturés et secs, cette classe est plus étroite et centrée autour de 15 nm. Ceci tendrait à corroborer l'hypothèse que la présence d'eau affecte les rayons d'entrée de pore en les diminuant, en plus d'influencer le volume poral global.
- pour la cellule la moins argileuse (*D*), les classes de pores ne présentent pas de pics aussi marqués que dans le cas précédent. A part pour les états secs, les classes de pores s'étalent entre 25 et 7 nm puis en deçà de 3 nm.

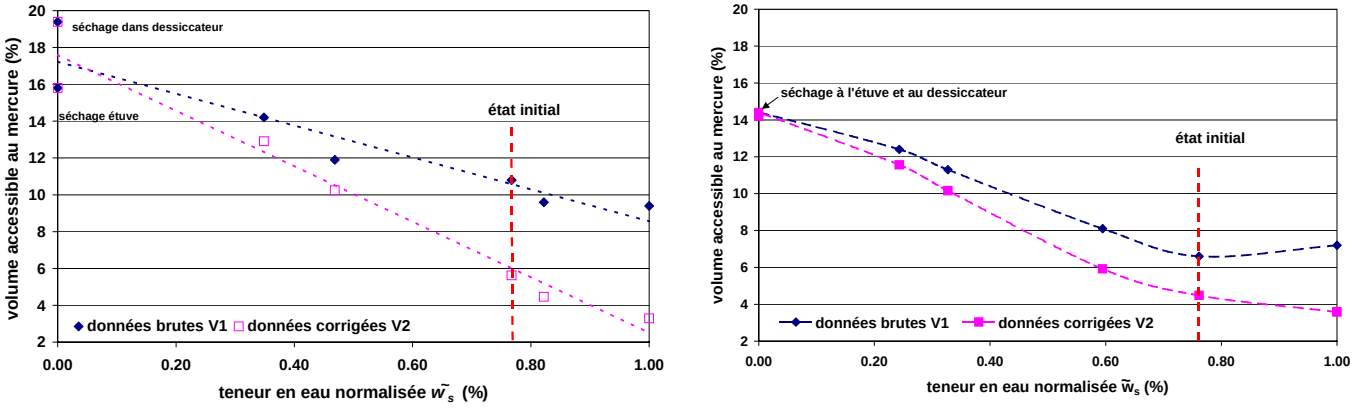
Par comparaison, il semble que les classes de pore [10-15 nm] soient associables à la présence d'argiles et en lien *a priori* aux intra-agrégats argileux d'après les rayons mesurés (*cf.* Figure 8.5).

Il eût été intéressant d'effectuer une caractérisation porales par *PIM* sur des éprouvettes prélevées à chaque étape d'un cycle hydrique complet (désaturation et resaturation) afin de vérifier si les hypothèses évoquées sur l'effet de goulot entre vidange et remplissage des pores sont exactes. Si tel était le cas, des décalages des classes de pores auraient dû être visibles.




**(a) cellule *B*.** **(b) cellule *D*.**

**Figure 11.39 - Distribution porale pour différents états hydriques des cellules *B* et *D*.**




**cellule *B*** **cellule *D***

**Figure 11.40 - Volume poral accessible au mercure en fonction de l'état hydrique.**

**Tableau 11.7 – Données *PIM* sur échantillons à état hydrique imposé (cellules *B et D*).**

| cellule | humidité *H* | masse volumique apparente $\rho'_{ws}$ | teneur en eau | | teneur en eau normalisée $\tilde{w}_s$ * | volume de mercure injecté *brut* $V_1$ | volume de gaz *corrigé* $V_2 = V_1 - 0{,}2\omega_s$ | volume *gaz + liquide* $V_3 = V_2 + \omega_s$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | $w_s$ | $\omega_s$ | | | | |
| | % RH | kg/m$^3$ | % pondéral | % volumique | % pondéral | % volumique | % volumique | % volumique |
| *B* | ini | 2 403 | 6,60 | 15,86 | 0,77 | 8,8 | 5,6 | 21,5 |
| | 98 | 2 390 | 8,60 | 20,55 | 1,00 | 7,4 | 3,4 | 23,8 |
| | 76 | 2 220 | 7,07 | 15,70 | 0,82 | 7,6 | 4,5 | 22,2 |
| | 44 | 2 040 | 4,03 | 8,22 | 0,47 | 11,9 | 10,3 | 18,5 |
| | 32 | 2 150 | 3,00 | 6,45 | 0,35 | 14,2 | 12,9 | 19,4 |
| | sec (étuve) | 2 230 | - | - | - | 15,8 | - | 15,8 |
| | sec (dessiccateur) | 2250 | - | - | | 19,4 | - | 19,4 |
| *D* | ini | 2 399 | 4,98 | 10,6 | 0,76 | 6,6 | 4,5 | 15,1 |
| | 98 | 2 820 | 6,54 | 18,1 | 1,00 | 7,2 | 3,6 | 21,7 |
| | 76 | 2 800 | 3,89 | 10,9 | 0,59 | 8,1 | 5,9 | 16,8 |
| | 44 | 2 650 | 2,14 | 5,7 | 0,33 | 11,3 | 10,2 | 15,9 |
| | 32 | 2 640 | 1,59 | 4,2 | 0,24 | 12,4 | 11,6 | 15,8 |
| | sec (étuve) | 2 210 | - | - | - | 14,4 | - | 14,4 |
| | sec (dessiccateur) | 2 140 | - | - | - | 14,2 | - | 14,2 |

*** $\tilde{w}_s$ correspond à la teneur en eau normalisée par rapport à la teneur en eau obtenue après la succion à l'humidité de 98% RH selon la définition introduite au *§ 3.2*.**

***$V_1$ :* volume de mercure injecté dans la roche, corrigé des compressibilités du dilatomètre et du mercure.**

***$V_2$ :* volume de mercure injecté corrigé du volume de compression de l'eau présente dans les pores (ce volume étant estimé comme celui de l'eau libre soit donné par la teneur en eau volumique $\omega_s$).**

***$V_3$ :* volume des pores estimé à partir de la somme du volume de l'eau estimé à partir de $\omega_s$ et du volume de gaz $V_2$.**

**Les volumes sont exprimés en pourcentage du volume global apparent.**

# Synthèse de la Partie IV

La réponse de l'argilite de Meuse/Haute-Marne vis-à-vis des sollicitations purement hydriques que nous avons mises en oeuvre (échange de vapeur d'eau selon des paliers hydriques fixes et sans contrainte mécanique extérieure), dépend de la minéralogie des éprouvettes, en particulier du taux et de la nature des argiles constitutives. Ainsi, à partir des différentes cellules utilisées, nous établissons deux catégories de comportement hydrique selon des argilosités moyennes à élevées (au delà de 40%) et faibles (de l'ordre de 33%). Sont considérées les conséquences des transferts imposés par le biais des évolutions de paramètres physiques et de la microstructure.

## A - Comportement hydrique des argilites d'argilosité supérieure à 40%

Les présentes conclusions correspondent aux résultats établis à partir d'éprouvettes contenant 49, 45 et 42% d'argiles (et respectivement 33, 28 et 31% globaux d'inter-stratifiés illite/smectite, ces derniers étant les principaux éléments argileux gonflants des argilites de Meuse/Haute-Marne).

### *influence de la désaturation*

La désaturation est abordée selon plusieurs chemins hydriques sur la gamme [ini→98→32% RH], soit par des paliers uniques depuis l'état hydrique initial, soit par des paliers successifs décroissants.

D'une façon générale, **les succions modifient fortement la teneur en eau et le volume de la roche**. **Les humidités élevées [98-76% RH] se traduisent par une prise de masse et une expansion volumique par rapport à l'état initial**, et ce d'autant plus que l'humidité est forte. Au contraire, **les humidités moindres [66-32% RH] s'accompagnent d'une perte de masse et d'une contraction depuis l'état hydrique initial**. Les amplitudes des variations pondérales et géométriques dépendent de la minéralogie de la roche.

*évolutions pondérales*

Pour une hygrométrie donnée, **des désaturations mono-palier depuis l'état hydrique initial imposent des états plus humides qu'une désaturation par paliers décroissants,** avec toutefois des teneurs en eau similaires pour l'hygrométrie la plus basse à 32% RH. La corrélation entre teneur en eau et humidité relative dépend du chemin de désaturation suivi. **Il n'y a donc pas de relation univoque entre état hydrique et niveau de succion, le chemin hydrique influant grandement les échanges hydriques. La valeur du gradient imposé influe sur la quantité d'eau échangée.**

*déformations associées et microstructures induites*

**Les déformations associées aux variations pondérales sont de l'expansion pour les gains de masse et de la contraction pour les pertes d'eau. Elles présentent une forte dépendance vis-à-vis de la position des strates** : **la direction perpendiculaire à la stratification sub-horizontale se déforme d'un facteur proche de 2 fois supérieur par rapport aux plans de stratification**.

Des approches plus locales mettent en évidence que les déformations macroscopiques regroupent plusieurs mécanismes concomitants que sont le **gonflement/retrait des amas argileux** et l'**ouverture/fermeture des fissures *pré-existantes***. Les zones à prédominance de quartz-carbonates-mica se déforment très peu.

Pour **la cellule comportant 45% d'argiles (cellule *B)*, en plus des mécanismes précédents, exclusivement pour les humidités les plus élevées, se rajoute de la création/refermeture de nouvelles fissures dites *hydriques*. Dans ce cas, les zones à forte dominance d'argiles s'expandent par prise d'eau et semblent accommoder les déformations jusqu'à un certain seuil au-delà duquel un relâchement des contraintes s'effectue par création de fissures**. Ce phénomène semble apparaître dès le début de la succion (typiquement après quelques heures) pour les taille et géométrie d'éprouvettes employées. Au contraire, **pour des humidités plus faibles, les zones argileuses présentent du retrait et les fissures *pré-existantes* et *hydriques* (créées précédemment en cas de paliers successifs en désaturation) se referment. Aucun phénomène de fissuration n'a été observé pour des humidités inférieures à 70% RH. Les fissures se développent principalement dans les plans de strates qui apparaissent donc comme des zones de faiblesse que nous pouvons mettre en lien avec la présence d'hétérogénéités microstructurales ainsi que l'anisotropie de répartition des constituants, comme observé au *Chapitre 9*. A 98% RH, pour cette cellule, quelques fissures verticales (normales aux plans de stratification) sont aussi observées.**

L'existence de ce phénomène de fissuration pour la seule cellule à 45% pondéraux d'argiles (cellule*B*) nous amène à supposer que **la micro-fissuration pourrait être associée à un ratio singulier entre phase argileuse et grains autres, ainsi que à la nature des argiles (**environ 30% sous forme d'inter-stratifiés pour cette cellule, *cf.* Tableau 8.3) : pour une argilosité proche de 45%, la roche ne pourrait accommoder les contraintes locales générées par la prise d'eau, favorisant ainsi la création de micro-fissures ; au delà et en deçà de ce taux, la roche se déformerait sans endommagement. Cette hypothèse reste toutefois à être confirmée par des travaux complémentaires.

*domaine de saturation et état hydrique initial*
Les courbes de retrait établies pour les cellules comportant au moins 45% d'argiles, présentent des régimes (segments de droite) semblables à ceux observés classiquement sur les sols. Ainsi, nous établissons pour ces cellules, que **le domaine de saturation se situe sur une gamme d'hygrométrie de [~65-98% RH]** (et jusqu'à 100% RH par extension). Ainsi, il apparaît que **la roche dans son état initial de réception au laboratoire est saturée**, tout en étant assez proche de la limite de retrait (estimée autour de 70% RH). Cela signifie que depuis le prélèvement jusqu'au laboratoire, il n'y a pas eu pénétration d'air dans les pores, ce qui limite les réactions chimiques d'altération. **Le matériau étudié au laboratoire est donc proche de celui *in situ*, au déconfinement mécanique près**.

***influence d'un cycle de désaturation/resaturation***

**Les teneurs en eau au cours d'un cyclage hydrique [ini→98⇆32% RH] présentent une hystérésis** réversible en fin de cycle : **à une humidité donnée, la roche est plus humide à la dessiccation qu'à l'imbibition**. De même, **les déformations présentent une hystérésis réversible en fin de cycle** : dans la gamme des fortes humidités, les déformations entre deux paliers consécutifs sont plus importantes sur le chemin de la resaturation (expansion) que lors de la désaturation (contraction).
Les fissures créées lors des humidités élevées en désaturation et se refermant au cours des succions élevées sur le chemin de désaturation, semblent ré-ouvrir en fin de cycle pour les humidités élevées, ce qui pourrait en partie expliquer la réversibilité observée.

**B - Comportement hydrique des argilites d'argilosité faible**

Dans le cas d'une argilite peu argileuse (33% d'argiles et 22% globaux d'inter-stratifiés - cellule *D*), les capacités de rétention d'eau et les déformations *hydriques* sont moindres que pour les cellules précédentes d'argilosité supérieure. L'hystérésis des variations pondérales au cours du cyclage hydrique est moins prononcée et n'est pas être réversible. Aucun phénomène de micro-fissuration n'a été détecté, ce qui abonde l'hypothèse précédemment formulée.

Finalement, l**es techniques mises en œuvre se révèlent appropriées et pertinentes aussi bien pour le maintien d'atmosphères à humidité contrôlée** (solutions salines) **que pour le suivi des différents paramètres physiques et microstructuraux** (peson, jauges de déformations, observations microstructurales, extensométrie optique, célérités, émission acoustique). Toutefois, dans le futur, pour des démarches similaires, certaines adaptations techniques faciles de mise en œuvre pourraient être apportées comme un meilleur positionnement des surfaces observées vis-à-vis de l'axe optique, et des acquisitions de données *en continu* au cours des succions (estimation des déformations par corrélation d'images, enregistrements des célérités et des émissions acoustiques).
De plus, des techniques plus conséquentes comme la tomographie seraient un apport considérable pour investiguer en volume les modes de déformation et fissuration. Cependant, à ce jour, les résolutions spatiales de ces appareils ne sont encore suffisantes pour appréhender des détails micrométriques avec des tailles décimétriques d'échantillon et ainsi effectuer des mesures de champ des déformations *hydriques* qui, comme nous l'avons vu, sont de l'ordre de quelques $10^{-3}$.

# Partie V
# Identifications expérimentales du comportement hydro-mécanique

# Partie V
# Identifications expérimentales du comportement hydro-mécanique

Cette *Partie* présente nos principaux résultats relatifs à l'**identification multi-échelle du comportement mécanique instantané des argilites en fonction de leur état hydrique. Pour cela, des essais sont réalisés sur des éprouvettes dont le degré de saturation a été imposé au préalable** lors d'isothermes de sorption établis avec des histoires hydriques différentes, isothermes qui ont fait l'objet de la *Partie IV*.

Des travaux récents de la littérature sur le comportement hydro-mécanique des argilites montrent que **la réponse mécanique globale est très fortement dépendante de l'état hydrique** et de paramètres tels que la présence d'hétérogénéités microstructurales ou l'angle entre stratification et contrainte déviatorique (*Chapitre 12*).

**Le comportement mécanique ainsi que les mécanismes de déformation et d'endommagement sont identifiés à différentes échelles pour les divers états hydriques auxquels la roche a été amenée.** Pour ce faire, en plus des mesures classiques, de mesures de champ et des émissions acoustiques sont mises en œuvre simultanément à l'application du chargement. Ce dernier est choisi uniaxial afin de permettre la visualisation des surfaces de l'éprouvette pendant l'essai et de suivre ainsi les déformations par corrélation d'images de la surface des éprouvettes. Pour réduire le nombre de paramètres dans les essais réalisés, ne sont considérés au *Chapitre 13* que la minéralogie d'argilosité de 45%, et que l'angle de $\theta = 90°$ entre plans de stratification et chargement. **Les déformations sont appréhendées en terme de localisation spatiale par une approche multi-échelles. Les échelles considérées sont** : l'échelle **macroscopique** (éprouvette), l'échelle **mésoscopique** (typiquement, l'échelle du réseau des éventuelles fissures antérieures à l'essai mécanique c'est-à-dire les fissures soit *pré-existantes* à l'ouverture des cellules, soit *hydriques* au cours des succions) et l'échelle **locale des zones à prédominance d'une phase minéralogique** (soit de l'ordre de la dizaine de micron).

Des résultats complémentaires sont présentés au *Chapitre 14* ; il s'agit de résultats préliminaires qui ont pour finalité d'appréhender des éventuelles corrélations entre comportement mécanique et *i*- le chemin de désaturation/resaturation par palier, *ii*- l'angle entre stratification et chargement, *iii*- la minéralogie. Ces premiers résultats donnent des tendances que des travaux autres se devraient de compléter.

L'ensemble de ces informations permet d'émettre des hypothèses à la fois sur le comportement mécanique des argilites en fonction de leur état hydrique, et sur les mécanismes actifs de déformation et de rupture dans le cas d'une sollicitation statique simple.

**Sommaire Partie V**

*Chapitre 12 - Résultats existants sur le comportement hydro-mécanique des argilites..... V.3*

**12.1 - Comportement mécanique à l'état hydrique initial pour une orientation $\theta = 90°$ ..... V.3**
12.1.1 - Approches macroscopiques..... V.3
12.1.2 - Approches multi-échelles..... V.5
12.1.2.1 - Imagerie de surface en cours de sollicitation V.6
12.1.2.2 - Imagerie de volume en cours de sollicitation V.10

**12.2 - Influence de l'anisotropie ..... V.11**

**12.3 - Influence de l'état hydrique ..... V.14**

*Chapitre 13 - Influence de l'état hydrique sur le comportement mécanique dans le cas d'un chargement perpendiculaire à la stratification (orientation $\theta = 90°$)..... V.16*

**13.1 - Méthodologie instrumentale générale ..... V.16**
13.1.1 - Instrumentation des essais..... V.16
13.1.1.1 - Mesures des déformations V.16
13.1.1.2 - Mesures acoustiques V.18
13.1.2 - Traitement des données et présentation des résultats..... V.19
13.1.2.1 - Données mécaniques V.19
13.1.2.2 - Données acoustiques V.21
13.1.3 - Origines et caractéristiques des éprouvettes..... V.22

**13.2 - Représentativité des mesures de déformation par jauges ..... V.23**

**13.3 - Comportements mécaniques et modes de déformation à différentes échelles ..... V.26**
13.3.1 - Paramètres et comportement mécaniques macroscopiques (courbes $\sigma$–$\varepsilon_{macroscopique}$)... V.26
13.3.2 - Champs de déformation globaux (Macro DIC)..... V.31
13.3.3 - Champs de déformation locaux (Micro DIC) ..... V.45
13.3.4 - Discussion des analyses multi-échelles des déformations ..... V.62

**13.4 - Modes d'endommagement et de rupture ..... V.63**

**13.5 - Synthèse ..... V.69**

*Chapitre 14 - Investigations exploratoires complémentaires..... V.71*

**14.1 - Influence de paliers successifs de désaturation et de resaturation sur le comportement mécanique ..... V.72**

**14.2 - Influence de l'anisotropie structurelle sur le comportement mécanique ..... V.77**
14.2.1 - Réponse mécanique globale..... V.77
14.2.2 - Distribution spatiale des déformations..... V.80
14.2.2.1 - Champs de déformation globaux (Macro DIC) V.80
14.2.2.2 - Champs de déformation locaux (Micro DIC) V.83
14.2.2.3 - Synthèse des modes de déformations V.86
14.2.3 - Endommagement et rupture ..... V.86
14.2.4 - Conclusion sur l'influence de l'orientation ..... V.89

**14.3 - Influence de la minéralogie des éprouvettes ..... V.89**

*Synthèse de la Partie V..... V.91*

# Chapitre 12 - Résultats existants sur le comportement hydro-mécanique des argilites

Ce *Chapitre* (qui ne se veut pas exhaustif) rassemble les principaux aspects du comportement mécanique instantané de l'argilite de Meuse/Haute-Marne, identifié à partir d'un certain nombre d'études de la littérature, et illustrés aussi par des exemples relevés sur l'argilite de Tournemire[1].
Les différents aspects traités sont :

- le comportement mécanique à l'état hydrique initial,
- l'influence de la vitesse de chargement,
- l'influence de la position des strates par rapport au chargement mécanique,
- l'influence de l'état hydrique.

## 12.1 - Comportement mécanique à l'état hydrique initial pour une orientation $\theta = 90°$

Sont présentés les principaux faits établis dans la configuration pour laquelle le chargement mécanique est appliqué perpendiculairement à la stratification, en suivant soit une approche globale macroscopique, soit des approches plus locales.

### 12.1.1 - Approches macroscopiques

Afin de fixer les idées, il nous a paru important d'extraire de la littérature quelques données chiffrées de paramètres mécaniques (Tableau 12.1) acquises récemment sur des essais similaires aux nôtres, en amendant ces donnés mécaniques par les caractéristiques minéralogiques établies par Gaucher *et al.* [GAU 04] sur des zones très proches de celles de prélèvement des cellules de nos travaux. Le Tableau 12.1 présente des paramètres mécaniques déterminés à l'échelle macroscopique (les déformations sont mesurées par des jauges centimétriques collées) à l'état hydrique de réception au laboratoire. Parmi les travaux récents, nous citons ceux de :

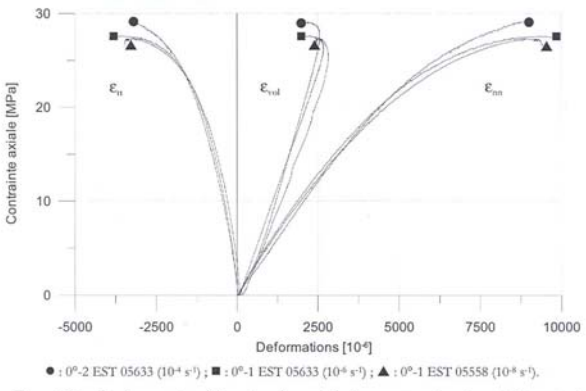
- Chiarelli [CHI 00] qui a effectué des compressions uniaxiales et triaxiales sur des échantillons provenant de trois profondeurs du sondage *EST104* (antérieur au sondage *EST205* d'où proviennent nos cellules d'essai).
- Fabre [FAB 05, FAB 06] qui a réalisé des compressions uniaxiales sur des échantillons prélevés à deux profondeurs du sondage *EST205*.

Les différentes profondeurs de prélèvement confèrent aux éprouvettes divers taux d'argiles, et par conséquence, une gamme de teneur en eau à l'état initial $w_i$ entre 4 et 10%.

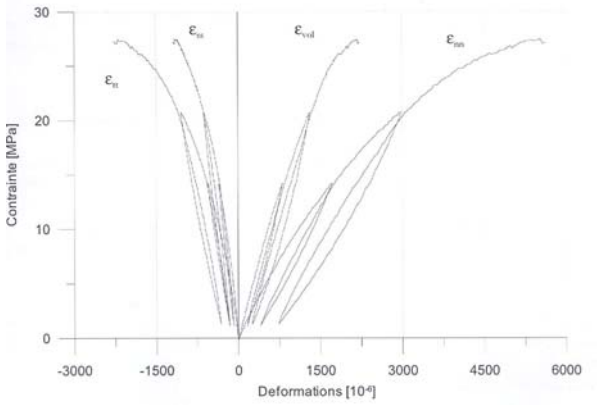
Pour un déviateur appliqué perpendiculairement aux strates ($\theta = 90°$), **les courbes $\sigma$–$\varepsilon$** obtenues par ces deux auteurs, **apparaissent fortement non linéaires avec un comportement initial contractant, puis dilatant en fin d'essai**, et ce d'autant plus tardivement qu'un confinement important est appliqué. D'après les déformations axiales, la part d'élasticité linéaire est réduite ; par contre les déformations volumiques sont linéaires quasiment jusqu'au seuil de dilatance. Les cycles de charge/décharge montrent des déformations réversibles importantes mais les niveaux des cycles effectués étant élevés (de l'ordre de 0,50 et 0,75 $R_c$), il ne nous paraît pas évident de statuer sur la part de l'élasticité non

[1] Rappelons que l'argilite de Tournemire [REJ 99][CAB 01] est de composition minéralogique proche de celle de Bure avec une teneur en eau à saturation plus faible de l'ordre de 4 %, et avec une anisotropie texturale marquée liée au litage constitutif. La roche de Tournemire présente des raideurs plus importantes que dans le cas de Meuse/Haute-Marne comme donné ultérieurement par le Tableau 12.2.

linéaire (pour cela, il eût été souhaitable d'effectuer des décharges à des niveaux moindres de chargement uniaxial).
Dans le cas des compressions uniaxiales, différents auteurs [CHI 00][FAB 05][PHA 06] s'accordent pour décrire un phénomène de rupture de type explosif, accompagné de fissures dans la direction de la contrainte appliquée.




**(a) compression uniaxiale monotone ($\theta = 90°$).**




**(b) compression uniaxiale avec cycles de charge/décharge ($\theta = 0°$).**

**Figure 12.1 - Exemples de courbes contrainte uniaxiale-déformation obtenues sur l'argilite de Meuse/Haute-Marne [FAB 05].**

**Tableau 12.1 – Synthèse de paramètres mécaniques déterminés par Chiarelli [CHI 00] et par Fabre [FAB 05] sur l'argilite de Meuse/Haute-Marne (orientation $\theta = 90°$).**

| | | | *EST104* [CHI 00] | | | *EST205* [FAB 05] | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| profondeur | m | | 451-456 | 469 | 482 | 457 | 475 |
| teneur en eau $w_i$ | % | | 4,30 | 5 | 6,30 | 8,07 | 9,35 |
| argiles* [GAU 04] | % | | 42 | 38 | 48 | 38 | 45 |
| carbonates* [GAU 04] | % | | 28 | 42 | 30 | 33 | 20 |
| quartz* [GAU 04] | % | | 25 | 19 | 17 | 30 | 27 |
| | | $\sigma_3$ (MPa)↓ | $\theta = 90°$ | $\theta = 90°$ | $\theta = 90°$ | $\theta = 90°$ | $\theta = 90°$ |
| $E_2$ ** à 15 MPa | MPa | 0 | 6 200 | 15 800 | 7 800 | 4 790 | 4 970 |
| | | 10 | 8 000 | 9 800 | 8 100 | | |
| | | 20 | 9 200 | 14 500 | 9 000 | | |
| $\nu_2$ **à 15 MPa | - | 0 | 0,12 | 0,14 | 0,17 | 0,19 | 0,23 |
| | | 10 | 0,13 | 0,16 | 0,19 | | |
| | | 20 | 0,15 | 0,17 | 0,20 | | |
| $(\sigma_1-\sigma_3)_{max}$ | MPa | 0 | 35 | 35 | 25 | 27,4 | 28 |
| | | 10 | 52 | 48 | 43 | | |
| | | 20 | 65 | 85 | 58 | | |
| $\varepsilon_{axiale\ max}$ | % | 0 | - | - | - | 0,91 | 0,92 |

**$\sigma_3$ correspond à la pression de confinement latéral.**

*** la différence de profondeur entre les sondages *EST104* et *EST205* (à partir duquel les mesures de Gaucher *et al.* [GAU 04] ont été effectuées) a été prise en compte pour extraire les données minéralogiques des échantillons du sondage de *EST104*.**

**** les paramètres d'élasticité sont déterminés sur la phase linéaire de la décharge lors du premier cycle de charge/décharge mécanique à 15 MPa.**

D'après les fortes disparités minéralogiques en fonction de la profondeur décrites au *Chapitre 9*, il nous paraît plus judicieux de tenter de corréler les propriétés mécaniques en fonction des phases majoritaires[2], et non en fonction de la profondeur.
Ainsi, d'après le Tableau 12.1, il apparaît que, **lorsque les argiles sont moins présentes**, **les résistances et les raideurs sont augmentées.**

La vitesse de chargement influe peu sur le comportement mécanique instantané dans le cas de l'argilite de Meuse/Haute-Marne, du moins dans la gamme $10^{-4}$-$10^{-8}$ $s^{-1}$ comme le montrent les résultats de Fabre [FAB 05] reportés sur la Figure 12.1-a. Ainsi, par la suite, tous nos essais sont réalisés à une vitesse de déformation de $10^{-5}$ $s^{-1}$.

### 12.1.2 - Approches multi-échelles

La littérature comporte des travaux récents qui cherchent à identifier le comportement mécanique en décrivant les évolutions locales des déformations et de la microstructure au cours du chargement mécanique. La mise en évidence de ces évolutions peut se baser sur des méthodes directes (imageries de surface ou de volume, émission acoustique) ou sur des méthodes indirectes qui consistent à suivre les évolutions relatives de certaines propriétés (conductivité, perméabilité, célérité ultra-sonore …), évolutions associables à des modifications ou des dégradations du matériau.
Les méthodes d'imagerie permettent selon leur résolution de mettre en évidence l'apparition d'un endommagement (à condition que les longueurs caractéristiques de ces *vides* soient supérieures à la résolution des moyens d'imagerie utilisés). Les images sont acquises en cours de sollicitation mécanique et les moyens d'acquisition doivent être non destructifs et sans perturbations pour l'essai. Nous pouvons classer ces approches en deux groupes :

- un suivi des évolutions des surfaces de l'éprouvette (par microscopies optique et électronique à balayage par exemples),
- un suivi des évolutions en volume par tomographie[3] ultra-sonore, neutronique, rayons X ou gamma. Cette technique est plus lourde de mise en œuvre que la première et requiert des moyens spécifiques, financièrement conséquents et encore peu présents dans les laboratoires. Mais ce type d'investigation présente l'avantage de suivre les évolutions des déformations ou de la microstructure en trois dimensions. Idéalement, les données ainsi acquises permettent de lever les incertitudes et ambiguïtés possibles dans l'extrapolation de mesure de surface à des phénomènes de volume. A ce jour, des limitations techniques d'acquisition et de traitement existent.

Toutefois, en pratique, comme nous le décrivons par la suite, pour obtenir des résolutions spatiales satisfaisantes en tomographie, il convient de travailler avec des échantillons de petite taille, ce qui pose à la fois le problème du volume élémentaire représentatif de l'échantillon (en particulier dans le cas de matériaux hétérogènes avec des distributions spatiales importantes), et le problème des conditions de chargement mécanique (surfaces libres importantes). Ainsi à la fois de par les coûts de mise en œuvre d'un tomographe et de par les limitations actuelles évoquées, les analyses par suivi des évolutions en surface constituent un apport majeur, à la fois perfectibles de par les développements techniques d'imagerie et complémentaires aux investigations volumiques.
L'émission acoustique permet de suivre les évolutions de l'endommagement en cours de sollicitation sans perturber ou arrêter l'essai. A notre connaissance, la littérature présente peu de données sur l'écoute acoustique sur les roches de type argilite.

[2] Comme mentionné précédemment, nous préférons établir des corrélations avec les phases minérales solides plutôt qu'avec la teneur en eau à l'état initial car ce dernier paramètre néglige les effets des éventuelles désaturations survenues entre le prélèvement sur site et l'essai au laboratoire. Cependant, de manière relative, les teneurs en eau $w_i$ traduisent bien une présence d'eau systématiquement plus importante lorsque le taux d'argiles est grand, ce qui présume d'une évolution faible de l'état hydrique pendant le stockage.
[3] La tomographie permet de cartographier en trois dimensions un ou plusieurs paramètres physiques, grâce à des coupes calculées à partir de mesures d'ondes ou de rayonnements émis, transmis ou réfléchis par l'objet étudié.

Nous donnons par la suite quelques résultats récents obtenus sur l'argilite de Meuse/Haute-Marne, à partir de techniques d'imageries.

#### 12.1.2.1 - Imagerie de surface en cours de sollicitation

Bornert *et al.* [BOR 01] ont cherché à caractériser les distributions des déformations aux échelles globale de l'échantillon et locale de la microstructure, induites par une sollicitation macroscopique simple (compression uniaxiale) sur l'argilite de Meuse/Haute-Marne (Figure 12.2). Ces travaux menés au *LMS* constituent la phase de faisabilité de notre démarche de caractérisation mécanique, utilisant des techniques d'extensométrie par corrélation d'images pour suivre les déformations en cours de sollicitation à différentes échelles caractéristiques. Les techniques employées n'étaient pas suffisamment performantes en particulier en termes d'optique et d'éclairage, pour suivre directement les évolutions de la microstructure, un mouchetis de peinture (*cf. § 6.1*) a été alors déposé sur les surfaces observées de façon à avoir un contraste suffisant pour réaliser la corrélation d'images. De plus, l'acquisition des images n'était pas automatisée et des acquisitions ponctuelles (7 au total sur le chargement mécanique monotone jusqu'à la rupture) ont été réalisées en arrêtant l'essai[4], ce qui a provoqué des relaxations d'autant plus importantes que le niveau de charge était élevé. **Les mesures extensométriques macroscopiques révèlent des états de déformation fortement hétérogènes** : cette hétérogénéité de déformation se met en place dès les premiers stades de sollicitation et s'amplifie au cours de la charge tout en gardant la même distribution spatiale comme illustré sur la Figure 12.2 dans le cas d'un chargement uniaxial appliqué perpendiculairement à la stratification. De plus, à cette échelle millimétrique à centimétrique, les zones les moins déformées sont de couleur sombre ce qui correspond à des fluctuations de composition associables *a priori* à des zones moins argileuses (comme dans le cas de la zone supérieure droite de l'éprouvette de la Figure 12.2-a). A une échelle plus locale de base de mesure de 25 µm et mise en œuvre sur la face opposée à celle observée à l'échelle macroscopique, **des fortes hétérogénéités des déformations sont visibles et corrélables aux hétérogénéités minéralogiques** observées avant le dépôt du mouchetis (Figure 12.2-b). **Les fortes déformations correspondent systématiquement à des zones riches en argiles** ce qui tend à montrer que cette phase accommode les déformations, les autres phases minérales se comportant plutôt comme des corps rigides. Cependant, les auteurs ont pu observer que la phase argileuse ne participait pas dans sa totalité, à la déformation. En effet, des zones assez minoritaires semblent concentrer les déformations sous forme de bandes étroites (typiquement de quelques dizaines de microns) et dont les longueurs peuvent être millimétriques. Un réseau de microfissures a été observé au voisinage des fissures macroscopiques conduisant à la rupture finale, ce qui permet de valider l'hypothèse d'un endommagement diffus et progressif dans les argilites, les microfissures se propageant systématiquement dans les zones argileuses ou aux interfaces matrice argileuse / particules minérales autres.

[4] Le temps d'acquisition des images par palier de chargement est de l'ordre de20 mn.

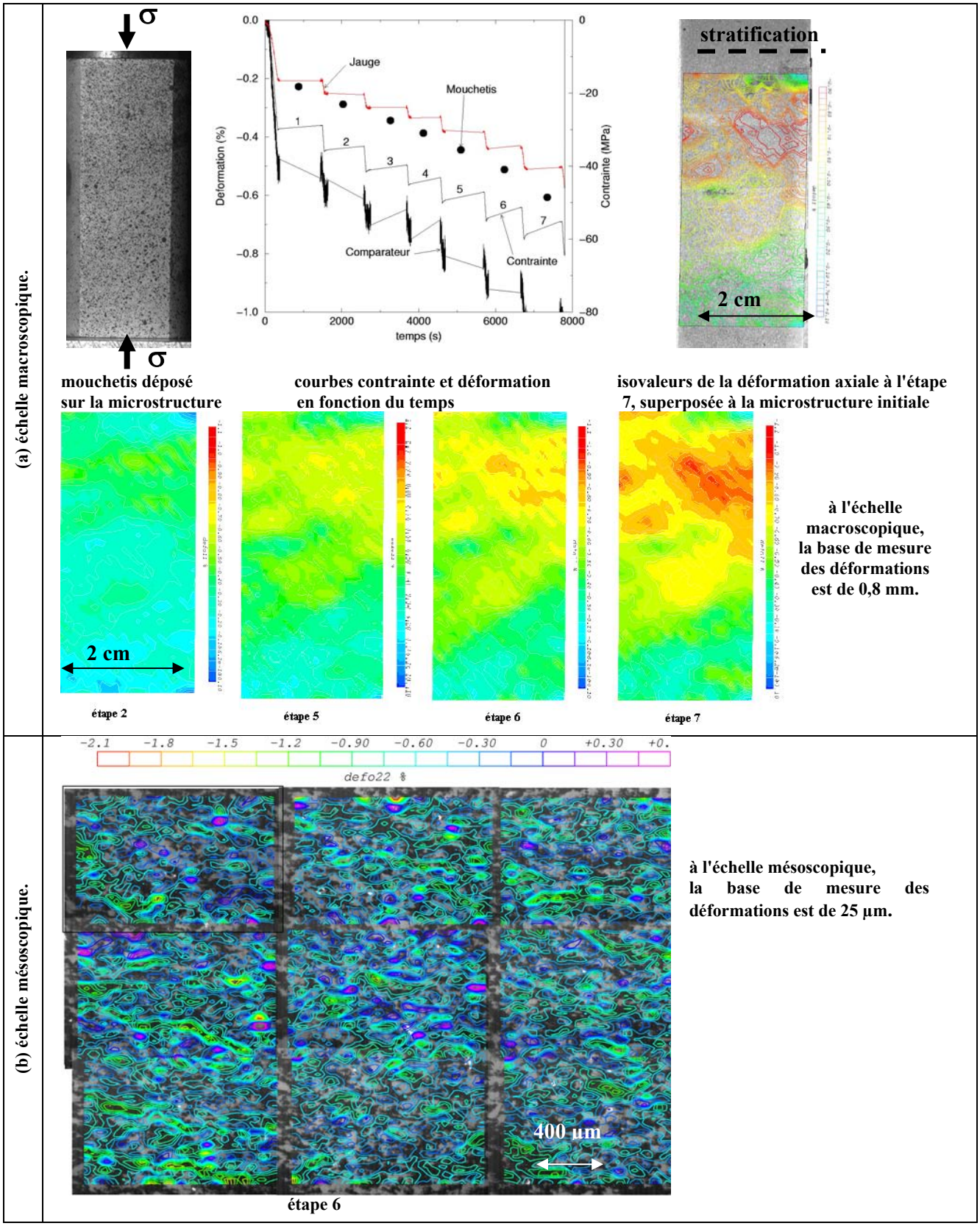
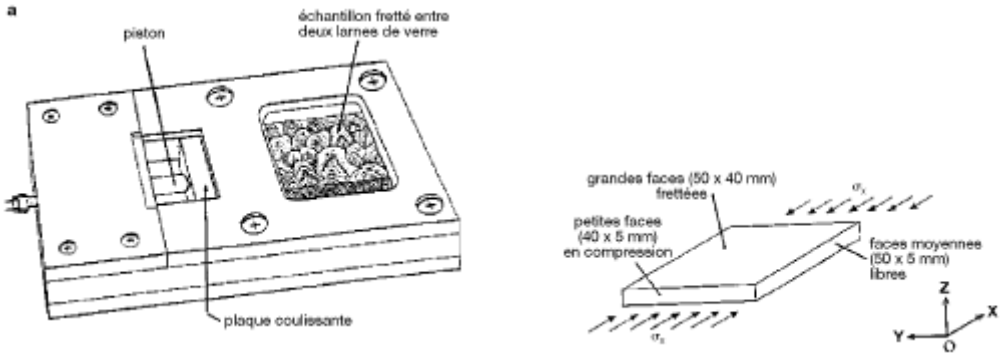


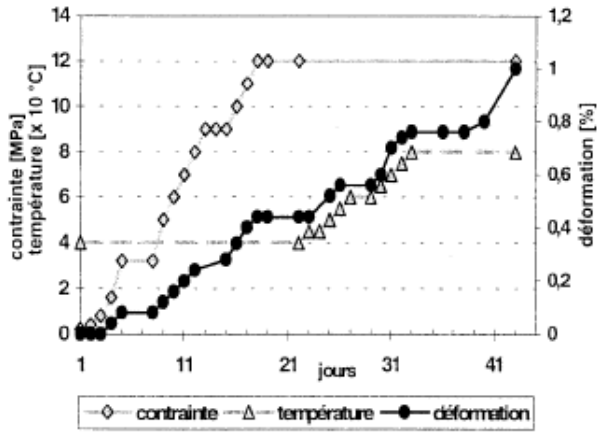

**Figure 12.2 – Compression uniaxiale et cartographies de déformation – Argilite de Meuse/Haute-Marne [BOR 01].**

**Les étapes numérotées de 1 à 7 sur la courbe déformation-temps correspondent aux interruptions de l'essai nécessaires pour acquérir les images. L'axe de la compression est l'axe vertical.**

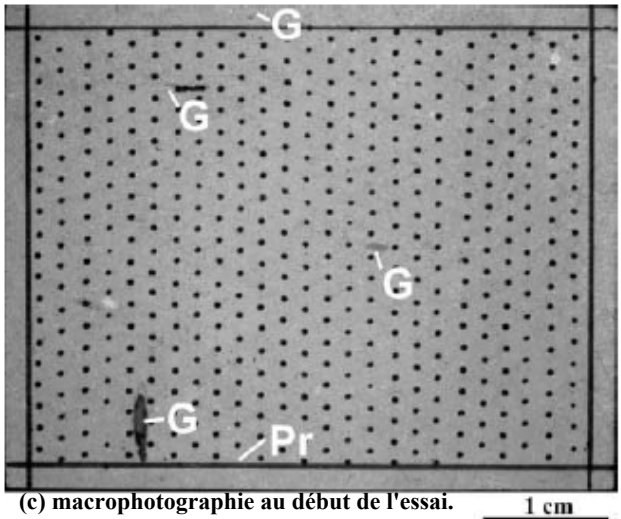
Sur cette même roche, Wright [WRI 01] a cherché à mettre en évidence des corrélations entre déformations-fissuration et sollicitation différée thermo-hydro-mécanique. Wright a réalisé des essais de fluage en compression uniaxiale sur une éprouvette parallélépipédique à déplacements latéraux bloqués (essai en déformation plane) avec des observations en cours de chargement sur une face de l'éprouvette (Figure 12.3). Les essais durent 40 jours sous une hygrométrie supérieure à 90% RH, avec des chargements uniaxiaux incrémentaux croissants dans la gamme de 2 à 12 MPa. Les observations optiques sont réalisées à l'échelle mésoscopique, ce qui permet de suivre les évolutions des hétérogénéités (glomérules de pyrite, grains de taille importante de carbonates ou de micas). Cette configuration d'essai permet d'établir des relations entre comportement mécanique macroscopique et les évolutions microstructurales consécutives à la fois au chargement mécanique et aux transformations (altération) engendrées par l'environnement thermo-hydrique. C'est en ce sens qu'il nous paraît important de citer ces travaux car bien que la sollicitation soit différente dans notre cas (puisque nous imposons d'abord un état hydrique seul, puis nous déterminons la réponse mécanique instantanée), des similitudes dans les analyses des localisations des déformations et de l'endommagement devraient intuitivement exister entre les travaux de Wright et les nôtres. Ainsi, Wright montre que **les fractures s'initient aux hétérogénéités microstructurales en particulier à partir des sulfures de fer** (Figure 12.3). **Les déformations observées sur les faces de l'éprouvette sont principalement liées à l'ouverture de fissures de traction et de cisaillement**. **La rupture est généralement due à des fractures de cisaillement qui cheminent selon les plans de litage.** L'auteur insiste sur le fait que le rôle de la minéralogie dans les propriétés mécaniques ne repose pas seulement sur la prédominance de certaines phases par rapport à d'autres mais qu'il est important aussi de considérer l'action de l'altération comme celle des sulfures, et ce d'autant plus que les essais sont longs (typiquement les durées des essais de fluage ou de relaxation s'étendent sur des périodes de plusieurs semaines ou mois). Par exemple, rappelons que l'altération des pyrites en gypse ou limonite se traduit par un gonflement des glomérules pyritisés et par une augmentation de la porosité, induisant ainsi localement un changement des propriétés mécaniques.



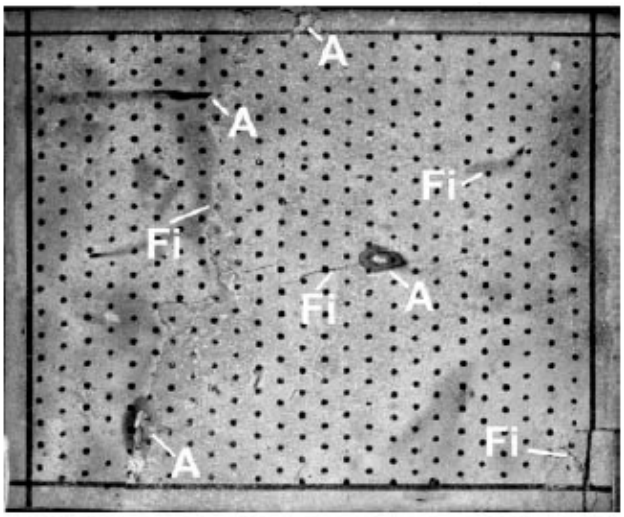

**(a) cellule et éprouvette de type lame épaisse.**



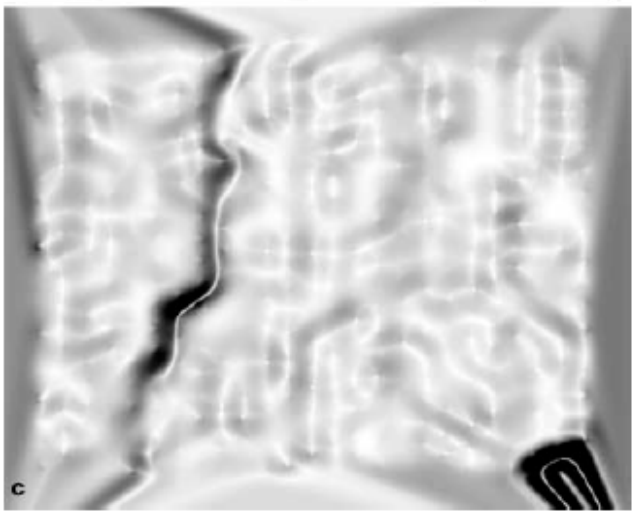

**(b) courbes de chargement et de la déformation axiale.**




**(c) macrophotographie au début de l'essai.**




**(d) macrophotographie à la rupture.**




**(e) carte des déformations entre l'état initial et la rupture.**

**Les zones de plus fortes déformations (en noir) sont localisées dans un coin de la lame et le long de la fissure principale de cisaillement.**

***G* : glomérule pyritisé, *A* : glomérule pyritisé altéré, *Fi* : fissure, *Pr* : point de repère.**

**Figure 12.3 – Cellule de fluage et résultats de compression uniaxiale à déplacements latéraux bloqués [WRI 01].**

#### 12.1.2.2 - Imagerie de volume en cours de sollicitation

La tomographie aux rayons X est un outil à fort potentiel pour étudier le comportement mécanique des matériaux. Les progrès techniques ainsi que l'accessibilité croissante à des scanners font que cette technique est de plus en plus utilisée de nos jours. Dans le domaine des géomatériaux, on peut relever un certain nombre de travaux récents aux applications variées telles que, par exemple, l'étude de la texture dans des roches métamorphiques (Denison *et al.* [DEN 97]), la caractérisation des réseaux de pores et de fractures dans un grès (Beall *et al*. [BEA 96]), l'étude du processus de dessiccation dans un grès (Rousset-Tournier *et al.* [ROU 03]), la localisation de bandes de déformation en conditions triaxiales drainées ou non sur un grès (Louis *et al.* [LOU 07]) et sur l'argilite de Meuse/Haute-Marne (Lenoir [LEN 06]).

Ainsi, Lenoir [LEN 06][LEN 07] a réalisé une installation triaxiale (pression de confinement de 1 à 10 MPa) afin de pouvoir effectuer des essais avec déviateur, couplés à de la micro-tomographie sur une ligne synchrotron de l'*ESRF* (*European Synchroton Radiation Facility* à Grenoble). Le rayonnement synchrotron présente des avantages importants pour la tomographie car le faisceau de lumière est peu divergent, de forte intensité et polychromatique (filtré afin d'absorber les photons de basse énergie). Ces caractéristiques permettent d'obtenir des temps d'acquisition très courts en minimisant les artefacts que comportent les scanners médicaux ou industriels. Une limitation du dispositif de chargement est la petite taille des éprouvettes (un diamètre de 10 mm avec un élancement de 2). Ceci pose le problème que nous avons déjà évoqué, de l'échantillonnage et de la représentativité des éprouvettes par rapport aux hétérogénéités constitutives de la roche (fissures *in situ*, clastes, veines de pyrite … - hétérogénéités qui peuvent atteindre des tailles largement millimétriques). Typiquement, la résolution spatiale est de l'ordre de 14 µm [5]. A partir des images ainsi acquises sur des sections d'éprouvette en cours de chargement, Lenoir a effectué de la corrélation d'images afin de calculer les champs de déplacement et de déformation avec le logiciel *CorrelManu3D* développé par M.Bornert *et al.* [BOR 05] dans le but d'effectuer des mesures tridimensionnelles de champs cinématiques par imagerie volumique (*CorrelManu3D* est une version spécifique du logiciel *CorrelManuV* [BOR 03] utilisé dans nos travaux). Ainsi, sur l'argilite de Meuse/Haute-Marne, les résultats de Lenoir mettent en évidence que :

- sous faible confinement (1 MPa), la réponse est de type fragile avec le développement d'un réseau complexe de fissures ouvertes visibles avant le pic à la contrainte maximale. La rupture de l'éprouvette se produit selon une fissure parallèle au déviateur traversant l'éprouvette au centre de celle-ci (ce type de fissuration est souvent désigné par *axial splitting*).
- sous confinement plus important (10 MPa), le comportement est globalement de type fragile mais moins marqué que précédemment sous confinement moindre. Sont observées des zones étroites de concentration de déformation de cisaillement qui se développent peu avant le pic de contrainte maximale (Figure 12.4). A la fin de l'essai, lorsque le confinement est retiré, des discontinuités sont alors visibles sous forme de fissures ouvertes dans ces mêmes zones concentrant les déformations avant le pic. Un tel scénario constitué d'une première phase de localisation des déformations suivie de création de fissures dans les mêmes zones spatiales a par ailleurs déjà été décrit par Desrues [DES 95].

[5] La taille d'un voxel est de $14\times14\times14$ µm$^3$.

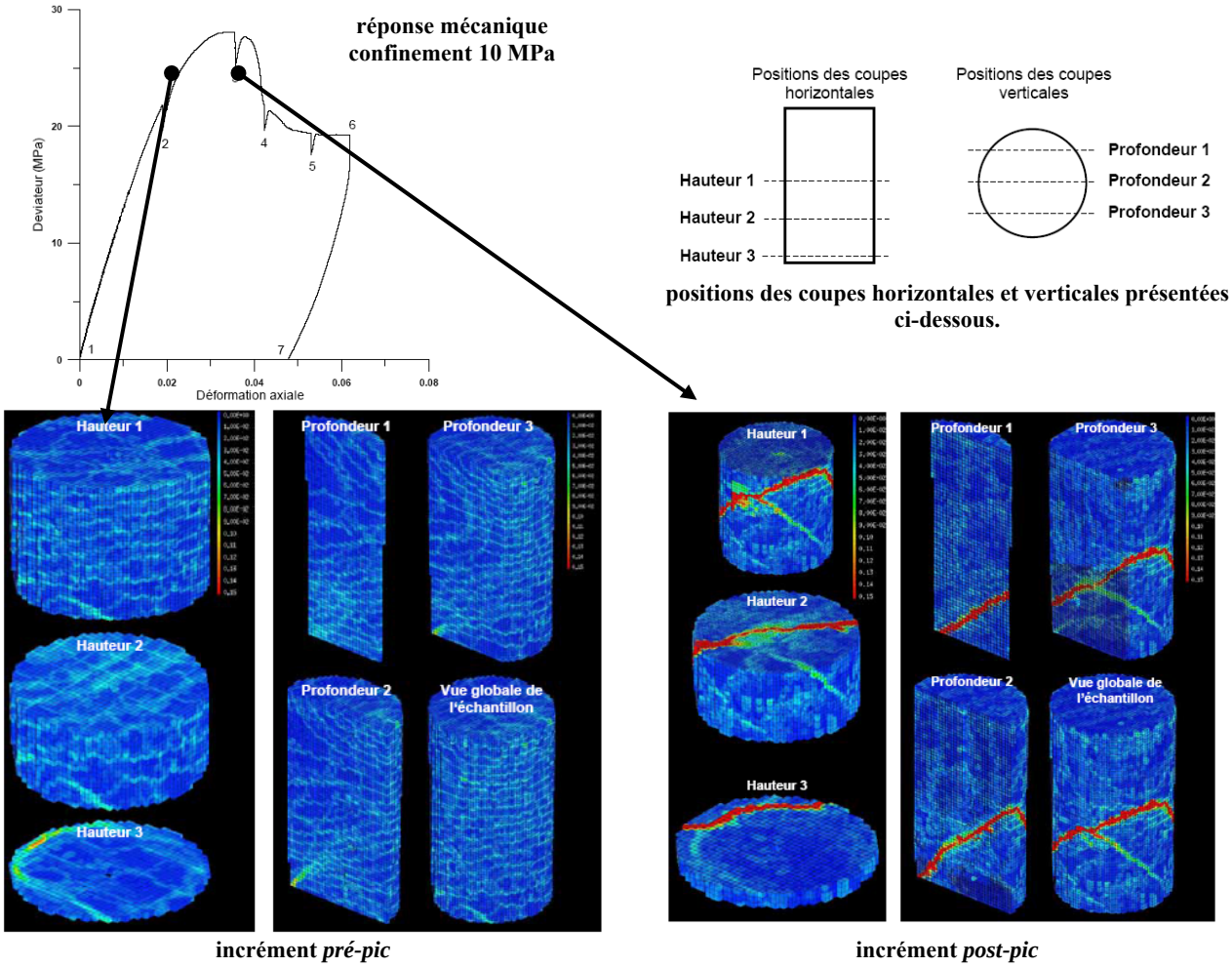


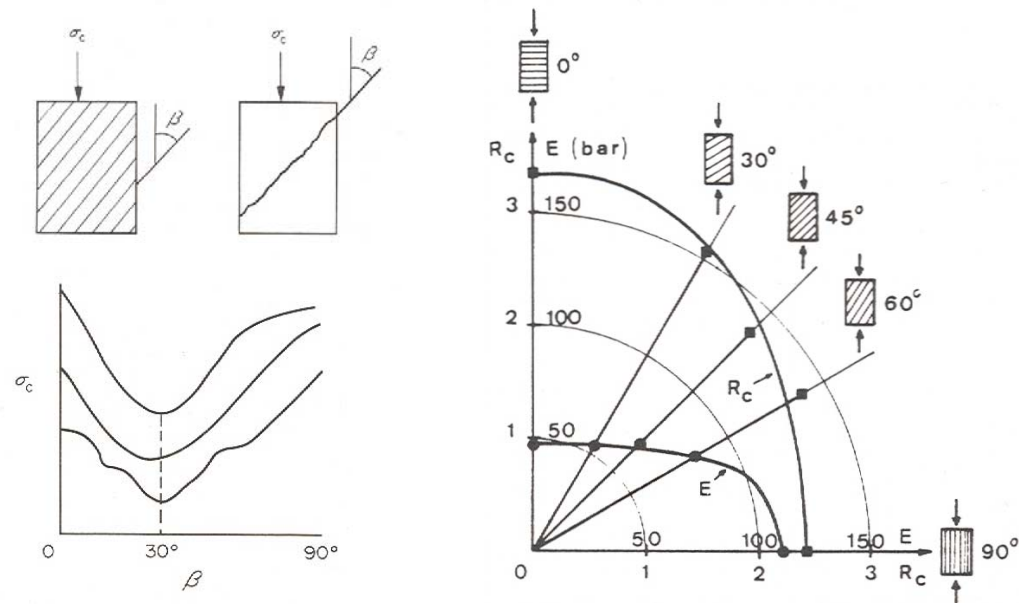

**Figure 12.4 – Champs de déformation de cisaillement sur des coupes réalisées sur une éprouvette cylindrique d'argilite de Meuse/Haute-Marne (diamètre 10 mm) soumise à de la compression triaxiale [LEN 06].**

**Les fluctuations de couleur sous forme de bandes alternées en clair et sombre sont des artefacts de calcul des déformations qui se traduisent visuellement par un effet de moiré qu'il ne faut pas confondre avec des fluctuations locales de déformation.**

# 12.2 - Influence de l'anisotropie

Ramamurthy [RAM 93] a synthétisé les comportements mécaniques de diverses roches anisotropes d'origines sédimentaire (dépôts en couches) et métamorphique (influence anisotrope de température et pression). Dans le cas de compression uniaxiale, une propriété telle que **la résistance $R_c$ dépend fortement de l'angle $\theta$ entre les plans de stratification et la direction de la contrainte appliquée**. Le minimum de résistance est visible pour $\theta$ proche de *30*° et les maxima pour $\theta$ de l'ordre de *0* ou *90*° (Figure 12.5-a). Selon la nature de la roche, Ramamurthy [RAM 93] identifie différentes évolutions de $R_c$ selon l'angle $\theta$. Ainsi, dans le cas des argilites, de par leur nature stratifiée, la classification prévoit un comportement de type "*Shoulder*" (partie droite de la Figure 12.6) c'est-à-dire des résistances à la compression $R_c$ maximale pour $\theta = 0°$, minimale pour $\theta = 30\text{-}45°$ et intermédiaire pour $\theta = 90°$. Les travaux de Boehler [BOE 75] réalisés sur une argile stratifiée (Figure 12.5-b) illustrent parfaitement les constations précédentes de Ramamurthy sur l'anisotropie des modules d'élasticité et des résistances.

Les résultats présentés ci-après sur des argilites montrent que **la réponse mécanique en terme de comportement** (élasticité linéaire ou non, plasticité ou endommagement) **est fortement dépendante de l'orientation.**
Dans le cas de Tournemire, à l'état hydrique initial, Niandou *et al.* [NIA 97] et Valès *et al.* [VAL 04] ont mis en évidence ce comportement *Shoulder* en investiguant différents angles $\theta$ (Tableau 12.2). De manière générale, la réponse apparaît linéaire pour les angles $\theta = 45$ *et* $90°$ et non linéaire pour $\theta = 0°$. Le seuil de dilatance est haut, de l'ordre de 0,90 $R_c$, avec des déformations volumiques maximales systématiquement plus importantes lorsque la stratification est perpendiculaire au chargement ($\theta = 90°$).
Ce comportement est aussi visible sous divers confinements (de 0 à 50 MPa) et à différents degrés de saturation dans la gamme de 0,95 à 0,2 (Figure 12.7) ; indépendamment de l'orientation, la réponse élastique présente des non-linéarités plus prononcées pour des états hydriques quasi-saturés que pour des états secs (Figure 12.8).




**(a) représentation schématique des évolutions de résistance en fonction de l'angle d'anisotropie [RAM 04].**

**(b) anisotropie du module d'élasticité et de la résistance à la compression uniaxiale d'une argile [BOE 75].**

**Figure 12.5 – Evolutions des paramètres mécaniques en fonction de l'angle d'anisotropie.**

**Notons que l'angle $\beta$ défini par Ramamurthy correspond à l'angle $\theta$ que nous avons défini comme celui entre la verticale et les plans de stratification selon la Figure 7.1, alors que l'angle mentionné par Boehler correspond au complémentaire de $\theta$, soit au pendage.**

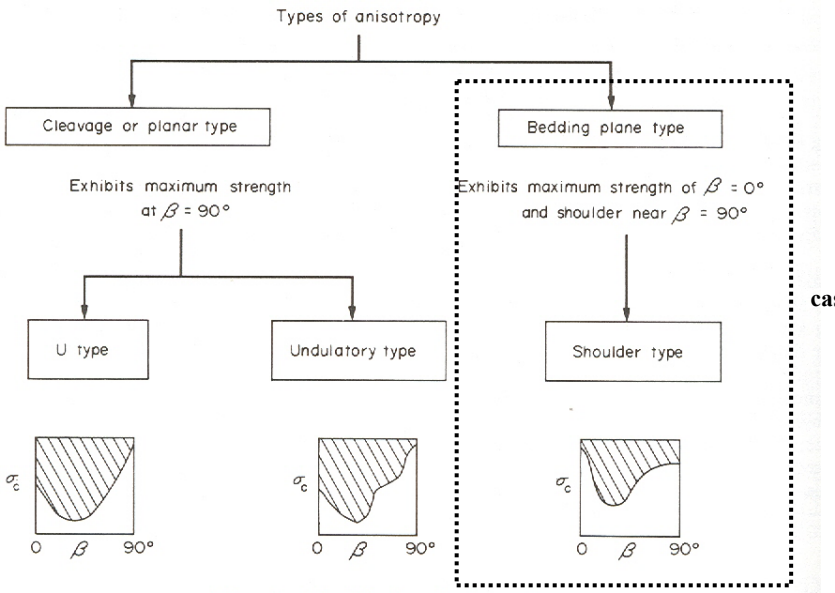



**Figure 12.6 – Classification des anisotropies selon leur type d'après Ramamurthy [RAM 93].**

Pour l'argilite de Meuse/Haute-Marne, Fabre [FAB 05] a montré un comportement similaire pour le module et la contrainte de contraction maximale, avec une anisotropie moins intense pour cette dernière (trois directions - *0, 45* et *90°* - ont été analysées). **Les modules axiaux d'élasticité ainsi que les modules de compressibilité sont fortement dépendants de l'orientation des éprouvettes** (Tableau 12.2). A partir de cycles de charge/décharge et des déformations réversibles, l'élasticité apparaît de nature non-linéaire quel que soit l'angle entre la stratification et le chargement Mais comme le souligne Fabre dans ses travaux, il conviendrait d'effectuer des essais complémentaires (avec un nombre plus important d'orientations investiguées) afin de pouvoir donner des tendances fiables au delà de la dispersion des résultats (*a priori* assez importante en état uniaxial) et d'effectuer ces essais à une même profondeur pour s'affranchir de toute influence minéralogique.

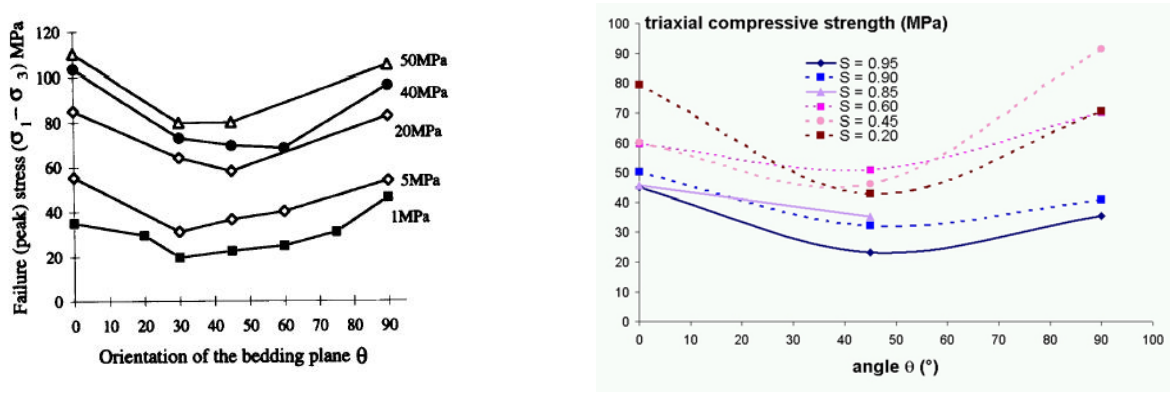
**Tableau 12.2 - Influence de l'anisotropie sur les paramètres caractéristiques des argilites de Tournemire et de Meuse/Haute-Marne.**

| roche | orientation → | $\theta = 0°$ | $\theta = 45°$ | $\theta = 90°$ |
|---|---|---|---|---|
| | état hydrique → | initial | initial | initial |
| Tournemire [NIA 97] [VAL 04] [REJ 06] | élasticité* | *NL* | *L* | *L* |
| | module de Young ** | 30 000 MPa | 12 000 MPa | 9 300 MPa |
| | résistance $R_c$ | 30-35 MPa | 16 MPa | 29 MPa |
| | seuil de dilatance $\sigma_{cd}$ | 0,90 $R_c$ | - | 0,85 $R_c$ |
| | $\varepsilon_{volumique}$ à rupture | 0,09% | | 0,60% |
| Meuse/Haute-Marne [FAB 05] | élasticité | *NL* | *NL* | *NL* |
| | module de Young ** | 8 600 MPa | 7 360 MPa | 5 500 MPa |
| | résistance $R_c$ | 29 MPa | 26 MPa | 27,5 MPa |
| | seuil de dilatance $\sigma_{cd}$ | 0,93 $R_c$ | 0,93 $R_c$ | 0,96 $R_c$ |
| | $\varepsilon_{volumique}$ à rupture | 0,12% | 0,17% | 0,27% |
| | module de compressibilité $K$ | 3 500 MPa | 4 600 MPa | 7 200 MPa |

***L* : linéaire** ***NL* : non linéaire** **Les déformations sont mesurées à partir de jauges collées.**

*** le critère de détermination de non-linéarité se fait à partir de cycles de charges/décharges avec des incréments de déviateur de l'ordre de 3 MPa.**

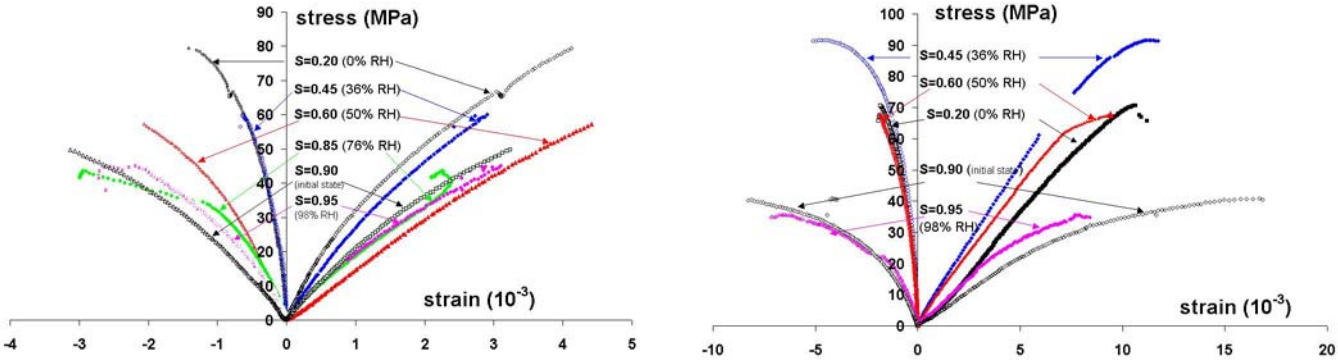
**** les paramètres d'élasticité sont déterminés à un niveau de déviateur de 5 MPa (soit entre 0,15 et 0,20 $R_c$).**




**(a) [NIA 97] (état hydrique initial)**

**(b) [VAL 04] (confinement de 2,5 MPa)**

**Figure 12.7 – Evolutions de la résistance en fonction de l'angle $\theta$ pour (a) différentes pressions de confinement, et pour (b) différents degrés de saturation dans le cas de l'argilite de Tournemire.**




**(a) $\theta = 0°$**

**(b) $\theta = 90°$**

**Figure 12.8 – Courbes $\sigma$–$\varepsilon$ en fonction du degré de saturation selon les orientations (a) $\theta = 0°$ et (b) $\theta = 90°$, dans le cas de Tournemire sous un confinement de 2,5 MPa [VAL 04].**

**Le degré de saturation est noté *S*.**

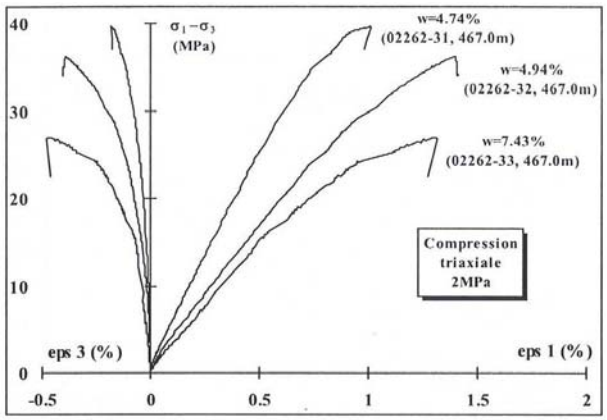
# 12.3 - Influence de l'état hydrique

Le comportement hydro-mécanique instantané de l'argilite de Bure a été étudié par plusieurs auteurs tels que Bergues [BERG 99], Chiarelli [CHI 00] ou Pham [PHA 06] au cours de compressions uniaxiales et triaxiales (confinement de 2 à 20 MPa ; le déviateur étant appliqué perpendiculairement aux strates soit $\theta = 90°$). Des désaturations ont été menées au préalable conduisant à trois gammes de teneurs en eau $w_s$ (4-5%, 5-6% et 7-8%).

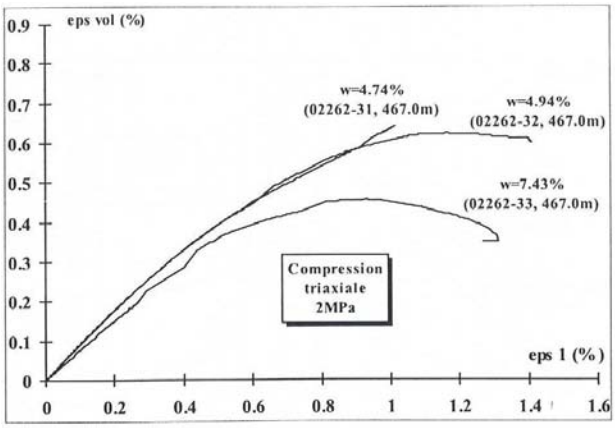
Globalement, quel que soit le confinement appliqué, **les modules de Young et la résistance diminuent lorsque la teneur en eau augmente, les coefficients de Poisson évoluant inversement** (Figure 12.9). Il ne semble pas y avoir de corrélation nette entre niveau de déformations à rupture et état hydrique. Néanmoins, les auteurs s'accordent sur **un comportement global plutôt de type fragile avec une phase initiale de compaction suivie d'une dilatance marquée** (Figure 12.9-a).
De plus, afin de détecter un endommagement d'origine mécanique, des cycles de charge/décharge ont permis de suivre l'évolution des modules axiaux et transversaux en cours d'essai : au fur et à mesure des cycles mécaniques successifs, les modules axiaux se dégradent plus rapidement à forte teneur en eau [CHI 00] [PHA 06].

La pression de succion créée par l'environnement hydrique lors du transfert et qui agit sur la pression capillaire au sein de la roche entraîne **un renforcement mécanique** visible sur les fortes augmentations de module, de résistance et de cohésion [VAL 04].
Outre la seule teneur en eau, l'histoire hydrique est prise en compte au moyen de cycles plus ou moins complets de dessiccation/imbibition. Pham [PHA 06] a montré que, **après une phase de désaturation** (de 98 à 32% RH), **les propriétés mécaniques (module de Young et résistance) présentent dans la phase de resaturation, une hystérésis**. Bergues [BERG 99] souligne une chute catastrophique des propriétés mécaniques lors des phases de resaturation en particulier au delà des humidités de 90% RH.
Des hypothèses fortes peuvent être émises telles que des dégradations importantes sous forme d'altérations et de transformations de certaines phases (pyrites, fer) en présence de fortes hygrométries menant à la ruine de la roche [CHA 01]. Il faut rappeler que les éprouvettes qui ont subi un cyclage hydrique complet sont restées dans les enceintes climatiques (en présence de vapeur d'eau contrôlée mais aussi d'air et donc d'oxygène) pendant une période longue (typiquement de l'ordre d'une année), favorisant ainsi les réactions décrites précédemment au *§ 8.2.3*.

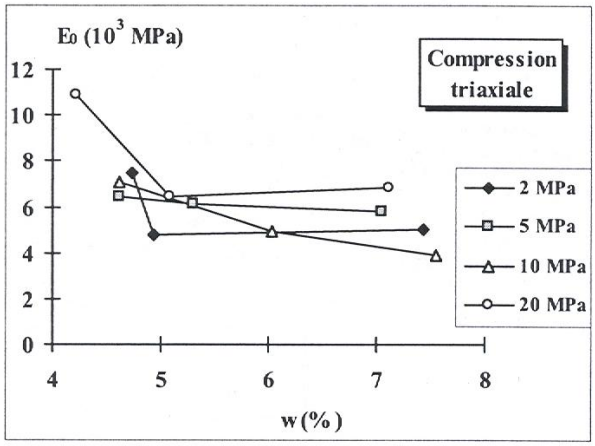
Un comportement similaire a été mis en évidence sur l'argilite de Tournemire par Schmitt *et al.* [SCH 93] et par Valès *et al.* [VAL 04] (Figure 12.8). Comme pour le cas de Bure, les modules d'élasticité et les résistances augmentent avec la désaturation de la roche, sans ou avec un petit confinement (comme illustré sur la Figure 7 de l'*Annexe F*).



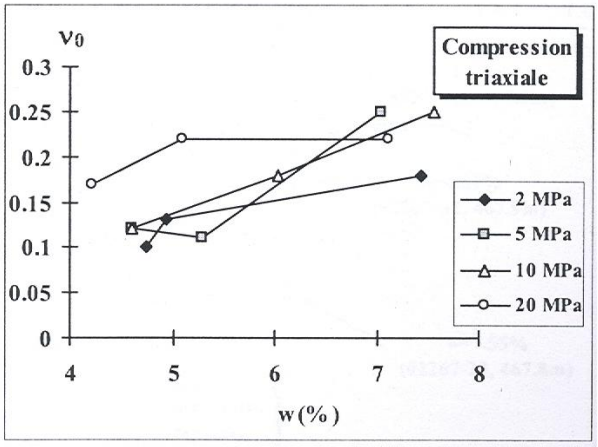

**(a) courbe $\sigma$–$\varepsilon$ pour trois teneurs en eau.**




**(b) courbe $\varepsilon_{volumique}$-$\varepsilon_L$ pour trois teneurs en eau.**




**(c) module initial de Young en fonction de la teneur en eau.**




**(d) coefficient de Poisson en fonction de la teneur en eau.**

**Figure 12.9 – Argilite de Meuse/Haute-Marne : comportement mécanique (courbes $\sigma$–$\varepsilon$ et $\varepsilon_{volumique}$-$\varepsilon_L$ et paramètres d'élasticité) en fonction de l'état hydrique d'après les résultats de Chiarelli [CHI 00].**

# Chapitre 13 - Influence de l'état hydrique sur le comportement mécanique dans le cas d'un chargement perpendiculaire à la stratification (orientation $\theta = 90°$)

Les travaux de la littérature précédemment cités mettent en évidence des comportements mécaniques macroscopiques instantanés influencés à la fois par l'état et l'histoire hydriques de l'éprouvette ainsi que par la microstructure de la roche (minéralogie et orientation du chargement par rapport à la stratification).

Au cours de ce *Chapitre*, nous cherchons à **identifier la réponse mécanique instantanée par des approches multi-échelles**, c'est-à-dire aussi bien à l'échelle macroscopique de l'éprouvette qu'aux échelles microscopiques des différentes phases minérales. Le comportement mécanique est analysé en terme de réponse à une compression uniaxiale appliquée perpendiculairement aux plans de stratification (*i.e.* orientation des éprouvettes selon $\theta = 90°$). Ce mode de chargement mécanique uniaxial nous permet l'accès aux surfaces de l'éprouvette afin d'en suivre les évolutions des déformations par extensométrie optique sous chargement.

## 13.1 - Méthodologie instrumentale générale

Avant de présenter les résultats et de les discuter, nous présentons la méthodologie suivie pour la caractérisation mécanique.

### 13.1.1 - Instrumentation des essais

Les essais[6] sont équipés d'une part, d'instrumentations classiques (capteur de force, capteur de déplacement ou comparateur, jauges de déformation), et d'autre part, de moyens d'analyse des modes de déformation par extensométrie optique (à différentes position et taille de champ) et des modes d'endommagement par suivi par émission acoustique.
Les éprouvettes sont des cylindres à section circulaire (diamètre 36 mm et hauteur 72 mm) pour lesquels deux méplats diamétralement opposés (de largeur de l'ordre de 18 mm) sont réalisés (*cf. Chapitre 7*).
Les vitesses de déformation macroscopique sont de $10^{-5}$ $s^{-1}$.
Afin de limiter la quantité de données en termes à la fois d'images et de signaux acoustiques, nous avons choisi d'appliquer un chargement monotone. Dans le cadre de travaux ultérieurs, il conviendrait d'envisager des cycles de charge/décharge mécanique afin de déterminer les paramètres d'élasticité et les taux de déformation irréversible.

#### 13.1.1.1 - Mesures des déformations

Comme adopté classiquement en mécanique des roches, nous optons pour la convention suivante pour les signes des déformations :

**les déformations de contraction sont comptées positives.**
**les déformation d'expansion sont comptées négatives.**

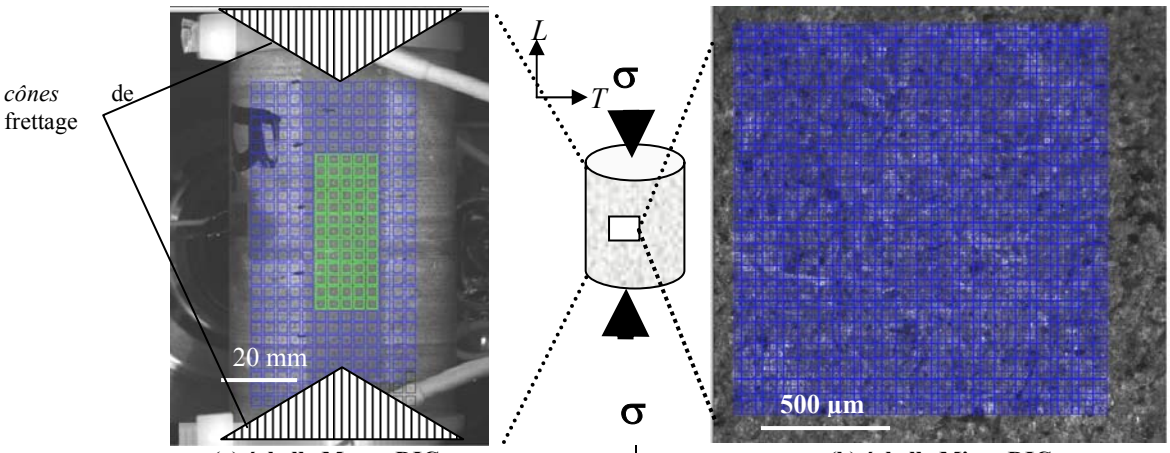
*échelles spatiales mises en œuvre en extensométrie optique*
Lors du suivi par extensométrie optique, nous avons mis en œuvre deux échelles d'observations comme illustré sur la Figure 13.1 :

[6] Les différentes techniques ainsi que les modes opératoires des essais sont décrits précisément dans la *Partie II*.

- **l'échelle Macro DIC** qui permet de visualiser les déformations sur des zones d'intérêt de taille et de position variables (de la totalité de la hauteur de l'éprouvette à des zones de taille supérieure à 5 mm, la base de mesure étant de l'ordre de 3,5 mm). Par exemple, par la suite, nous nous intéressons aux déformations calculées sur des champs globaux de la surface des méplats (hors des éventuels cônes de frettage) et aux déformations calculées sur des zones d'intérêt choisies en fonction de la présence de singularités (fissures, variations minéralogiques macroscopiques …).
- **l'échelle Micro DIC** qui permet de suivre les déformations sur des champs de 1,5×1,5 mm$^2$ choisis dans la zone centrale de l'éprouvette sur le méplat poli. Il est alors possible d'identifier les déformations sur la totalité de cette zone ou de pointer sur des détails de la microstructure en choisissant des zones d'intérêt comme par exemple des hétérogénéités microstructurales *locales* (amas argileux, gros grains, pyrite…), des micro-fissures... Nous définirons plus précisément par la suite ce que nous entendons par "*local*" à cette échelle Micro DIC.

Les caractéristiques principales des images et des déformations obtenues par corrélation DIC (*cf.* données détaillées dans les Tableaux 6.3 et 6.6) sont rappelées dans la Figure 13.1. Sauf mention spéciale, l'image *de référence* dans l'appariement des images par corrélation est l'image avant chargement uniaxial (dite aussi *non déformée*).
En cours d'essai, vis-à-vis de l'extensométrie optique, seules les acquisitions d'images sont réalisées, la corrélation et les calculs des déformations étant effectués en *post*-traitement. Les principales données de déformations que nous exploitons à partir du logiciel de corrélation d'images *CorrelManuV* sont :

- les déformations axiales $\varepsilon_L$ et orthoradiales $\varepsilon_T$,
- les déformations volumiques $\varepsilon_{volumique}$ (explicitées selon l'Equation 7.10 pour $\theta = 90°$),
- la déformation équivalente $\varepsilon_{équivalente}$ au sens de Von Misès définie par l'Equation 7.8.




**(a) échelle Macro DIC.**
image = 1300×1030 pixels
champ = 75×60 mm$^2$
1 pixel = 60 µm (matériau)
1 domaine de corrélation = 1,8×1,8 mm$^2$
base de mesure (déformations locales) = 3,6×3,6 mm$^2$

**(b) échelle Micro DIC.**
image = 2048×2048 pixels
champ = 1,5×1,5 mm$^2$
1 pixel = 0,75 µm (matériau)
1 domaine de corrélation = 22×22 µm$^2$
base de mesure (déformations locales) = 44×44 µm$^2$

**Figure 13.1 – Champs optiques utilisés en extensométrie optique, aux deux échelles d'observation.**

**A gauche, sur la vue globale de l'éprouvette, sont reportés de façon symbolique les cônes de frettage comme décrit au *§ 7.4.1.***

Le repère *L,T* lié à la géométrie cylindrique à base circulaire de l'éprouvette (défini par la Figure 7.3) est rappelé dans la Figure 13.1. A partir de ce repère, **les déformations axiales sont désignées par $\varepsilon_L$ et les transverses ou orthoradiales par $\varepsilon_T$.**
**L'analyse des modes de déformation sur des champs de taille et de position sélectionnables permet de mettre en évidence des caractères homogènes ou hétérogènes des déformations à des échelles plus ou moins fines**.

*cas de déformations à l'échelle macroscopique*

Nous disposons de différents outils pour mesurer les déformations à une échelle macroscopique. Ces outils sont :

- des **jauges de déformation** collées sur l'éprouvette selon les directions axiale $\varepsilon_L$ et orthoradiale $\varepsilon_T$. Le positionnement des jauges orthoradiales est donné par la Figure 7.3. La base de mesure des déformations par jauge correspond à la taille de jauge, soit de l'ordre de 10×5 mm$^2$ dans notre cas. La (ou les) zone de mesure est évidemment fixe et choisie *a priori* sans connaissance préalable des états des déformations voisins.
- d'un **capteur de déplacement** de type différentiel (*LVDT*) qui permet d'effectuer une mesure du déplacement axial sur la globalité de la hauteur de l'éprouvette. Les déformations globales $\varepsilon_{LVDT}$ sont calculées à partir des valeurs du déplacement du comparateur ramenées à la hauteur de l'échantillon (de l'ordre de 72 mm dans notre cas), ce qui permet de pallier une éventuelle déficience de la jauge axiale.
- de l'**extensométrie optique Macro DIC sur différentes zones d'intérêt** : un des avantages des méthodes optiques est de pouvoir paramétrer les zones d'intérêt *a posteriori* en fonction des distributions des champs de déformations déterminés en première itération. Par exemple, dans le but de comparer les mesures entre jauge et extensométrie optique, des calculs des déformations sont effectués sur des champs correspondant à des zones d'aire équivalente à celle d'une jauge collée. Nous pouvons déplacer aisément ces champs sur l'ensemble de la surface observée afin d'estimer la représentativité des zones analysées.

#### 13.1.1.2 - Mesures acoustiques

Nous enregistrons l'activité acoustique[7] qui fournit, au cours du chargement, des informations sur des éventuelles modifications microstructurales provenant du volume total de l'éprouvette.
A partir de chaque événement acoustique *EA* enregistré (dont l'amplitude est donc supérieure au seuil de détection, fixé à 30 dB pour tous nos essais), certains paramètres caractéristiques des signaux sont extraits :

- le **dénombrement horodaté** des évènements *EA* (l'horodatage permet de recaler les *EA* par rapport aux données de l'essai comme la contrainte ou les déformations),
- leur **énergie absolue**,
- leur **durée**,
- leur **nombre de coups** (*i.e.* le nombre de fois que le signal "*franchit*" le seuil de détection),
- leur **temps de montée** au pic d'amplitude maximale (ou *rise time*).

Il convient de noter que certains de ces paramètres sont dépendants des conditions de propagation dans le matériau et des caractéristiques des transducteurs utilisés. Comme le fait remarquer Nakamura [NAK 77], le nombre de coups ainsi que le temps de montée sont aussi dépendants des caractéristiques de résonance du transducteur. Cet auteur ainsi que Ohtsu [OHT 92] suggèrent de pondérer le temps de montée par l'amplitude maximale au pic (désigné par le rapport *RA* par Ohtsu). L'énergie des salves acoustiques est dépendante des atténuations du matériau, des capteurs, du couplant et de la qualité du contact capteur/éprouvette. De plus, l'atténuation de la roche évolue en cours de chargement à cause des modifications microstructurales engendrées par le chargement (serrage, fissuration…).

Le but de l'analyse de ces différents paramètres est de pouvoir les corréler aux évolutions des déformations déterminées aux différentes échelles. Intuitivement, nous nous attendons à retrouver à partir des signatures acoustiques, les différents stades de la réponse mécanique et en particulier, les modes éventuels de fissuration (classiquement déduits à partir des déformations macroscopiques, sans signatures physiques systématiquement et explicitement mises en évidence). De plus, comme le proposent Eberhardt *et al*. [EBE 97], les caractéristiques des signaux acoustiques peuvent aussi

[7] Le mode opératoire est présenté au *§ 6.2*.

permettre de définir des seuils caractéristiques autres que ceux déterminés à partir des courbes contrainte-déformation. En effet, sur du granite, ces mêmes auteurs ont mis en évidence un seuil de coalescence des fissures avant la dilatance macroscopique, à partir d'augmentations sensibles de la durée des signaux, de leur amplitude au pic ou de leur temps de montée.
Comme le suggèrent ces mêmes auteurs, dans le but de comparer les signaux *EA* entre différents essais, il peut être intéressant de normaliser le nombre total d'évènements acoustiques par essai. Les nombreux signaux enregistrés après la rupture ne présentent que peu d'intérêt car ils sont associés à des frottements entre parties morcelées de l'éprouvette après perte de cohésion (pour cette raison, nous ne considérons pas les données acoustiques au delà de $R_c$).

### 13.1.2 - Traitement des données et présentation des résultats

Le *Chapitre 13* comporte les principaux résultats des essais mécaniques de compression uniaxiale sur éprouvettes à différents états hydriques (obtenus par les succions monotones présentées au *§ 11.1*) ; le chargement est appliqué perpendiculairement aux plans de stratification. Des données complémentaires sont disponibles en *Annexe E*.
Nous illustrons les résultats par des courbes de comportement mécanique ($\sigma$–$\varepsilon$, $\varepsilon_{volumique}$-$\varepsilon_L$,), des cartographies des déformations à différents états de contrainte et des évolutions des paramètres caractéristiques reportés en fonction de l'état hydrique de la roche (teneur en eau après succion $w_s$ ou normalisée $\widetilde{w}_s$ ) ou de l'atmosphère des isothermes (hygrométrie ou succion).

Dans un premier temps, nous nous attachons à examiner les mesures de déformation à une échelle macroscopique en comparant les techniques employées à cette échelle (jauge, Macro DIC, comparateur). Puis, nous cherchons à identifier le comportement mécanique en analysant les modes de déformation aux différentes échelles complémentaires (globales, locales et intermédiaires), ainsi que les modes d'endommagement et rupture.

#### 13.1.2.1 - Données mécaniques

Les résultats mécaniques sont présentés sous forme de courbes $\sigma$–$\varepsilon$, d'évolutions de paramètres mécaniques en fonction de l'état hydrique et de cartographies de distribution spatiale des déformations. Pour l'ensemble des résultats présentés par la suite, **la contrainte mentionnée correspond à la contrainte conventionnelle macroscopique** c'est-à-dire la contrainte calculée par le rapport entre la force appliquée et la section initiale de l'éprouvette.

*courbes $\sigma$–$\varepsilon$ et paramètres mécaniques*

Nous traçons les courbes caractéristiques $\sigma_{macroscopique}$–$\varepsilon$ à partir de la contrainte macroscopique et *i*- des déformations macroscopiques obtenues par les jauges, *ii*- des déformations à différentes échelles complémentaires issues de l'extensométrie optique sur différentes zones d'intérêt spécifiées (déformations plus ou moins locales selon les cas), *iii*- des déformations mesurées globalement par le comparateur (*LVDT*).

A partir de ces courbes et en lien avec les identifications mentionnées par la littérature (*cf.* Figure 2.2), nous cherchons à identifier un certain nombre d'étapes et de paramètres caractéristiques tels que :

- **la refermeture des fissures** (*pré-existantes* ou *hydriques*) **et des pores**. La fin de cette phase de serrage est caractérisée par **le seuil $\sigma_{cc}$**.
- des **modules et coefficients de Poisson apparents** (définis au *§ 7.3*) en chargement monotone lorsque les réponses en déformation présentent une partie linéaire au delà de la phase précédente.
- **l'apparition des non-linéarités** des déformations axiales, latérales ou volumiques (**seuils $\sigma_{NL}$**). $\sigma_{NL}$ n'est *a priori* pas équivalent au seuil $\sigma_e$ associé à la fin de la réponse élastique (Figure 2.2) ; en l'absence de cycles de charge/décharge, nous ne pouvons pas estimer $\sigma_e$.
- **l'apparition de la dilatance volumique associée au seuil $\sigma_{cd}$** .
- **la contrainte maximale $R_c$**.

Comme discuté au *§ 2.1*, les seuils mentionnés classiquement dans la littérature sont ceux déterminés à partir de jauges de déformation collées. L'emploi d'autres techniques de mesure (extensométrie optique, émission acoustique…) peuvent les révéler différemment ou mettre en évidence l'existence de phénomènes physiques autres descriptifs de la réponse mécanique, chaque technique de mesure présentant des biais propres à sa mise en œuvre.
Nous présentons les valeurs des différents seuils caractéristiques en termes de valeurs de déformation et de contrainte (exprimées également de façon normalisée par rapport aux valeurs maximales enregistrées au pic de rupture).

Nous mentionnons les valeurs des modules de Young et des coefficients de Poisson *acoustiques* calculés à partir des mesures de célérités des ondes acoustiques et des masses volumiques selon les Équations 7.13 et 7.15.

De façon générale, la déformation totale $\varepsilon_{totale}$ peut être décomposée en une part de déformation réversible élastique $\varepsilon_{élastique}$ et une part de déformation irréversible ou permanente $\varepsilon_{irréversible}$. Cette dernière peut être due à de la plasticité, de l'endommagement… A l'échelle macroscopique, en faisant des hypothèses d'élasticité linéaire et de répartition homogène de la contrainte à cette échelle, nous estimons les parts des déformations irréversibles selon :

**Équation 13.1** $$\varepsilon_{L\,irréversible}=\varepsilon_{L\,totale}-\varepsilon_{L\,élastique}=\varepsilon_{L\,totale}-\frac{\sigma}{E_2}$$

**Équation 13.2** $$\varepsilon_{T\,irréversible}=\varepsilon_{T\,totale}-\varepsilon_{T\,élastique}=\varepsilon_{T\,totale}-\nu_2\frac{\sigma}{E_2}$$

La même démarche est adoptée pour les déformations volumiques :

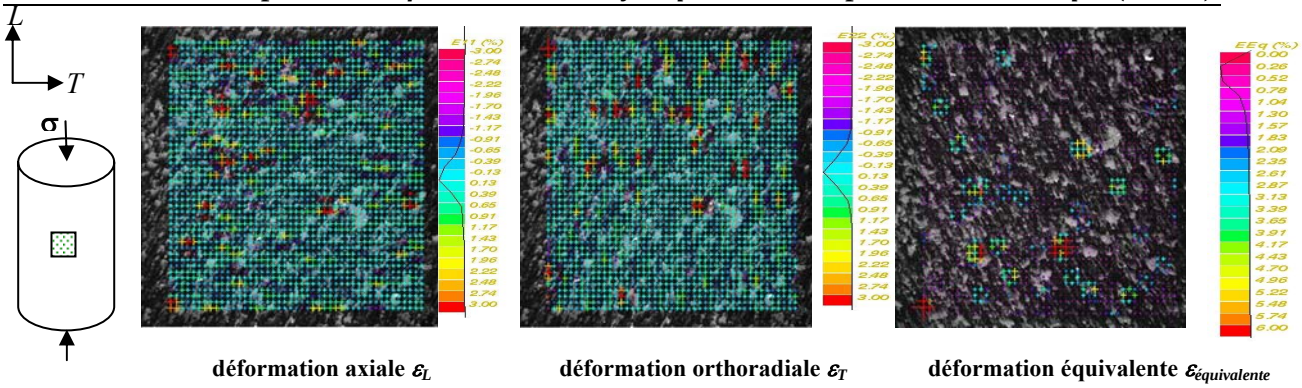
**Équation 13.3** $$\varepsilon_{volumique\ \ irréversible}=\varepsilon_{vol\,totale}-\varepsilon_{vol\,élastique}=\varepsilon_{vol\,totale\,mesurée}-\frac{1-2\,\nu_2}{E_2}\sigma$$

Les résultats présentés par la suite montrent que les hypothèses de linéarité de l'élasticité sont fortes. Néanmoins, sur les courbes $\sigma-\varepsilon_{\ macroscopique}$, nous reportons les parts des déformations irréversibles ainsi estimées.

*cartographies de déformation*

Des **cartographies de distribution spatiale des déformations** sont établies pour les différentes échelles investiguées. Selon les cas, sont tracées les déformations axiales, orthoradiales ou équivalente au sens de Von Misès[8] comme illustré sur la Figure 13.2 pour l'échelle Micro DIC. A l'échelle Micro DIC, les déformations peuvent être superposées à la microstructure initiale (avant chargement mécanique). A partir des champs optiques acquis pour la réalisation des cartes de déformations, nous cherchons à mettre en évidence le comportement des fissures pré-existantes ou nouvelles (ouverture, fermeture, propagation …).
Des échelles de couleur ainsi que l'histogramme des déformations sont tracés pour chaque carte, l'amplitude des échelles des couleurs étant adaptée à chaque illustration afin de suivre au mieux les détails de la distribution des déformations. Cependant, la convention de signe que nous avons adoptée pour les déformations ne s'applique pas aux cartographies de déformation tracées sous *CorrelManuV*. Ainsi, la proportionnalité des symboles vis-à-vis de l'amplitude et la palette de couleur sont inverses des représentations habituelles pour les déformations de contraction ; nous recommandons aux lecteurs de rester vigilants sur la lecture de ces cartes.

[8] en faisant une hypothèse d'axisymétrie locale du tenseur des déformations, qui est une mesure du déviateur plan.




**déformation axiale $\varepsilon_L$** **déformation orthoradiale $\varepsilon_T$** **déformation équivalente $\varepsilon_{équivalente}$**

**Figure 13.2 - Exemples de cartographies de déformations à l'échelle Micro DIC.**

**Dans cet exemple, aussi bien pour les déformations axiales que orthoradiales, les symboles dans les couleurs violettes représentent des déformation de contraction d'autant plus grandes en valeurs absolues que la taille des symboles est petite (inversement, les symboles de grande taille dans les tons oranges représentent des déformations d'expansion d'autant plus importantes que les symboles sont grands). Par contre, pour les déformations équivalentes qui sont par définition toujours positives, la lecture des cartes est classique : la taille des symboles et les décalages vers les oranges indiquent des déformations équivalentes importantes.**

Chaque cartographie est repérée par les niveaux de déformation axiale[9] et de contrainte macroscopique. Sur l'ensemble des illustrations suivantes, l'axe des éprouvettes cylindriques est systématiquement vertical (donc coaxial au chargement mécanique uniaxial).

A partir des cartographies des déformations à l'échelle Micro DIC, nous cherchons à estimer un **coefficient désigné par $\chi$** et défini comme le rapport de la déformation axiale de zones à dominance d'argiles et de la déformation axiale de zones constituées préférentiellement de grains de quartz et de carbonates, selon :

**Équation 13.4**
$$\chi = \frac{\varepsilon_{L\ zone\ \text{argileuse}}}{\varepsilon_{L\ zone\ quartz-carbonates}}$$

Les déformations $\varepsilon_{L\ zone\ argileuse}$ et $\varepsilon_{L\ zone\ quartz\text{-}carbonates}$ sont mesurées par extensométrie Micro DIC sur plusieurs zones dont la minéralogie est identifiée visuellement par l'intermédiaire de la morphologie des grains et de leurs niveaux de gris selon les remarques formulées au *Chapitre 9* (les zones blanches ou gris clair sont associées à des grains de carbonates et de quartz ; les amas gris foncé correspondent à des argiles). Les valeurs de $\chi$ sont donc des moyennes de valeurs locales dont nous suivons les évolutions au cours du chargement mécanique pour les différents états hydriques (lorsque cela est possible). Il s'agit d'un paramètre de nature plus qualitative que quantitative. En effet, étant donné que la base de mesure des déformations est de l'ordre de 50 µm en Micro DIC, que la taille des grains de minéraux autres que argileux se distribue entre 20 et 150 µm, et que la matrice argileuse présente une certaine tortuosité, il est difficile d'isoler les déformations pour les phases d'argiles et de minéraux autres. Nous préférons employer le terme de *zone à "telle phase" dominante*. De par la distribution observée des phases minéralogiques, un critère de *localité* au sens de phases pures n'est pas aisé à estimer.

### 13.1.2.2 - Données acoustiques

Les résultats des enregistrements acoustiques sont présentés sous la forme suivante :

- un **dénombrement** des évènements acoustiques reportés sur la courbe $\sigma$–$\varepsilon$ (chaque point correspondant ainsi à un événement) et des dénombrements normalisés par rapport à $R_c$ et $\sigma_{cd}$.

[9] La déformation axiale est calculée : *i* – en Macro DIC, sur une zone centrale globale (zone de 10×6 domaines de corrélation, soit 18×10,6 mm$^2$, repérée en vert sur la Figure 13.1) ; *ii* – en Micro DIC, sur la totalité de la zone d'intérêt, soit 1,5×1,5 mm$^2$.

- le **nombre cumulé** d'événements et **l'énergie cumulée** sont tracés en fonction de la contrainte. Nous associons à cette courbe les déformations (axiale, orthoradiale et volumique), l'idée étant de corréler les éventuels changements de pente des déformations macroscopiques à des paramètres acoustiques, dans le but de retrouver, à partir des signatures acoustiques, les seuils caractéristiques identifiés par ailleurs.
- le **nombre de coup**, la **durée** et le **rapport *RA*** défini précédemment sont reportés par rapport à la contrainte macroscopique.
- une **localisation des sources *EA*** : une projection des sources est effectuée selon la hauteur de l'éprouvette sur la face sur laquelle les déformations sont mesurées par extensométrie optique à l'échelle Macro DIC.

### 13.1.3 - Origines et caractéristiques des éprouvettes

Toutes les éprouvettes ont leur axe orienté selon la direction $\theta = 90°$ et sont issues de la cellule *B* dont les caractéristiques pétrographiques sont données dans les Tableaux 8.2 et 8.3 (rappelons que **les principales phases minéralogiques sont composées en moyenne de 45% pondéraux d'argiles, de 27% de quartz et de 26,5% de carbonates, et que leur teneur en eau pondérale à l'état hydrique initial est de 6,60%**).
Les différents états hydriques considérés sont ceux obtenus consécutivement aux **succions monotones directes depuis l'état hydrique initial** et qui ont été présentées en *Partie IV* (*i.e.* par mise en atmosphère d'hygrométries de 98, 76, 44 et 32% RH, et sans déformations empêchées). Rappelons que nous caractérisons l'état hydrique par la teneur en eau après succion $w_s$ ainsi que par la teneur en eau normalisée $\widetilde{w}_s$, qui a été définie comme la normalisation de la teneur en eau $w_s$ après succion par la teneur en eau après succion à 98% RH. Ainsi, les teneurs en eau après succion $w_s$ sont proches de 8,5 / 7 / 4 / 3% pour respectivement des hygrométries de 98 / 76 / 44 / 32% RH, ce qui confère aux éprouvettes respectivement un état hydrique quasi-saturé, un état hydrique proche de la limite de retrait et deux états partiellement désaturés.

Vingt essais de compression uniaxiale sont ainsi réalisés, répartis en fonction de l'instrumentation ou non en extensométrie optique (Tableau 13.1). Les caractéristiques des quatre essais sur des éprouvettes instrumentées en extensométrie optique sont données dans le Tableau 13.2.
Par manque de matière, l'état hydrique initial n'a pas pu être caractérisé mécaniquement.

**Tableau 13.1 – Synthèse globale des essais mécaniques avec les caractéristiques des éprouvettes.**

| histoire hydrique | mesure des déformations | émission acoustique | orientation | cellule | fissuration hydrique observée | essais | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | chargement monotone | cycles charge/décharge | nombre |
| désaturation mono-palier | jauges | 4 capteurs | $\theta = 90°$ | *B* | 98% RH: importante<br>76% RH: modérée<br>44% RH: aucune<br>32% RH: aucune | 2 essais × 4 hygro. | 2 essais × 4 hygro. | 16 |
| | jauges Macro et Micro DIC | 4 capteurs | $\theta = 90°$ | *B* | | 1 essai × 4 hygro. | - | 4 |

**L'observation réalisée au *§ 11.1.3.1*, d'une éventuelle fissuration *hydrique post*-succion est mentionnée.**

**Tableau 13.2 – Caractéristiques des éprouvettes pour lesquelles est mise en œuvre l'extensométrie optique ($\theta = 90°$).**

| *H* | succion | désignation des éprouvettes | teneur en eau après succion $w_s$ | teneur en eau normalisée $\widetilde{w}_s$ | état de saturation | nombre d'images traitées par essai, selon l'échelle | | durée d'essai |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| % RH | MPa | | % | - | | Macro DIC | Micro DIC | s |
| 98 | 2,8 | *B16* | 8,60 | 1,00 | quasi-saturé | 192 | 97 | 360 |
| 76 | 40,1 | *B17* | 7,10 | 0,83 | limite de retrait | 320 | 89 | 500 |
| 44 | 115 | *B18* | 4,02 | 0,46 | partiellement désaturé | 368 | 190 | 700 |
| 32 | 158,5 | *B19* | 3,00 | 0,34 | | 419 | 150 | 750 |

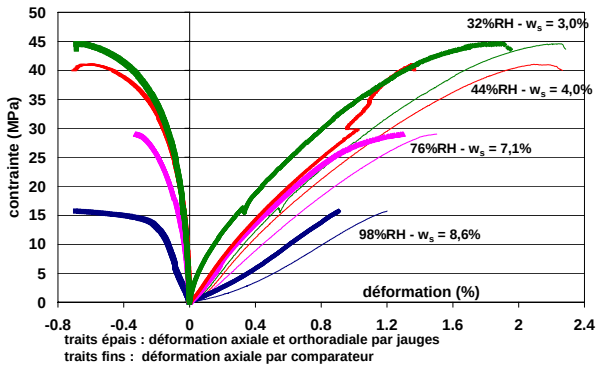
# 13.2 - Représentativité des mesures de déformation par jauges

Avant d'analyser la réponse mécanique, en particulier celle à l'échelle macroscopique, accessible par les différentes techniques citées précédemment, nous cherchons à mettre en évidence les pertinences et les paramètres d'influence des mesures de déformation en termes de fiabilité et de représentativité.

La Figure 13.3 présente les courbes caractéristiques $\sigma$–$\varepsilon$ établies à partir des déformations macroscopiques mesurées simultanément par le comparateur, les jauges collées et calculées par extensométrie optique sans contact Macro DIC, au cours d'un même essai pour chacune des quatre hygrométries étudiées.
Nous retrouvons le résultat classiquement observé de valeurs de déformations sur-estimées à partir des données du comparateur. L'écart est important au début de la sollicitation de par l'écrasement progressif des interfaces entre la traverse de la presse et l'échantillon (cependant, en cours de chargement, les pentes sur les courbes $\sigma$–$\varepsilon_L$ obtenues à l'aide du comparateur sont proches de celles obtenues par les autres techniques à cette échelle macroscopique).
Certaines jauges de déformation n'ont pas fonctionné jusqu'à la rupture (par exemple, pour l'état à 44% RH sur la Figure 13.3-b), ce qui rend alors difficile l'interprétation du comportement mécanique.
Les données estimées par Macro DIC (Figure 13.3-d à g) sont relatives à une zone d'intérêt correspondant à la zone globale verte de la Figure 13.1 (*i.e.* en position centrale de l'éprouvette sur le méplat, d'aire supérieure à celle d'une jauge et hors de la zone affectée par le frettage).
De plus, au cours de l'essai à 98% RH, nous notons de fortes différences sur la réponse en déformations entre les données de jauges et d'extensométrie optique, à la fois sur les déformations axiales et orthoradiales. Ceci peut être dû soit à des problèmes de tenue des jauges à forte humidité (colle), soit à des hétérogénéités locales se produisant sous la jauge seulement et non sur les domaines considérés en DIC (et vice-versa). Dans ce cas, ce dernier point illustre nos propos précédents sur le lien entre informations mesurées et positionnement de la jauge, et ce d'autant plus, pour les cas de matériaux présentant des hétérogénéités millimétriques telles que la fissuration *hydrique* observée pour les succions de 76 et 98% RH (*cf.* images des méplats sur les Figures 11.8 et 11.12).

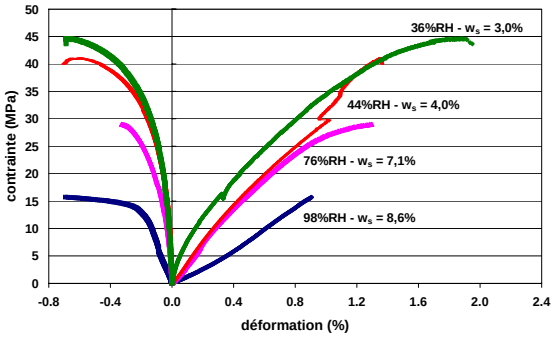
Pour appréhender plus en détails ce caractère d'homogénéité spatiale de la réponse mécanique, nous examinons les déformations par extensométrie optique à l'échelle macroscopique sur différentes zones d'intérêt comme illustré sur l'image de la Figure 13.4, pour les deux cas très différents d'hétérogénéité que présentent les éprouvettes après les succions de 98 et 44% RH. Ainsi, pour ces deux humidités, nous traçons les courbes $\sigma_{macroscopique}$–$\varepsilon$ de plusieurs zones d'intérêt, en considérant d'une part des zones d'aire identique à une jauge de déformation, et d'autre part, des zones de taille variable comme illustré sur les quatre zones de la Figure 13.4.
Ainsi, nous mettons clairement en évidence que **la réponse en déformation à 98% RH** (ainsi que 76% RH non présenté) **est hétérogène spatialement et donc dépendante à la fois de la taille et de la position de la zone considérée en terme de déformation**. Au contraire, pour les états secs, la réponse est homogène quelles que soient la dimension et la position de la zone considérée pour la mesure des déformations ; ainsi, pour les états secs, le choix de positionnement de la jauge a peu d'importance (à condition de rester dans la zone de contrainte homogène, c'est-à-dire hors des éventuels *cônes* de frettage).
Dans le premier cas de comportement hétérogène, se pose alors la question de la représentativité des mesures par jauges de déformation collées, les données étant affectées par les choix de l'opérateur vis-à-vis de la dimension et de la position de la jauge. En extensométrie optique, le choix d'une zone d'intérêt pour mesurer les déformations est toujours sujet à subjectivité de la part de l'opérateur, mais ce choix est fait en connaissance de l'état global de déformation, les zones d'intérêt pouvant être redéfinies *a posteriori*.
De plus, l'extensométrie optique telle que mise en œuvre à l'échelle macroscopique permet de suivre les déformations sur toute la hauteur de l'éprouvette.
Ainsi, dans la suite, **à l'échelle macroscopique Macro DIC, sont spécifiées les zones d'intérêt à partir desquelles sont tracées les courbes $\sigma_{macroscopique}$–$\varepsilon$ et estimés les paramètres mécaniques.**

**comparateur et jauges axiales**

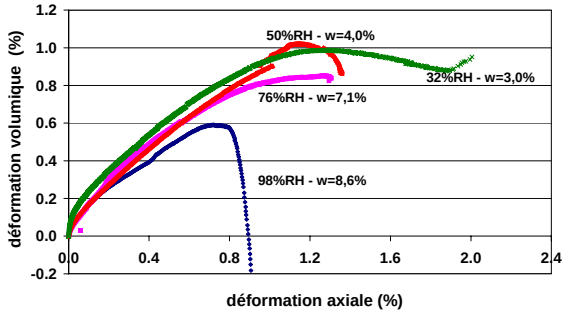



**(a) courbe $\sigma$–$\varepsilon$ (jauges de déformation et comparateur).**

**jauges de déformation**

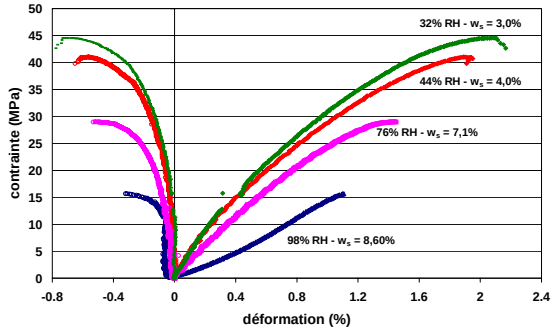



**(b) courbe $\sigma$–$\varepsilon$ (jauges de déformation).**

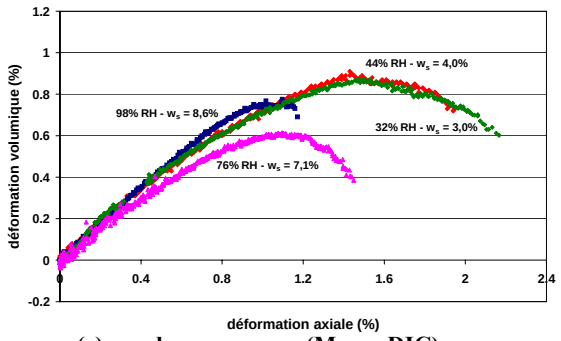



**(c) courbe $\varepsilon_{volumique}$–$\varepsilon_L$ (jauges de déformation).**

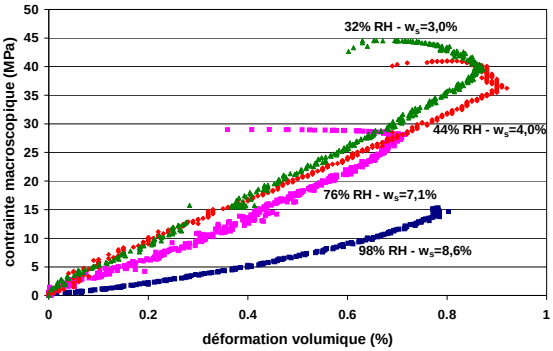
**extensométrie Macro DIC sur zone centrale**



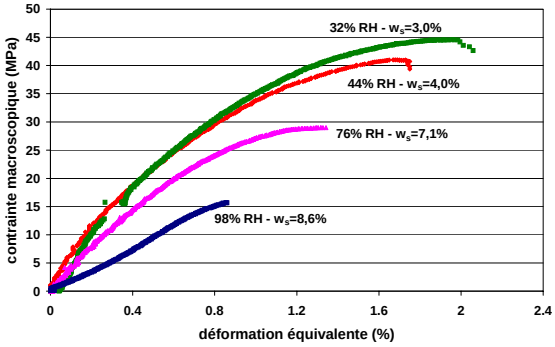

**(d) courbe $\sigma$–$\varepsilon$ (Macro DIC).**




**(e) courbe $\varepsilon_{volumique}$–$\varepsilon_L$ (Macro DIC).**



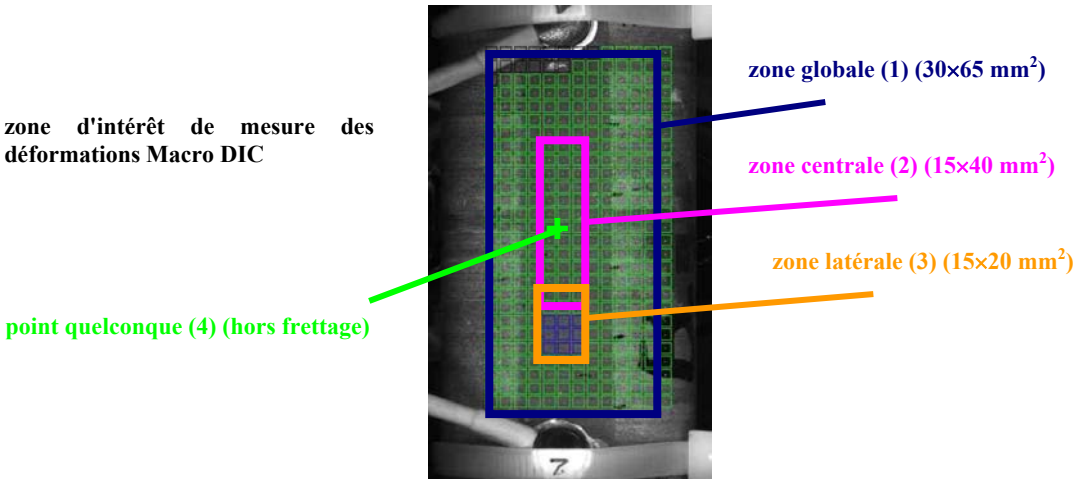

**(f) courbe $\sigma$-$\varepsilon_{volumique}$ (Macro DIC).**

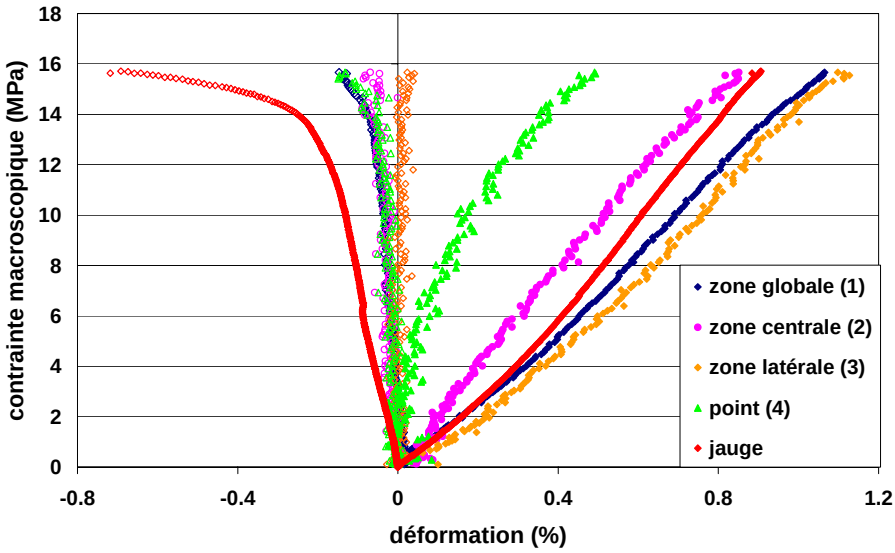



**(g) courbe $\sigma$-$\varepsilon_{équivalente}$ (Macro DIC).**

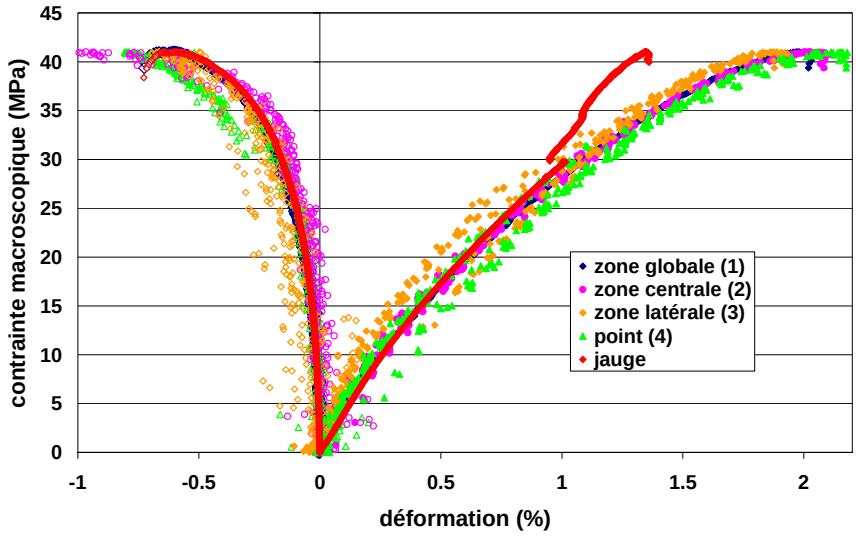
**Figure 13.3 - Courbes caractéristiques pour les quatre états hydriques (direction $\theta$ = 90°) selon l'instrumentation associée à la mesure des déformations.**

**Les déformations par extensométrie optique Macro DIC sont calculées sur une zone globale centrale de l'éprouvette.**




(a) 98% RH.




(b) 44% RH.

**Figure 13.4 - Différentes zones d'intérêt pour les états 98 et 44% RH à l'échelle Macro DIC.**

# 13.3 - Comportements mécaniques et modes de déformation à différentes échelles

Au cours de ce paragraphe, nous nous intéressons aux modes de déformations à différentes échelles complémentaires. Comme justifié au paragraphe précédent, **les modes de déformation sont analysés à partir des données d'extensométrie optique**.
Pour les quatre états de saturation considérés, nous présentons dans un premier temps, les **courbes caractéristiques macroscopiques et les paramètres mécaniques globaux** qui s'en déduisent, puis nous exposons et analysons les **distributions spatiales des déformations aux échelles Macro et Micro DIC**.

## 13.3.1 - Paramètres et comportement mécaniques macroscopiques (courbes $\sigma$–$\varepsilon_{macroscopique}$)

A partir des courbes globales (Figure 13.3-d à g), trois types de comportement macroscopique semblent se dessiner selon les trois états de saturation décrits précédemment :

- pour les **états partiellement désaturés**, soit des teneurs en eau moyennes à faibles (humidités de 44 et 32% RH), le comportement mécanique est de type **fragile et contractant avec des résistances au delà de 40 MPa**. Des non-linéarités des déformations axiales sont marquées au delà de 10-15 MPa.
- pour la teneur en eau à **saturation quasi maximale (98% RH)**, le module et la résistance sont moindres. Une phase initiale importante de serrage est visible sur les déformations axiales ; au delà, les déformations axiales apparaissent linéaires jusqu'à rupture.
- pour l'hygrométrie de 76% RH **proche de la limite de retrait**, le comportement apparaît comme un panachage des deux comportements précédents c'est-à-dire plutôt de type fragile (avec un serrage initial réduit par rapport à l'état 98% RH) et des **propriétés intermédiaires** entre les deux états de saturation précédents mais plutôt proches de celles obtenues sur les états secs.

Pour les quatre états hydriques, après un éventuel serrage, nous observons une phase quasi-linéaire des déformations axiales entre 5 et 10 MPa (Figure 13.5). Ainsi, dans cette plage de contrainte, nous choisissons d'estimer les paramètres d'élasticité (modules de Young et coefficient de Poisson). Une dilatance apparaît vers 0,90 $R_c$. Les déformations volumiques étant quasiment linéaires pour les états autres que 98% RH, nous estimons le module de compressibilité volumique $K$. Ces données sont fournies à titre indicatif car comme nous l'avons dit précédemment, il aurait fallu réaliser des cycles de chargement pour vérifier la réversibilité des déformations et accéder ainsi à une estimation correcte de ces paramètres.
Le tracé de la différence entre les déformations totales $\varepsilon_{totale}$ et les déformations linéaires $\varepsilon_{linéaire}$ estimées sur la gamme [5-10 MPa] permet pour les directions axiale et orthoradiale, de mettre en évidence les phases de non-linéarité (Figure 13.6).

Avec les limitations formulées et en considérant que, à 5 MPa, il n'y a plus de serrage, et que la contrainte est homogène, les paramètres mécaniques apparents sont estimés et regroupés dans le Tableau 13.3 ; leurs évolutions en fonction de l'état hydrique sont tracées sur la Figure 13.7.

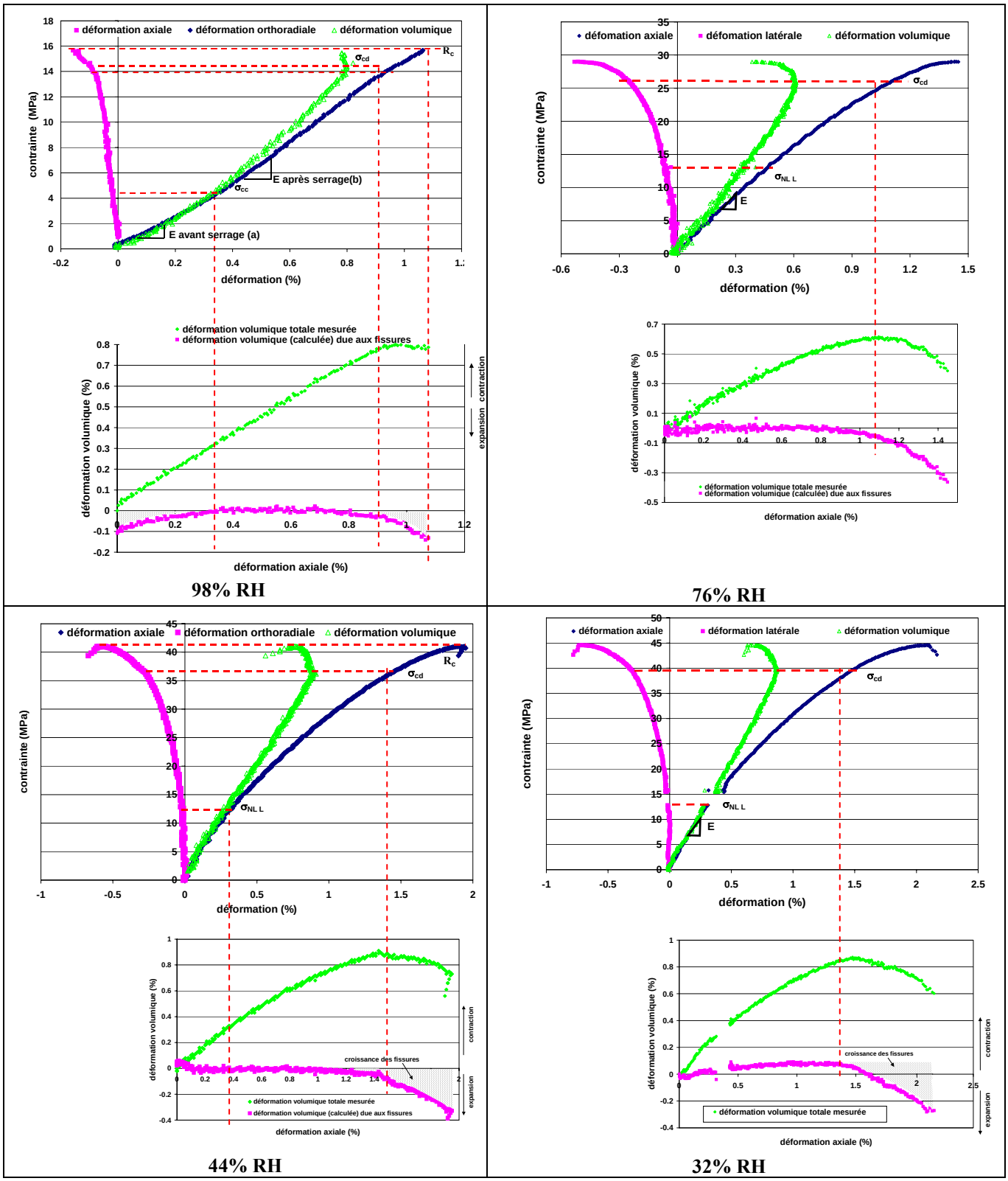



**Figure 13.5 – Courbes caractéristiques avec identification des différents paramètres.**

**Les déformations sont mesurées par extensométrie optique Macro DIC sur une zone centrale globale de l'éprouvette. Sont mentionnées les parts des déformations volumiques irréversibles selon l'Équation 13.3.**

**Tableau 13.3 – Paramètres mécaniques (désaturation mono-palier – $\theta$ = 90°).**

| | | désaturations mono-palier | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| humidité | % RH | 98 | 76 | 44 | 32 |
| orientation $\theta$ | ° | 90 | 90 | 90 | 90 |
| teneur en eau $w_s$ | % | 8,80 | 7,30 | 4,02 | 3,00 |
| teneur en eau normalisée $\widetilde{w}_S$ | | 1,00 | 0,83 | 0,46 | 0,34 |
| module de Young *acoustique* $E_{2\ acoustique}$ | MPa | 5 560 | 8 120 | 8 865 | 9 455 |
| coefficient de Poisson *acoustique* $\nu_{2\ acoustique}$ | - | 0,41 | 0,22 | 0,11 | 0,09 |
| module apparent de Young $E_2$ | MPa | 2 500 ±300 | 3 100 | 5 100 ±700 | 5 300 ±200 |
| coefficient apparent de Poisson $\nu_2$ | - | 0,24 ± 0,05 | 0,10 ± 0,02 | 0,08 ± 0,02 | 0,07 ±0,0,1 |
| module apparent de compressibilité $K$ | MPa | *NL* | 5 100 | 4 000 | 4 700 |
| apparition des non-linéarités $\sigma_{NL\ L}$ sur $\varepsilon_L$ | MPa | 14,0 | 12,8 | 12,2 | 12,8 |
| | × $R_c$ | 0,89 | 0,44 | 0,30 | 0,29 |
| | % | 0,98 | 0,46 | 0,31 | 0,30 |
| | × $\varepsilon_{L\ max}$ | 0,92 | 0,32 | 0,16 | 0,14 |
| apparition des non-linéarités $\sigma_{NL\ T}$ sur $\varepsilon_T$ | MPa | 13,07 | 10 | 17,4 | 12,8 |
| | × $R_c$ | 0,83 | 0,35 | 0,43 | 0,29 |
| | % | -0,07 | -0,04 | -0,04 | -0,017 |
| | × $\varepsilon_{T\ max}$ | 0,44 | 0,07 | 0,07 | 0,02 |
| seuil de dilatance $\sigma_{cd}$ | MPa | 14,0 ± 2 | 28 ± 2 | 37 ± 1 | 40 ± 1 |
| | × $R_c$ | 0,89 | 0,90 | 0,90 | 0,89 |
| résistance à la rupture $R_c$ | MPa | 24 ± 7 | 29,8 ±2 | 38,8 ± 1 | 42,5± 0,3 |
| $\varepsilon_L$ à rupture | % | 1,07 | 1,45 | 1,95 | 2,1 |
| $\varepsilon_T$ à rupture | % | -0,16 | -0,55 | -0,60 | -0,75 |

**Les données présentées sont les moyennes de valeurs obtenues sur trois éprouvettes par état hydrique.**
***NL* : non-linéarité.**

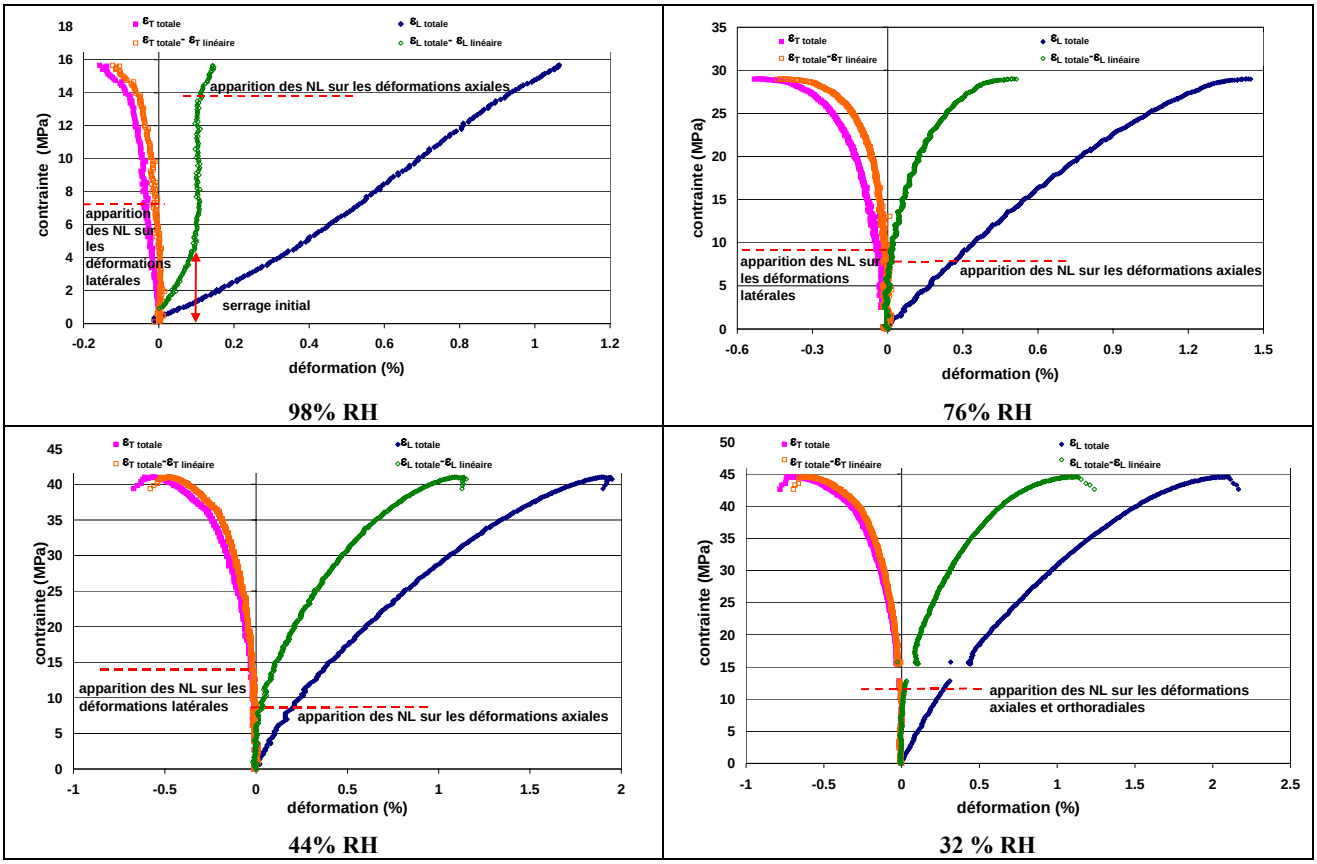
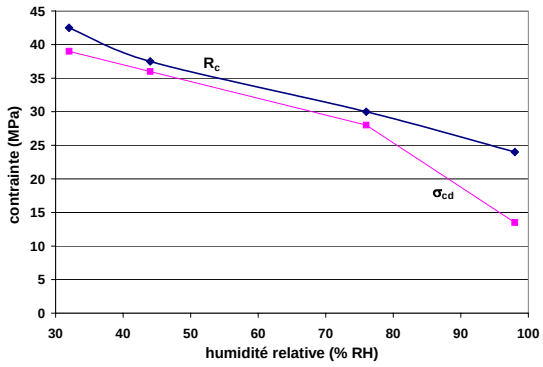
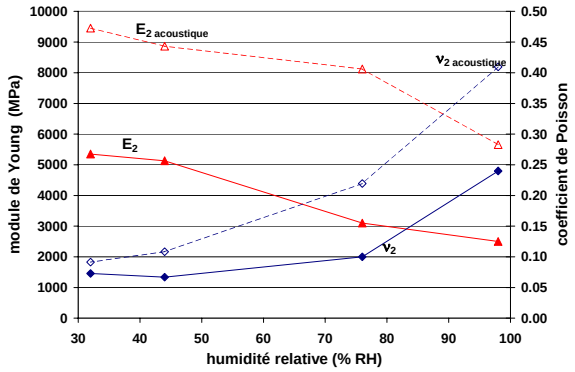


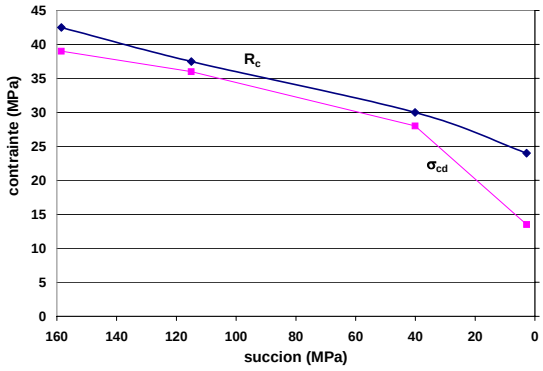

**Figure 13.6 - Mise en évidence des non-linéarités des déformations.**

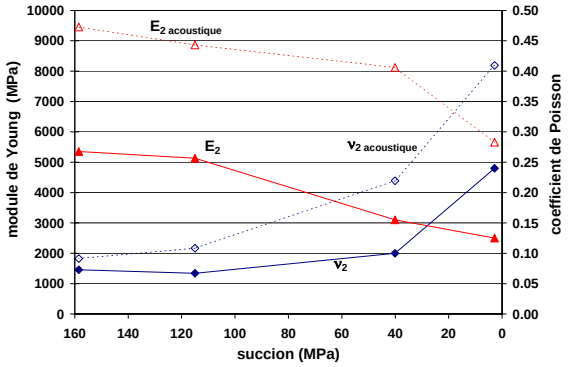
| **Résistance $R_c$ et contrainte de contraction maximale $\sigma_{cd}$.** | **Module $E_2$ et coefficient de Poisson $\nu_2$.** |
|---|---|



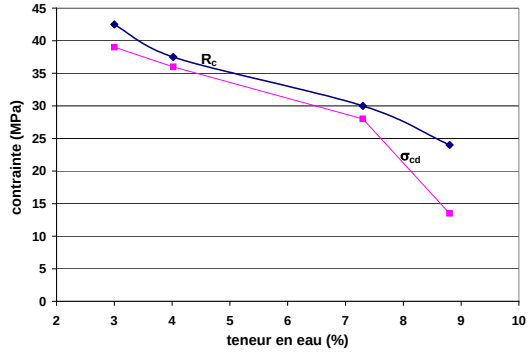



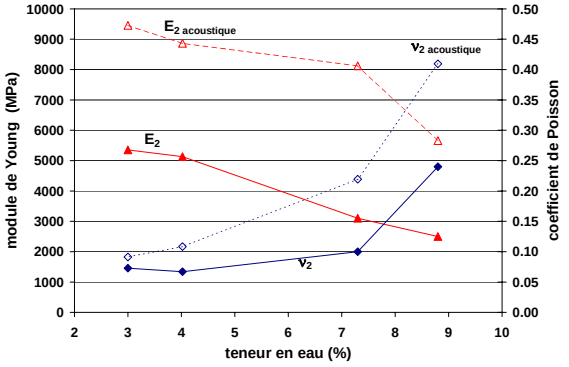

**(a) paramètres en fonction de l'hygrométrie imposée.**




**(b) paramètres en fonction de la succion imposée.**




**(c) paramètres en fonction de la teneur en eau $w_s$.**

**Figure 13.7 – Paramètres d'élasticité et contraintes caractéristiques en fonction de l'état hydrique.**

A partir de l'ensemble des données précédentes, nous pouvons détailler la réponse mécanique macroscopique selon les différentes grandes étapes identifiées comme suit :

*serrage initial*

L'existence d'une phase de serrage et son amplitude sont très dépendantes de l'état hydrique ou plus exactement de la microstructure imposée par les succions préalables. Pour les éprouvettes issues des hygrométries 98% RH et dans une moindre mesure 76% RH, une part importante des déformations axiales est associée directement à la refermeture des fissures créées par les succions et observées précédemment. Pour les états les plus désaturés (44 et 32% RH) pour lesquels les fissures *pré-existantes* ont été refermées par les succions et pour lesquels aucune fissuration *hydrique* n'a été mise en évidence, aucun serrage n'est visible.

*élasticité*

Avec les limitations évoquées précédemment sur la détermination des paramètres d'élasticité, **le module de Young $E_2$ (perpendiculaire aux strates) augmente fortement avec la succion,** d'un facteur proche de 2 entre 98 et 32% RH. **Le coefficient de Poisson chute rapidement avec la succion** et reste quasi-constant (de l'ordre de 0,08-0,10) pour des humidités relatives inférieures à 76% RH (Figure 13.7).

Les paramètres *acoustiques* d'élasticité (Figure 13.7) présentent la même forme de dépendance vis-à-vis de l'état hydrique, que les paramètres *mécaniques statiques* avec des valeurs absolues qui diffèrent de par les modes de sollicitation (isentropique et condition non drainée) comme énoncé au *§ 7.5*.

*apparition des non-linéarités*

Pour les états 76, 44 et 32% RH, les déformations axiales sont linéaires jusqu'à 12-13 MPa puis deviennent non linéaires, ce qui peut traduire de l'endommagement ou de la plasticité. Les déformations volumiques sont linéaires jusqu'au seuil de dilatance (Figure 13.5). Les modules de compressibilité sont du même ordre de grandeur pour ces trois états hydriques, ce qui semblerait signifier que l'état de la porosité ne joue pas de rôle majeur dans le comportement. Par contre, les courbes $\sigma$–$\varepsilon_{équivalente}$ sont non linéaires (Figure 13.3-g).

Pour l'état consécutif à l'humidité de 98% RH, la réponse diffère : après la phase de fermeture des fissures qui se traduit par une non-linéarité des déformations axiales, ces dernières deviennent linéaires quasiment jusqu'à la rupture qui intervient autour de 16 MPa. A partir de 13 MPa, peu avant la dilatance, les déformations orthoradiales ont le comportement inverse : linéaires dans un premier temps puis non linéaires. A l'opposé des états plus secs, les déformations volumiques sont non linéaires et les déformations équivalentes apparaissent quasiment linéaires.

A ce stade, il n'est pas aisé de savoir quel type de mécanisme de déformation est actif. En effet, nous ne pouvons pas déterminer si les non-linéarités observées sur les courbes déviatoriques sont les conséquences d'un endommagement ou d'un phénomène de plasticité qui se produirait à volume constant. Malheureusement, notre choix de réaliser des essais de chargement monotone pour le suivi en extensométrie optique ne nous permet pas déterminer la part de déformations irréversibles comme cela aurait été le cas au cours de cycles de charge/décharge. Par contre, les observations locales ainsi que les émissions acoustiques présentées par la suite sont des outils qui *a priori* peuvent permettre de différencier les mécanismes tels que de la plasticité ou et de l'endommagement.

*comportement dilatant*

Pour les quatre états hydriques, le comportement est contractant et une dilatance finale apparaît pour des chargements de l'ordre de 0,90 $R_c$, valeur normalisée au pic et indépendante de l'état hydrique.

*rupture*

Quel que soit le degré de saturation, aucun comportement post-pic n'est visible, ce qui était attendu de par le mode uniaxial de sollicitation. Comme les modules, **la résistance $R_c$ augmente fortement avec la succion**, d'un facteur proche de 2 entre 98 et 32% RH (Figure 13.7). Les déformations axiales et orthoradiales à rupture diminuent en valeur absolue de façon quasi linéaire en fonction de l'humidité relative ou de la résistance.

### 13.3.2 - Champs de déformation globaux (Macro DIC)

Pour les quatre états hydriques investigués, nous nous intéressons aux distributions spatiales des déformations pour différentes zones dont les tailles sont de quasi-décimétriques (intégralité de la hauteur de l'éprouvette) à millimétriques. Pour cela, nous examinons les cartographies[10] des déformations superposées à la microstructure.
**Le but de la démarche est de rechercher des éventuelles hétérogénéités de distribution des déformations et de les corréler à des hétérogénéités de l'éprouvette** (dominance de certaines phases, fissures antérieures au chargement, nouvelles fissures…). Les résultats sont présentés selon les états de saturation des éprouvettes.

***Etats partiellement désaturés*** [11]

*(44 et 32% RH -* $\widetilde{w}_s \approx$ 0,45 et 0,35*)*

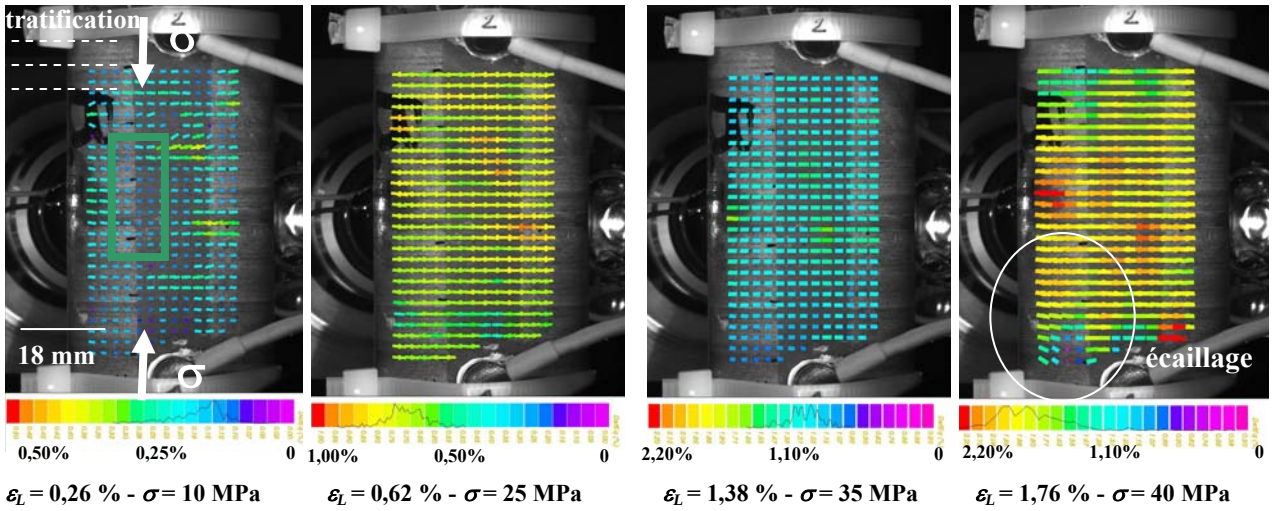
Pour les deux états partiellement désaturés, **la réponse en déformation présente une bonne homogénéité (sans localisation à l'échelle macroscopique) jusqu'à des niveaux hauts de déformation, homogénéité visible sur les cartographies des déformations équivalentes** (Figure 13.8 et Figure 13.9). La ruine se produit par la propagation d'une macro-fissure vers 0,95 $R_c$, orientée parallèlement au chargement.
L'homogénéité des déformations à cette échelle peut aussi être mise en évidence en isolant les déformations de différentes zones d'intérêt. Les réponses sont quasi identiques quelles que soient la taille et la position des zones sélectionnées (comme l'illustre la Figure 13.10 dans le cas 32% RH).

Pour les deux états hydriques, les déformations Macro DIC axiales sont rapidement non linéaires et les déformations diamétrales linéaires jusqu'à 15 MPa deviennent non linéaires par la suite. Par contre, les déformations volumiques sont linéaires quasiment jusqu'au seuil de dilatance qui est proche de la rupture (0,95 $R_c$) (se reporter à la Figure 13.20).

Les éprouvettes ne présentant pas de fissures avant l'essai mécanique, nous pouvons remarquer la très bonne concordance entre les mesures de déformations issues de la jauge longitudinale et celles obtenues par extensométrie optique Macro DIC sur une zone centrale. De plus, l'extensométrie optique permet de suivre les déformations jusqu'à la rupture, palliant ainsi la déficience de la jauge axiale vers 1% de déformation pour l'humidité de 44% RH (Figure 13.8).

[10] Pour l'ensemble des cartographies présentées par la suite, nous mentionnons pour chaque cartographie :
- la déformation axiale macroscopique $\varepsilon_L$ correspondant aux données de la zone centrale *verte* (l'image de référence étant prise avant application du chargement).
- la contrainte $\sigma$ qui est la contrainte macroscopique conventionnelle uniaxiale.

[11] De part les similarités des comportements mécaniques des éprouvettes relatives aux hygrométries de 44 et 32% RH, nous présentons conjointement les cartographies de ces deux états partiellement désaturés.




$\varepsilon_L$ = 0,26 % - $\sigma$ = 10 MPa | $\varepsilon_L$ = 0,62 % - $\sigma$ = 25 MPa | $\varepsilon_L$ = 1,38 % - $\sigma$ = 35 MPa | $\varepsilon_L$ = 1,76 % - $\sigma$ = 40 MPa

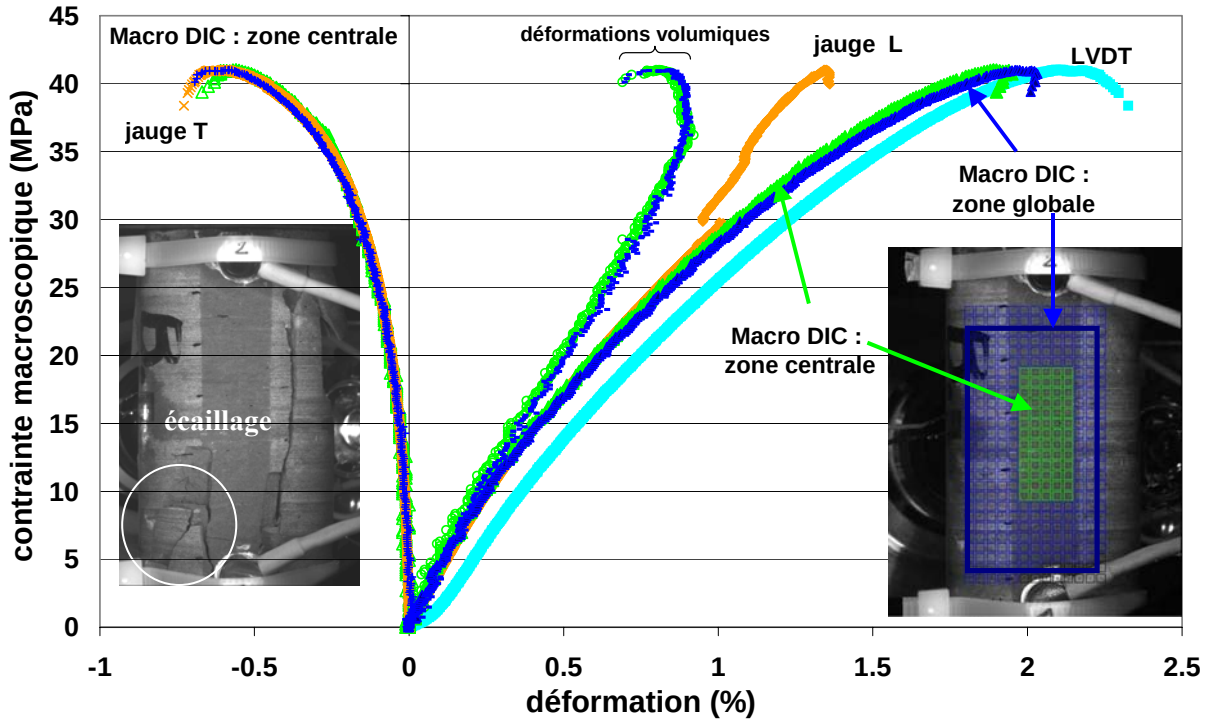
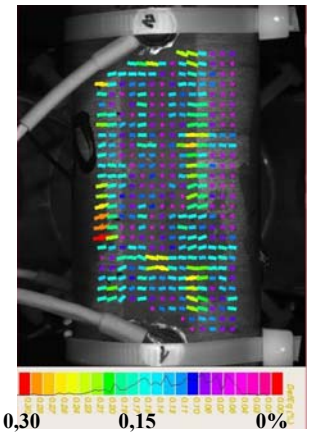
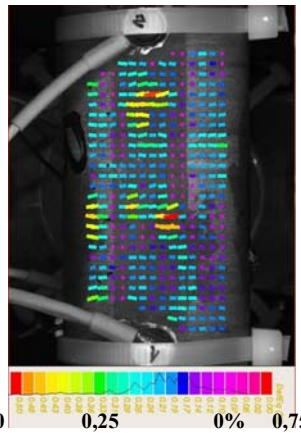



**Figure 13.8 – Courbes et cartographies des déformations $\varepsilon_{équivalente}$ (Macro DIC) sur une zone centrale pour l'état hydrique 44% RH.**

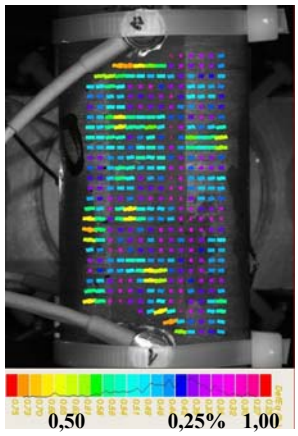
**Un écaillage se produit vers 0,85 $R_c$ dans le quart inférieur gauche, conduisant à une décharge locale.**
**Sur les données du comparateur (*LVDT*), nous pouvons remarquer la non-linéarité initiale qui correspond à la mise en place des plateaux de compression.**



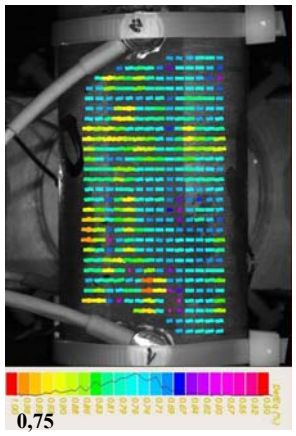

$\varepsilon_L$ = 0,10 % - $\sigma$ = 5 MPa



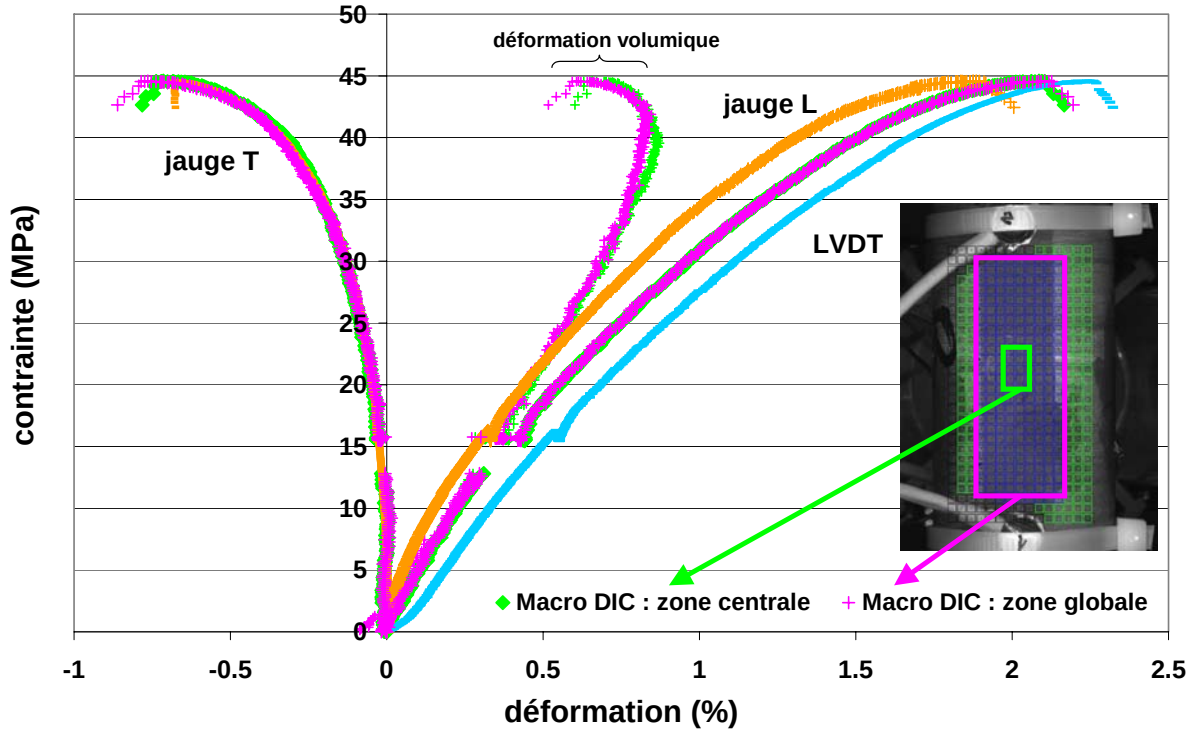

$\varepsilon_L$ = 0,22 % - $\sigma$ = 10 MPa

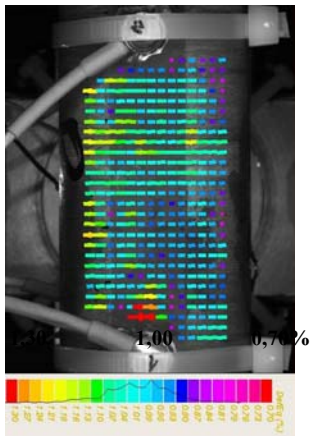



$\varepsilon_L$ = 0,54 % - $\sigma$ = 20 MPa

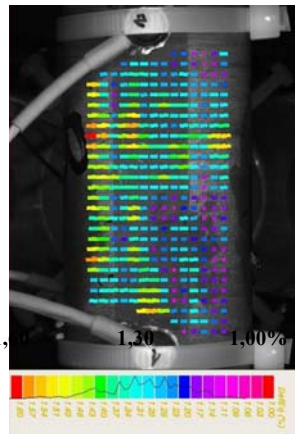



$\varepsilon_L$ = 0,97 % - $\sigma$ = 30 MPa

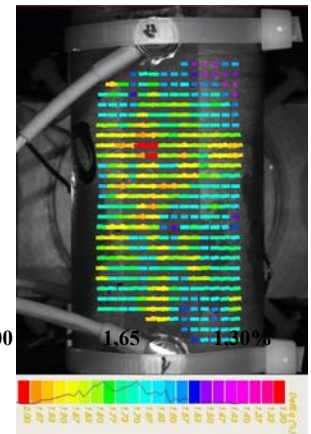



$\varepsilon_L$ = 1,22 % - $\sigma$ = 35 MPa




$\varepsilon_L$ = 1,53 % - $\sigma$ = 40 MPa




$\varepsilon_L$ = 1,86 % - $\sigma$ = 44 MPa

rupture

**Figure 13.9 - Courbes et cartographies des déformations $\varepsilon_{équivalente}$ (Macro DIC) sur une zone centrale pour l'état hydrique 32% RH.**

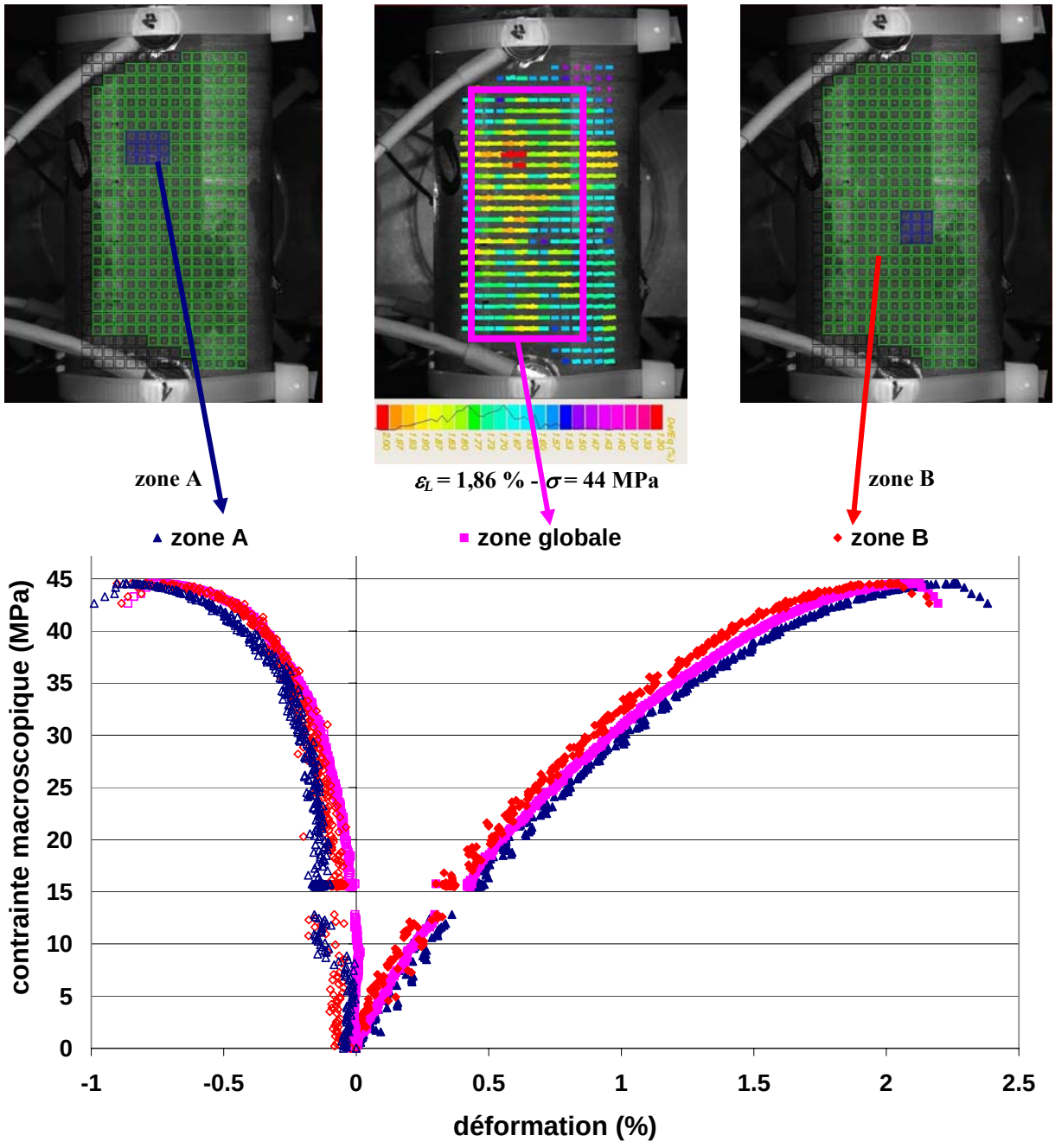



**Figure 13.10 - Déformations selon différentes zones d'intérêt à l'échelle Macro DIC pour l'état hydrique 32% RH.**

***Etat proche de la limite de retrait***

*(76% RH - $\widetilde{w}_s \approx 0{,}8$)*

Comme observé dans la *Partie IV* (*cf.* Figures 11.12 et 11.13), l'éprouvette comporte sur le méplat observé en Macro DIC, deux fissures macroscopiques *pré-existantes* (désignées par *A* et *B*), ouvertes et orientées perpendiculairement au chargement (Figure 13.11). Ces hétérogénéités ont dicté le choix de différentes zones d'intérêt en extensométrie optique Macro DIC. Nous nous sommes particulièrement intéressés aux zones suivantes de la Figure 13.11 (représentées en bleu):

- la *zone 1* couvrant la quasi-totalité de la hauteur et de la largeur du méplat de l'éprouvette (10×24 domaines de corrélation, hors un éventuel cône de frettage),
- la *zone 2* (8×8 domaines de corrélation) en position centrale sur une zone ne comportant pas de fissures *pré-existantes* visibles à cette échelle (qualifiée de *zone saine*),
- la *zone 3* (4×10 domaines de corrélation) positionnée sur une fissure.

Les déformations axiales sur la globalité de l'éprouvette (*zone 1*) et sur une zone exempte de fissure (*zone 2*) ont des allures et des valeurs comparables tout le long du chargement (Figure 13.11) ; elles présentent une quasi-linéarité jusqu'à 20 MPa puis au delà deviennent non linéaires. La zone comportant de la fissuration *pré-existante* (*zone 2*) présente une phase initiale de non-linéarité des déformations axiales jusqu'à 10 MPa, puis une phase linéaire entre 10 et 25 MPa, et au delà de 25 MPa, de nouveau une non-linéarité marquée. La première phase de non-linéarité est associable à la fermeture des fissures et la phase finale à des ouvertures ou ré-ouvertures de fissures correspondant à la dilatance macroscopique. La similarité des déformations des zones globale et saine (*zones 1 et 2*) aussi bien sur les déformations axiales (Figure 13.11) que sur les déformations volumiques et équivalentes (Figure 13.14) met en évidence que **la réponse mécanique globale à 76% RH est plutôt gouvernée par les déformations de volume et que, finalement, le rôle mécanique des quelques fissures *pré-existantes* apparaît minoritaire.**

Les cartographies (Figure 13.12) mettent en évidence des hétérogénéités de déformation qui se localisent principalement sur les deux fissures pré-existantes à l'essai mécanique. Ces hétérogénéités de déformation se mettent en place dès le début du chargement avec une fermeture de ces fissures (comme l'illustre la première cartographie de la Figure 13.12, établie à une contrainte de l'ordre de 2 MPa). Lorsque le chargement augmente, le comportement des deux principales fissures observées sur la Figure 13.11 diffère : en effet, à 15 MPa par exemple, la fissure *A* ne concentre plus de déformation alors que la fissure *B* reste le siège de déformations privilégiées comme le montrent les cartographies de déformation établies avec un état de référence à 10 MPa (Figure 13.13). Pour des chargements supérieurs (au delà de 20 MPa), une zone (quart supérieur droit) *a priori* exempte de fissures antérieures au chargement et qui a l'allure d'une bande orientée à 45° non traversante, est le siège de l'apparition de localisation des déformations. Cette localisation se traduit par l'apparition d'une fissure verticale vers 25 MPa, qui mène à la rupture finale. Cette fissure apparaît pour des niveaux locaux de déformation équivalente proches de 1,5% alors que le niveau moyen des déformations sur l'ensemble de l'éprouvette est de l'ordre de 0,60%.

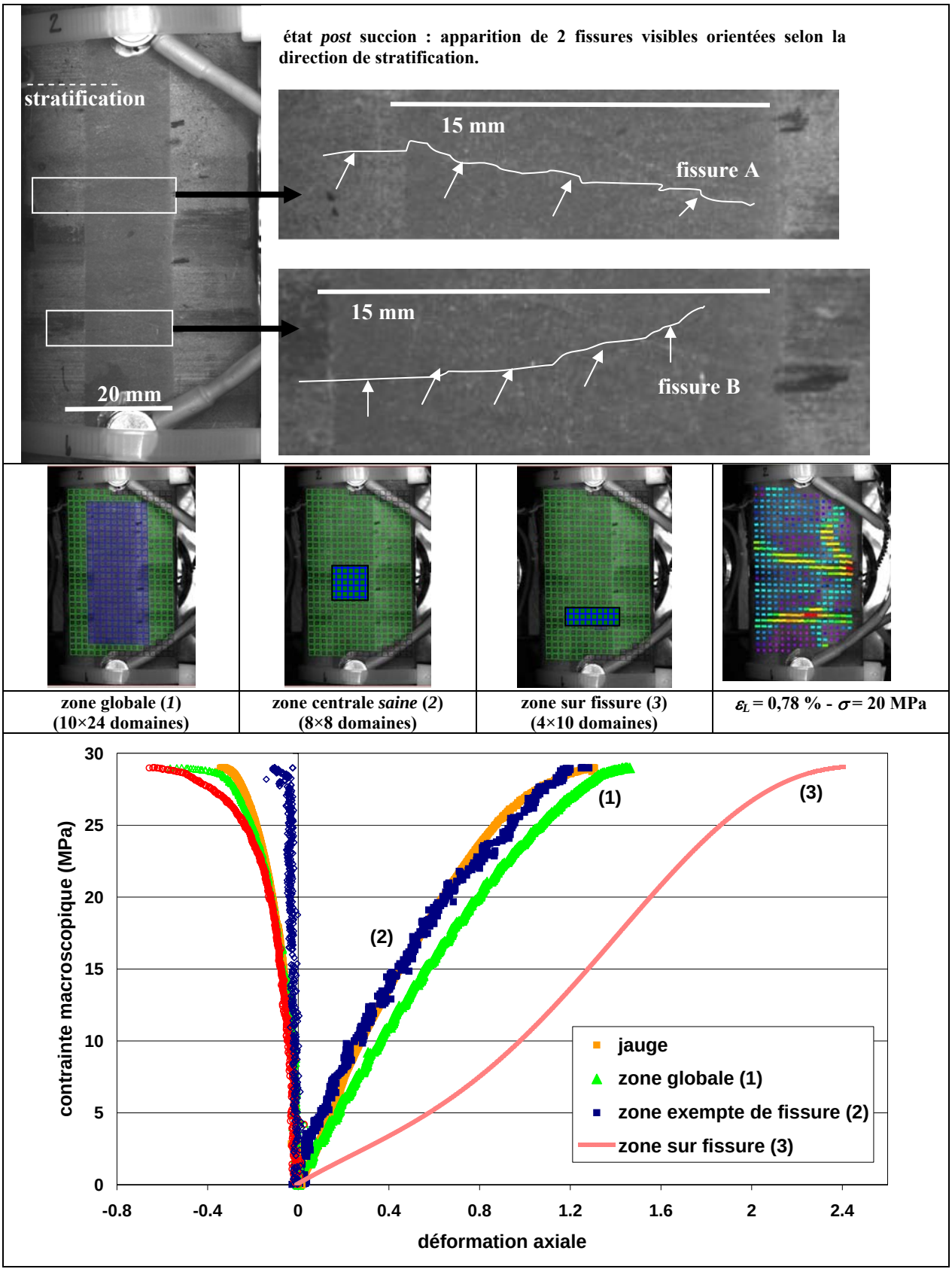



**Figure 13.11 - Courbes $\sigma$–$\varepsilon$ selon des zones d'intérêt pour l'état hydrique 76% RH.**

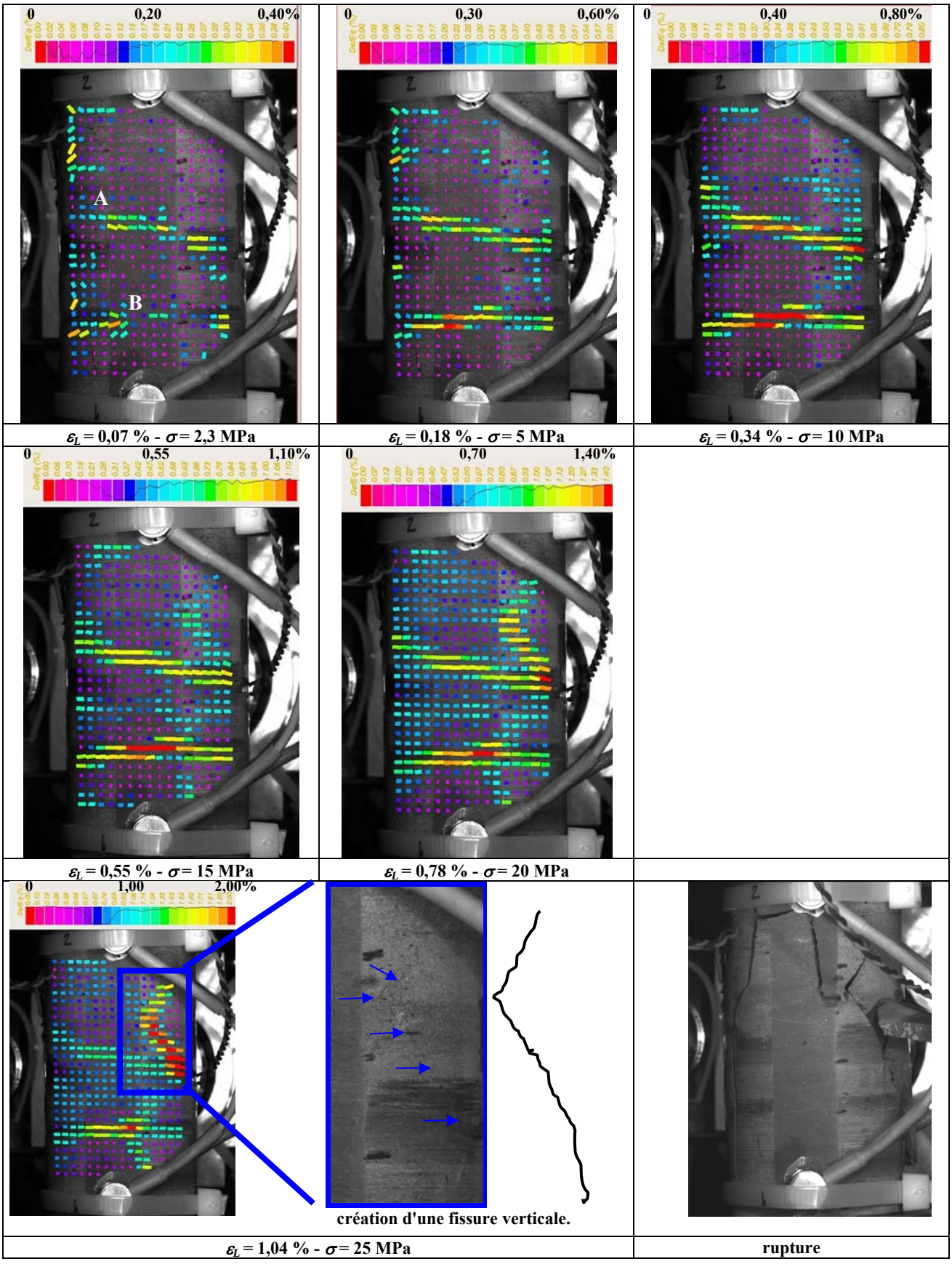



**Figure 13.12 - Cartographies Macro DIC des déformations $\varepsilon_{équivalente}$ pour l'état hydrique 76% RH.**

**La déformation axiale $\varepsilon_L$ mentionnée correspond aux données de la zone globale (1) de la Figure 13.11 et la contrainte $\sigma$ est la contrainte macroscopique conventionnelle uniaxiale.**

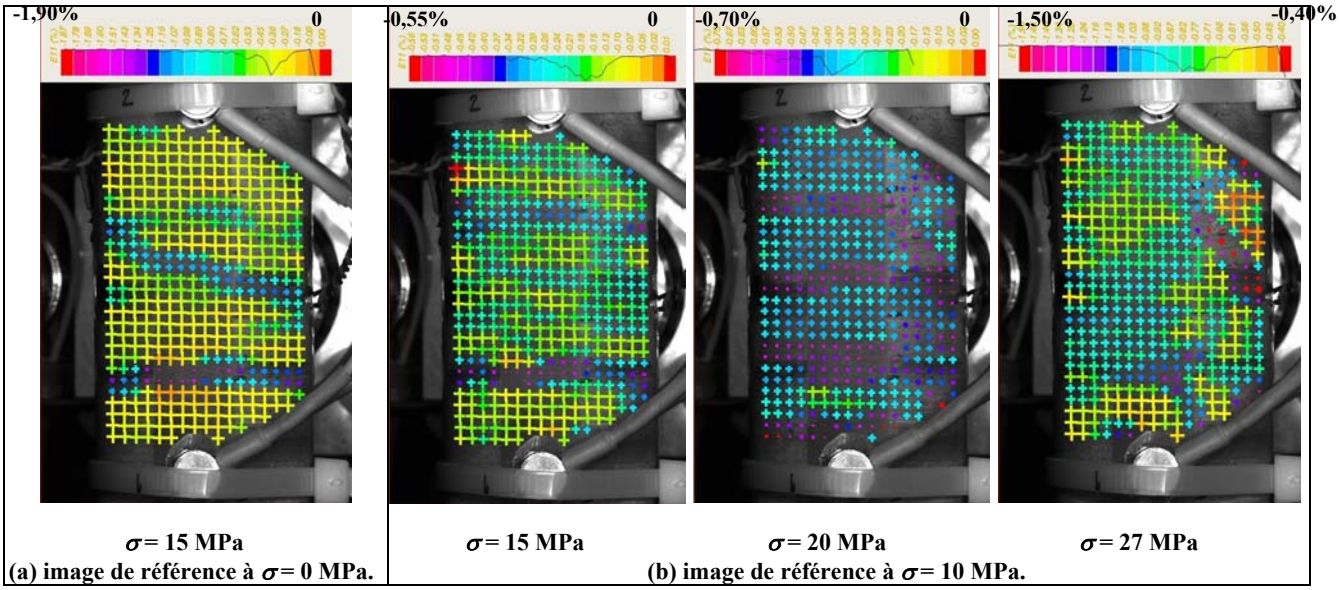
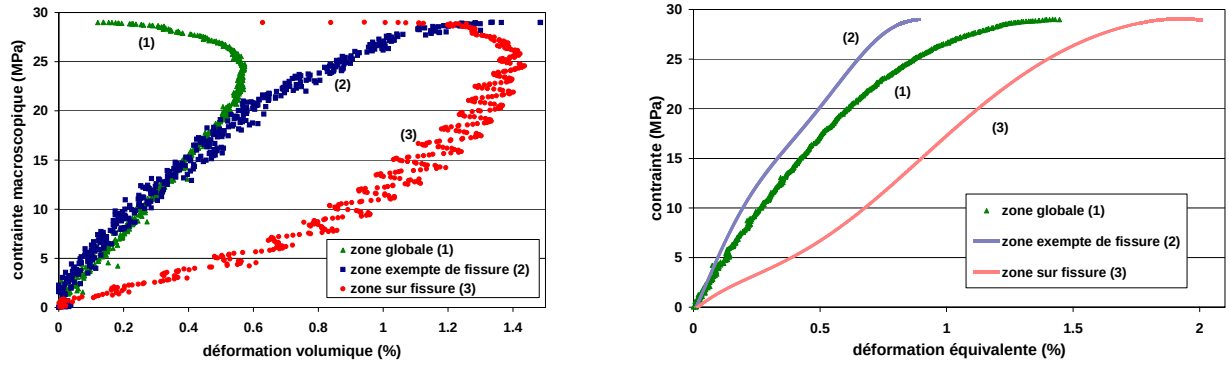



**Figure 13.13 - Cartographies des déformations axiales Macro DIC pour l'état hydrique 76% RH avec une image de référence autre que l'état initial sans chargement.**

**Les déformations indiquées sont comptées à partir de l'état de référence, soit 0 MPa pour l'image (a) et 10 MPa pour les images (b).**




**(a) courbe $\sigma$–$\varepsilon_{volumique}$** **(b) courbe $\sigma$–$\varepsilon_{équivalente}$**

**Figure 13.14 - Courbes $\sigma$–$\varepsilon_{volumique}$ et $\sigma$–$\varepsilon_{équivalente}$ à l'état 76% RH (Macro DIC).**

## ***Etat quasi-saturé***

*(98% RH - $\widetilde{w}_s$ = 1)*

A 98% RH, comme illustré par les Figures 11.8 à 11.11, la surface de l'éprouvette comporte de nombreuses fissures *hydriques* disposées majoritairement selon la stratification (fissures horizontales) mais aussi en moins grand nombre, perpendiculairement au litage (fissures verticales).
Comme précédemment pour l'état 76% RH, de par la présence de ces fissures, nous nous intéressons aux déformations sur plusieurs zones d'intérêt (Figure 13.15) en plus de la zone globale :

- une surface centrale (hors un éventuel cône de frettage) (*zone 1*),
- une zone exempte de fissures avant essai, qualifiée de zone *saine* (*zone 2*),
- une zone pré-fissurée comportant des fissures horizontales créées lors de la succion préalable (*zone 3*),
- une zone pré-fissurée comportant des fissures verticales créées lors de la succion préalable (*zone 4*).

En identifiant les déformations selon les zones d'intérêt citées (Figure 13.15), sont mises en évidence de fortes hétérogénéités des déformations liées à la présence des fissures. En effet, à rupture, les zones *saines* (*zone 2*) ont des niveaux de déformation de l'ordre de 0,5 % alors que des zones avec pré-fissures horizontales (*zone 3*) atteignent 2% de déformation, déformation qui intègre les refermetures des fissures *hydriques*. Sur la zone comportant des fissures verticales (*zone 4* en position haute du méplat), les déformations axiales sont égales à celles de la zone globale mais par contre les déformations transversales sont importantes tout le long du chargement en indiquant une extension de cette zone due à l'ouverture quasi continue de la fissure (comme le montre aussi la courbe volumique de cette zone sur la Figure 13.19).

Pour l'état obtenu après les succions de 98% RH, **lors du chargement mécanique, les déformations sont fortement hétérogènes spatialement** (Figure 13.16). **Cette forte hétérogénéité est présente dès le début du chargement, se poursuit jusqu'à la rupture en restant circonscrite dans les mêmes zones, et est majoritairement superposée aux fissures *pré-existantes*** (à la fois, selon des directions perpendiculaire et parallèle à la direction axiale de chargement).
Globalement (*zone 1*, Figure 13.15), les déformations axiales sont non linéaires initialement (jusqu'à 6 MPa) puis deviennent linéaires alors que les déformations latérales ont au contraire des réponses linéaires jusqu'à la dilatance ; les déformations volumiques sont non linéaires sur l'ensemble du chargement.
A l'échelle des *zones 3* et *2* définies par la présence ou non de fissures macroscopiques, il apparaît que le mode de déformation est corrélé à l'état de fissuration de la roche :

- non linéaires jusqu'à 8 MPa, les déformations axiales des zones *pré-fissurées* deviennent linéaires jusqu'à la rupture, avec des niveaux importants de déformation. Les déformations latérales de ces mêmes zones sont linéaires jusqu'à 12 MPa. Les cartographies des déformations équivalentes calculées avec un état de référence à 10 MPa (Figure 13.17) ainsi que les cartographies des déformations axiales (Figure 13.18), montrent que tout le long du chargement, les fissures horizontales *pré-existantes* concentrent les déformations axiales par refermeture de celles-ci.
- les zones comportant des fissures verticales *pré-existantes* présentent de la dilatance tout le long du chargement (*zone 4* de la Figure 13.19), dilatance qui s'accélère à partir de 14 MPa conduisant à la dilatance observée sur la *zone 1* globale.
- les zones *saines* (à cette échelle du moins) se déforment assez peu en comparaison des zones précédentes (voire pas du tout en deçà de 2 MPa, la contrainte macroscopique agissant quasi-exclusivement sur les refermetures des fissures) et présentent des déformations axiales et latérales linéaires jusqu'à 12 MPa.

En conclusion, **à l'état quasi-saturé, le comportement mécanique apparaît fortement gouverné par les fissures *pré-existantes***, ce que montre aussi l'activité acoustique présentée par la suite (*§ 13.4*). **L'orientation de ces fissures est déterminante sur les mécanismes associés** : **dès l'application du chargement, les fissures perpendiculaires au chargement se referment et ne semblent pas se ré-ouvrir lors de la dilatance finale, alors que les fissures verticales *pré-existantes* s'ouvrent continûment**. **Les non-linéarités initiales apparaissent en lien avec la présence des fissures orientées perpendiculairement au chargement**.

Pour un matériau hétérogène macroscopiquement comme c'est le cas à 98% RH pour l'argilite, la possibilité de visualiser l'état microstructural à une échelle macro/méso-scopique et de définir ainsi des zones d'intérêt, est un atout majeur de compréhension des modes de déformation. La seule analyse des données de la zone globale (tout comme les données d'un comparateur ou d'une jauge) introduit un moyennage des valeurs, non représentatif des mécanismes actifs.

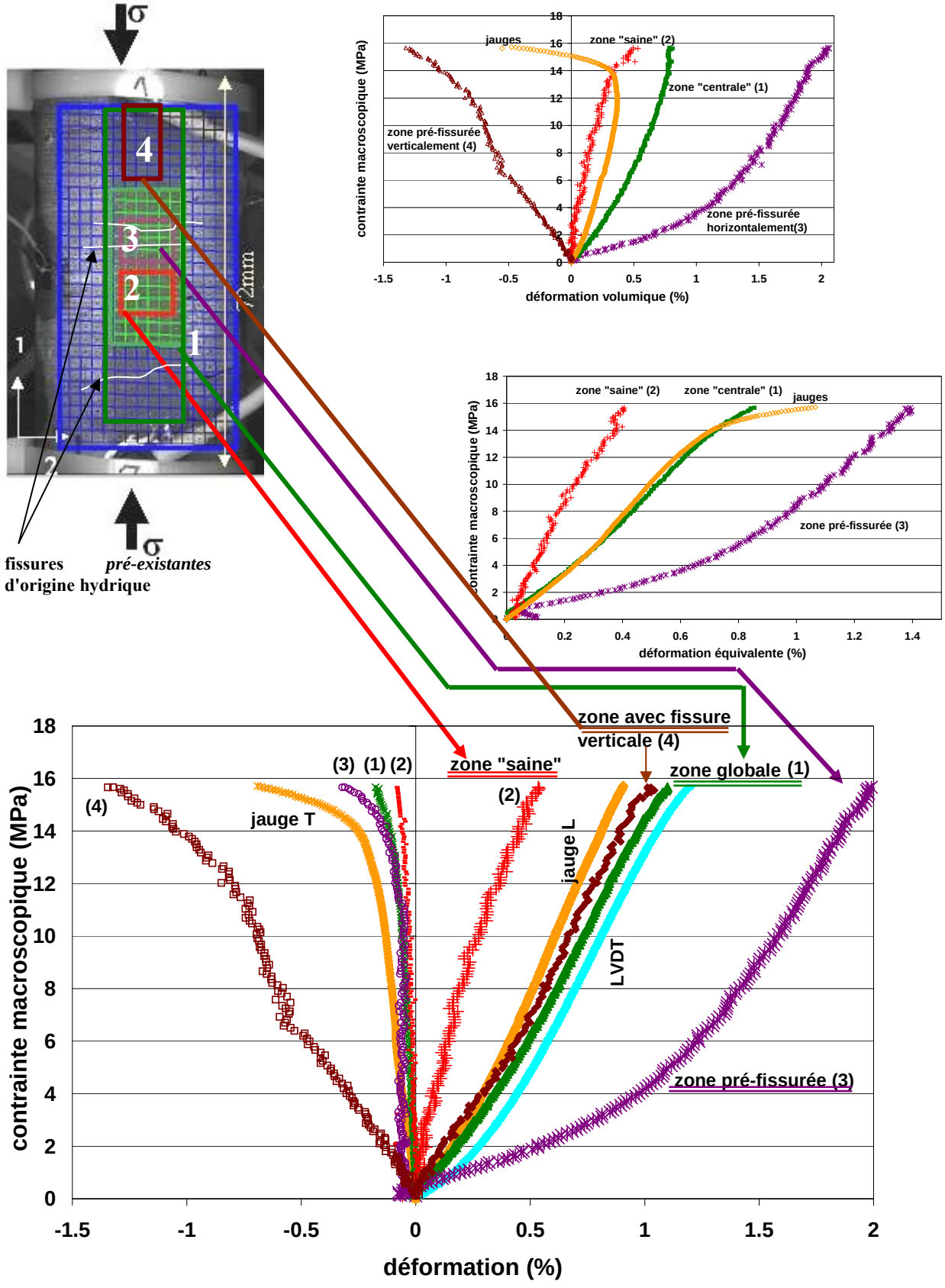



**Figure 13.15 – Courbes caractéristiques (Macro DIC) sur différentes zones pour l'état hydrique 98% RH.**

**zone 1 (verte) :** surface globale du méplat poli hors extrémités (frettage possible).
**zone 2 (rouge) :** zone *saine* ne présentant pas de fissures détectables à cette échelle.
**zone 3 (violet) :** zone présentant des fissures horizontales consécutives à la succion.
**zone 4 (marron) :** zone présentant des fissures verticales consécutives à la succion.

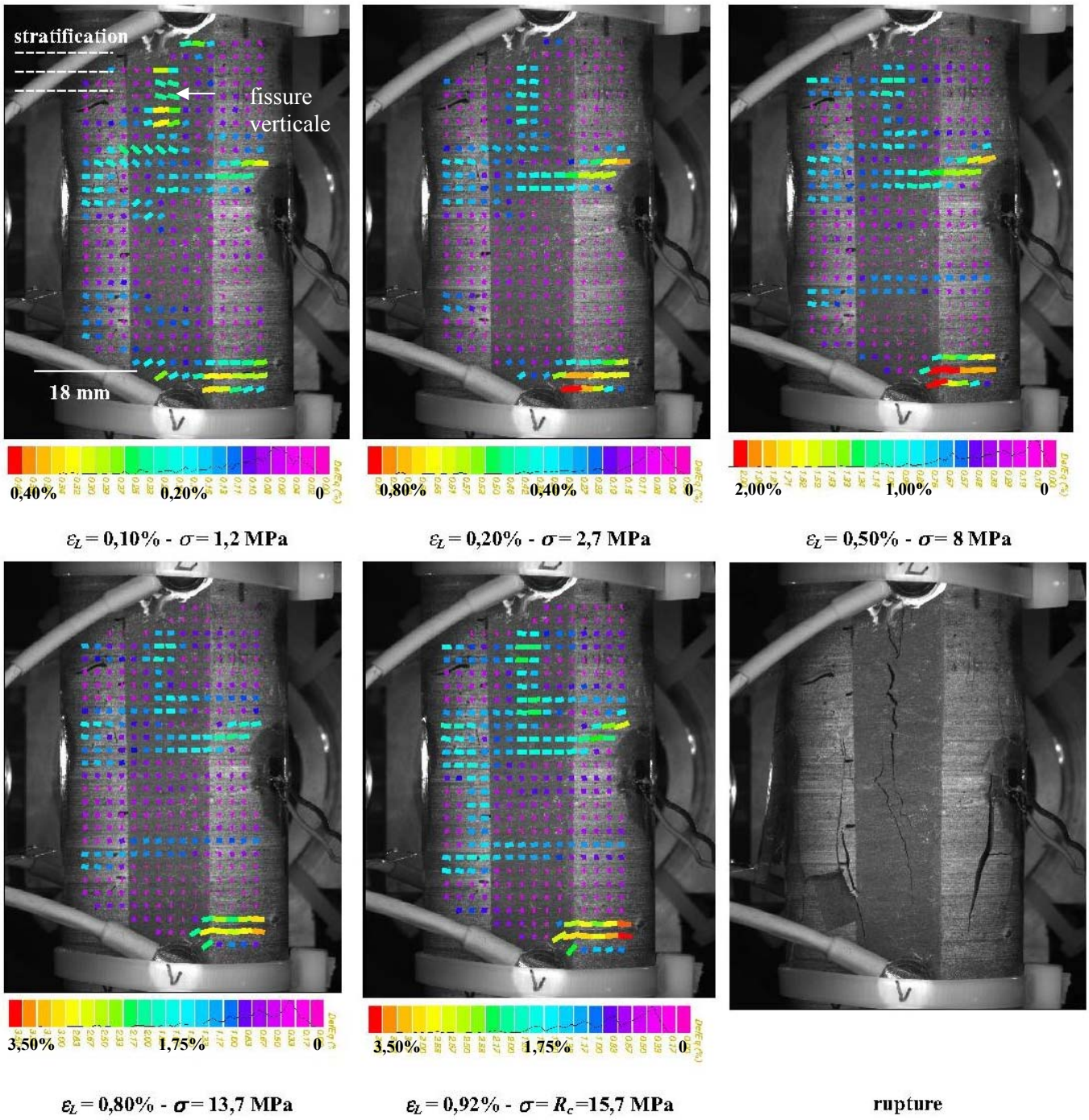
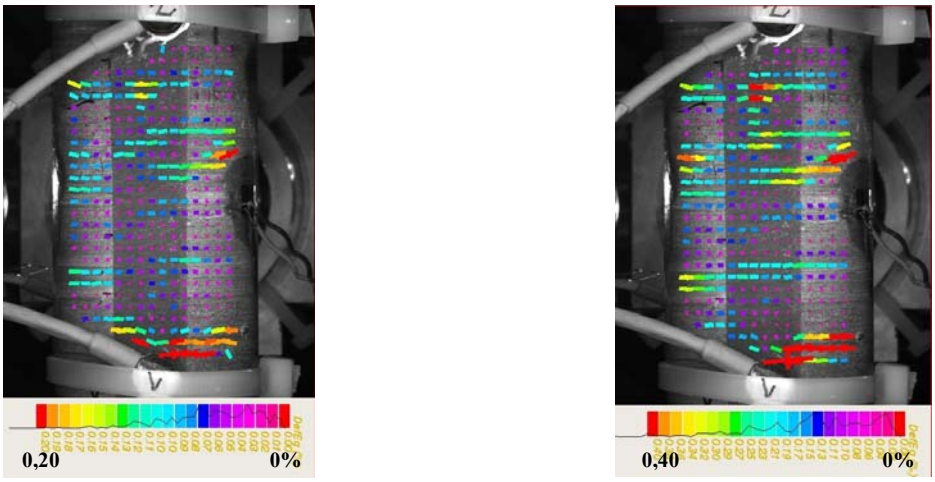



**Figure 13.16 - Cartes des déformations équivalentes $\varepsilon_{équivalente}$ (Macro DIC) pour l'état hydrique à 98% RH.**

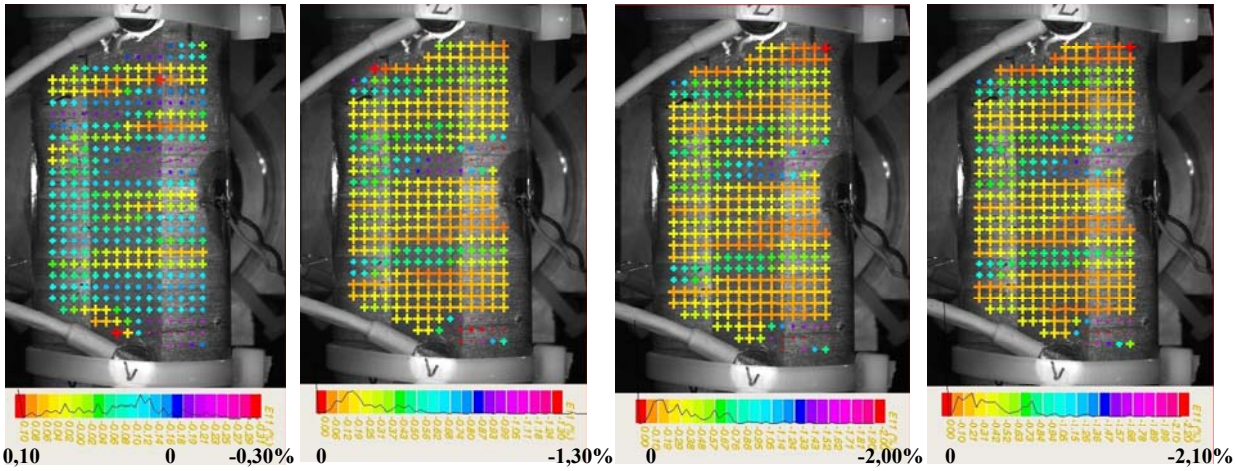
**La déformation axiale $\varepsilon_L$ mentionnée correspond aux données de la zone centrale verte (l'image de référence étant prise avant application du chargement) et la contrainte $\sigma$ est la contrainte macroscopique conventionnelle uniaxiale. Comme observé sur la Figure 11.8, les fissures *pré-existantes* à 98% RH sont majoritairement horizontales avec cependant quelques fissures verticales en particulier dans la partie supérieure du méplat.**




**(a) $\sigma$= 12 MPa.** **(b) $\sigma$= 15 MPa.**

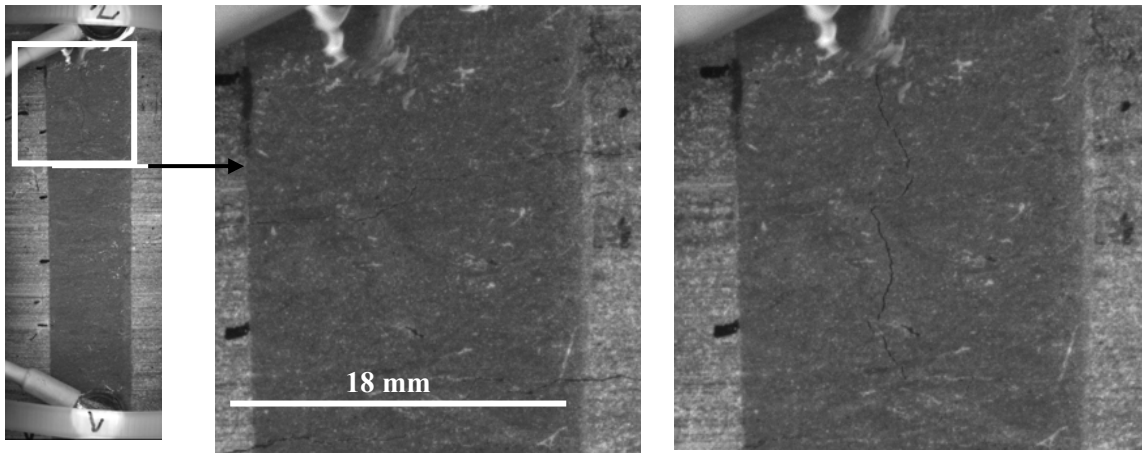
**Figure 13.17 - Cartes des déformations équivalentes (Macro DIC) pour l'état hydrique à 98% RH avec une image de référence prise sous une contrainte de 10 MPa.**

**Les déformations indiquées sont comptées à partir de l'état de référence pris en compte pour la corrélation soit 10 MPa dans ce cas.**




**$\sigma$= 2 MPa** **$\sigma$= 10 MPa** **$\sigma$= 13,2 MPa** **$\sigma$= 15 MPa**

**Figure 13.18 - Cartes des déformations axiales (Macro DIC) pour l'état hydrique à 98% RH avec une image de référence prise sous une contrainte nulle.**




**$\sigma$= 0 MPa**
**fissure verticale difficilement visible, d'ouverture de l'ordre de 20 µm (cf. § *11.1.3.1*)**

**$\sigma$= 15 MPa**
**fissure verticale dont l'ouverture est de l'ordre de 100 µm.**

**Figure 13.19 - Evolution d'une fissure verticale au cours du chargement.**

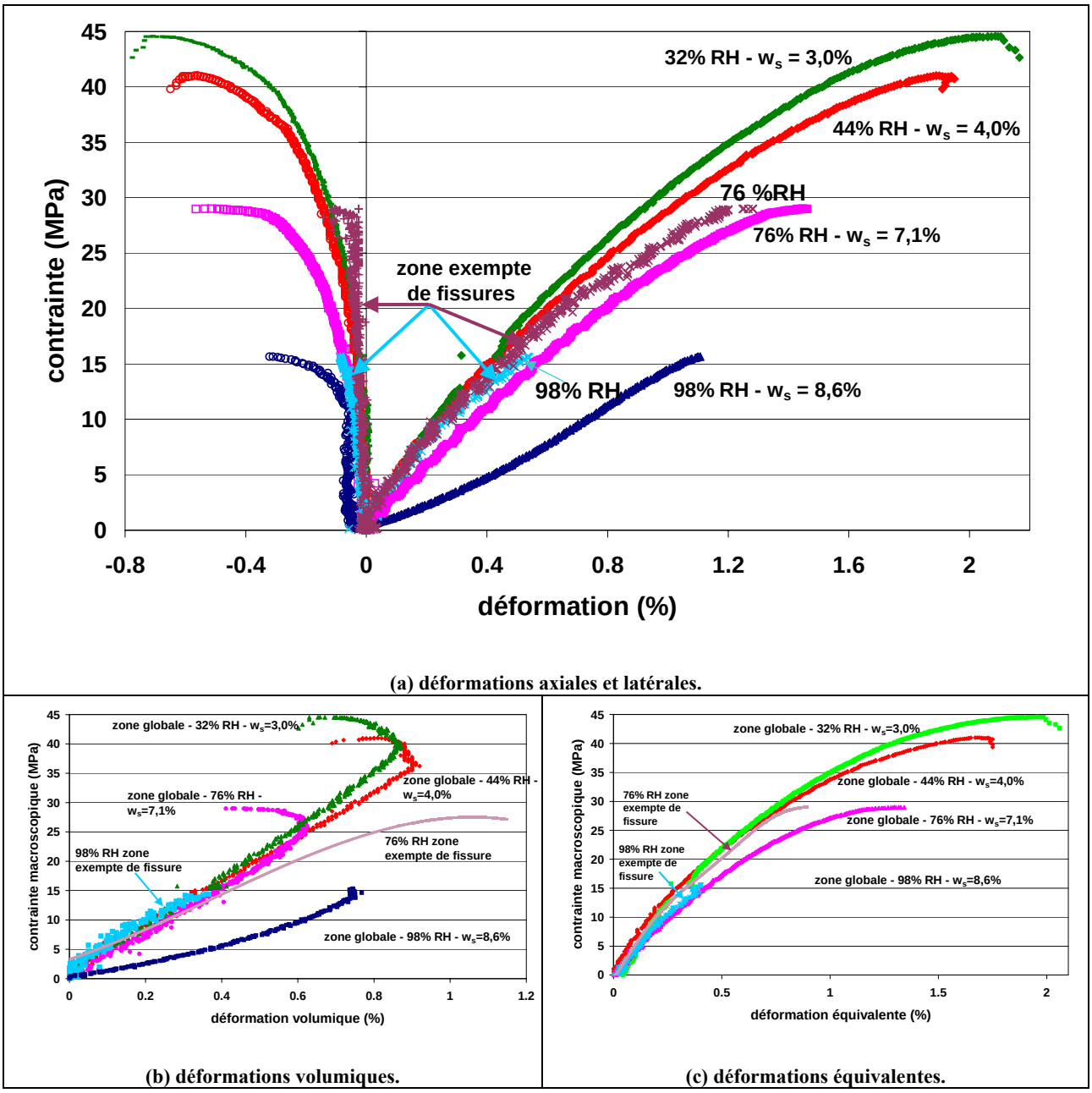
***Synthèse à l'échelle Macro DIC***

**A l'échelle Macro DIC, la réponse mécanique des états partiellement désaturés est homogène alors que pour les états humides, des localisations des déformations existent directement superposables à la fissuration induite par les succions préalables.** A 76% RH, état qui présente peu de fissuration *hydrique*, le comportement mécanique global est proche de celui des états les plus secs avec une résistance moindre. Ainsi, pour cet état, la réponse apparaît gouvernée principalement par des déformations de volume auxquelles se rajoutent de façon minoritaire les déformations des quelques fissures présentes. Par contre, pour l'état à 98% RH, le comportement mécanique global est très différents des précédents et est fortement influencé par le nombre important de fissures *hydriques* aussi bien parallèles que perpendiculaires au litage.

De par la possibilité de visualiser différentes zones d'intérêt en fonction de la présence des fissures *pré-existantes*, nous mentionnons, les déformations de la zone globale et d'une zone non fissurée[12] pour les états 76 et 98% RH ; ces données correspondant à un matériau *sain* à l'échelle Macro sont reportées sur les courbes caractéristiques globales des quatre états hydriques étudiés dans la Figure 13.20. Les déformations des états secs et des zones *saines* des états humides sont similaires jusqu'à 15 MPa. Les fissures *hydriques* semblent donc contrôler la réponse mécanique macroscopique des états humides. Ainsi, **les modes de déformation ne semblent pas affectés directement par la présence d'eau mais plutôt par la présence de fissures**.
Finalement, pour les quatre états hydriques, les non-linéarités des déformations axiales sur les zones non fissurées apparaissent systématiquement à partir des niveaux de contraintes proches de 10-12 MPa. Ces zones présentent des contractions volumiques linéaires avec des seuils de dilatance proches de la rupture.

**Dans le cas de compression uniaxiale, ceci tendrait à supposer que les non-linéarités axiales sont plus liées aux niveaux de contrainte atteints, que à la présence directe d'eau, cette dernière agissant sur la résistance par le biais des fissures créées lors des succions préalables.**

[12] les zones apparaissent non fissurées à l'échelle macroscopique.




**(a) déformations axiales et latérales.**

**(b) déformations volumiques.**

**(c) déformations équivalentes.**

**Figure 13.20 - Déformations caractéristique à l'échelle Macro DIC pour les 4 états hydriques.**

**Pour les états 98 et 76% RH, sont reportées les déformations sur la zone globale ainsi que sur une zone *saine* exempte de fissures (en bleu ciel pour 98% RH et en violet pour 76% RH).**

### 13.3.3 - Champs de déformation locaux (Micro DIC)

Pour chacune des éprouvettes précédentes, nous analysons les déformations sur un champ optique de 1,5×1,5 mm$^2$ situé au centre du méplat poli, méplat diamétralement opposé à celui observé intégralement à l'échelle Macro DIC.

Avant de présenter les résultats obtenus à l'échelle Micro DIC, nous reportons sur la Figure 13.21 les déformations obtenues à la fois sur le méplat intégral en Macro DIC (15×60 mm$^2$) et sur le champ global Micro DIC (1,5 × 1,5 mm$^2$). Ainsi, nous constatons que :

- pour les états partiellement désaturés (32 et 44% RH), les données sont identiques ce qui signifie que le champ Micro DIC est représentatif en taille et position, du comportement à une échelle plus grande.
- pour les états dans le domaine de saturation (76 et 98% RH) pour lesquels des hétérogénéités des déformations macroscopiques ont été mises en évidence à l'échelle globale, les champs en Micro DIC ne sont pas représentatifs du comportement à une échelle plus grande. En effet, la taille de ce champ est inférieure à la répartition des hétérogénéités (fissures) pour les états hydriques saturés. Par exemple, à 98% RH, le niveau moindre des déformations du champ observé en Micro DIC laisse supposer que ce champ contient moins de fissures ou des fissures moins ouvertes que d'autres zones de l'éprouvette qui contribuent à la réponse macroscopique Macro DIC. Toutefois, même si les mesures effectuées sur les champs Micro DIC ne permettent pas d'obtenir des informations statiquement fiables, l'approche Micro DIC peut permettre de mettre en évidence des mécanismes pertinents de déformation.

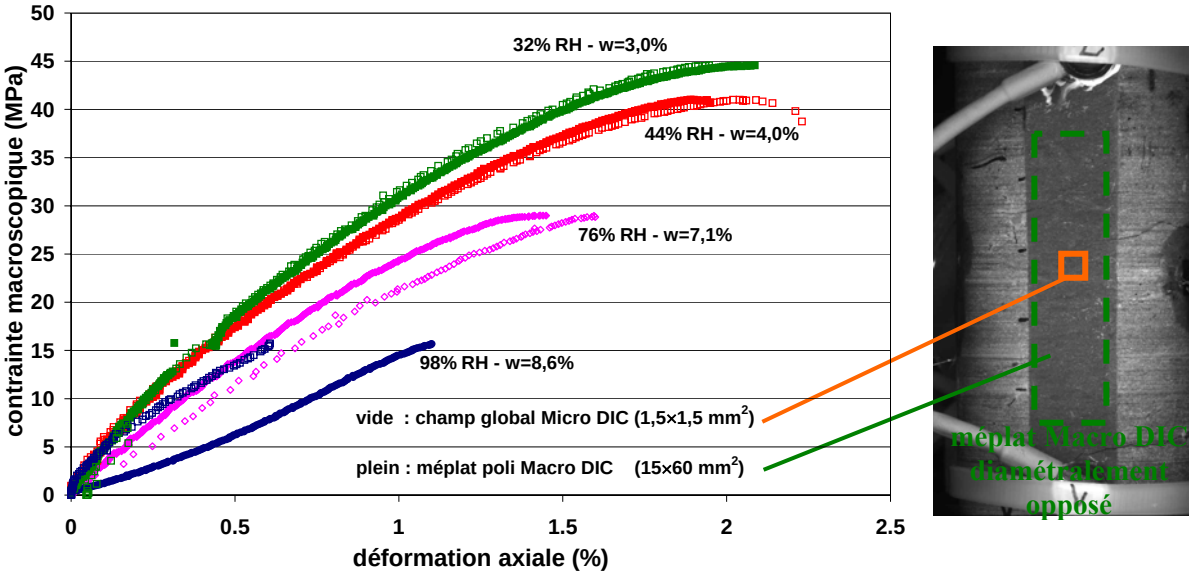



**Figure 13.21 - Comparaison des champs analysés en Macro et Micro DIC.**

Si l'extensométrie optique apporte pléthore d'informations en terme d'évolution de surface, la notion de localité des déformations en particulier à l'échelle Micro DIC doit être clairement formulée.
Par exemple, l'accès à la déformation des phases constitutives nécessite d'une part, une possible différenciation optique entre les différentes phases (choix de l'éclairage), et d'autre part, certaines compatibilités en terme de taille, entre la distribution spatiale de ces phases et la base de calcul des déformations. Ce point est illustré par la Figure 13.22 : d'après le schéma 2 d'intégration pour le calcul des déformations (se reporter à la Figure 6.2), les neuf premiers voisins sont considérés, eux-mêmes intégrant les calculs de leurs neuf voisins, si bien que finalement, les déformations en un point de mesure intègrent les déformations d'une zone centrée sur ce point, dont la taille est de l'ordre de 1,5

fois la taille des domaines de corrélation. Au delà de cette distance, les déformations des autres points n'influencent pas les déformations au point de mesure. Ces considérations sont importantes pour interpréter les influences possibles autour de singularités de déformation (en particulier autour de zones fortement déformées).

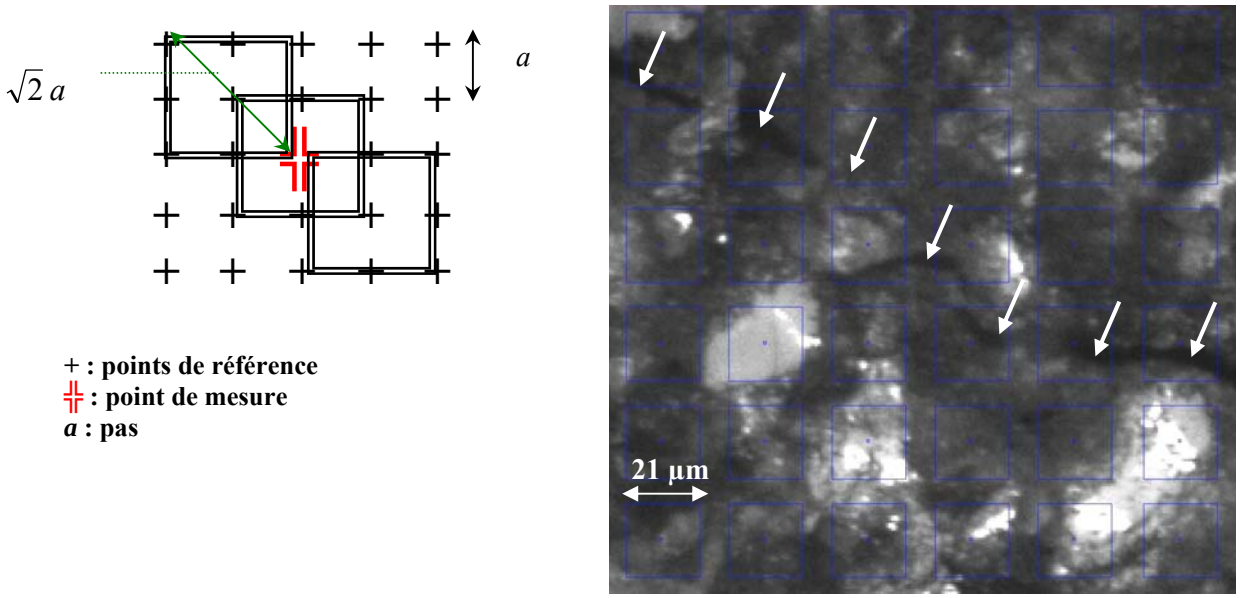



**Figure 13.22 - Influence du voisinage sur le calcul des déformations.**

**Outre des informations sur la distribution spatiales des grains et de la phase argileuse, la vue de droite qui correspond à l'état hydrique 98% RH, montre la présence d'une fissure ouverte dont l'influence sur la réponse mécanique est analysée à la page V 60.**

Cependant **malgré la connaissance des déformations locales des déformations, il n'est pas possible d'identifier les lois de comportement de domaines d'intérêt** (en particulier en Micro DIC, ces zones d'intérêt pourraient être choisies selon la prédominance d'une phase minéralogique comme évoqué ci-dessus) car **la contrainte appliquée localement à ces dernières nous est inconnue.**

***Etats partiellement désaturés***

*(44 et 32% RH - $\widetilde{w}_s \approx 0{,}45$ et 0,35)*

De façon plus complète que la Figure 13.21, la Figure 13.27 illustre que, pour ces deux états partiellement désaturés, les déformations axiales et orthoradiales mesurées à l'échelle Micro DIC sur un champ de 1,5 × 1,5 mm$^2$ sont identiques à celles mesurées en Macro DIC sur une surface centrale de 10 × 25 mm$^2$ (équivalente à celle d'une jauge). Ceci démontre le caractère homogène des déformations pour les échelles allant du millimètre au décimètre, et ainsi la représentativité de la surface centrale choisie en Micro DIC.

Pour les états partiellement désaturés, **des hétérogénéités de déformation superposées à la microstructure composite de la roche, apparaissent assez tôt et restent localisées dans les mêmes zones tout le long du chargement** (Figure 13.23 et Figure 13.25), sans apparition de macro-hétérogénéité de structure ou de nouvelles fissures dans la zone d'observation. Ainsi, il apparaît que les grains de minéraux non argileux se déforment beaucoup moins que la matrice argileuse comme le montrent les exemples du Tableau 13.4 pour deux niveaux de chargement.

**Tableau 13.4 - Déformations axiales selon les zones d'intérêt à l'échelle Micro DIC.**

| état hydrique → | | 32% RH | | 44% RH | |
|---|---|---|---|---|---|
| déformation axiale → | | $\varepsilon_L$ (%) | | $\varepsilon_L$ (%) | |
| chargement → | | à 0,50 $R_c$ | à $R_c$ | à 0,50 $R_c$ | à $R_c$ |
| zone → d'intérêt | zone globale Micro DIC | 0,6 | 2,2 | 0,6 | 2,0 |
| | zone minérale[1] | 0,4 | 1,4 | 0,4 | 1,0 |
| | amas argileux | 1,0 | 3,5 | 1,0 | 3,0 |

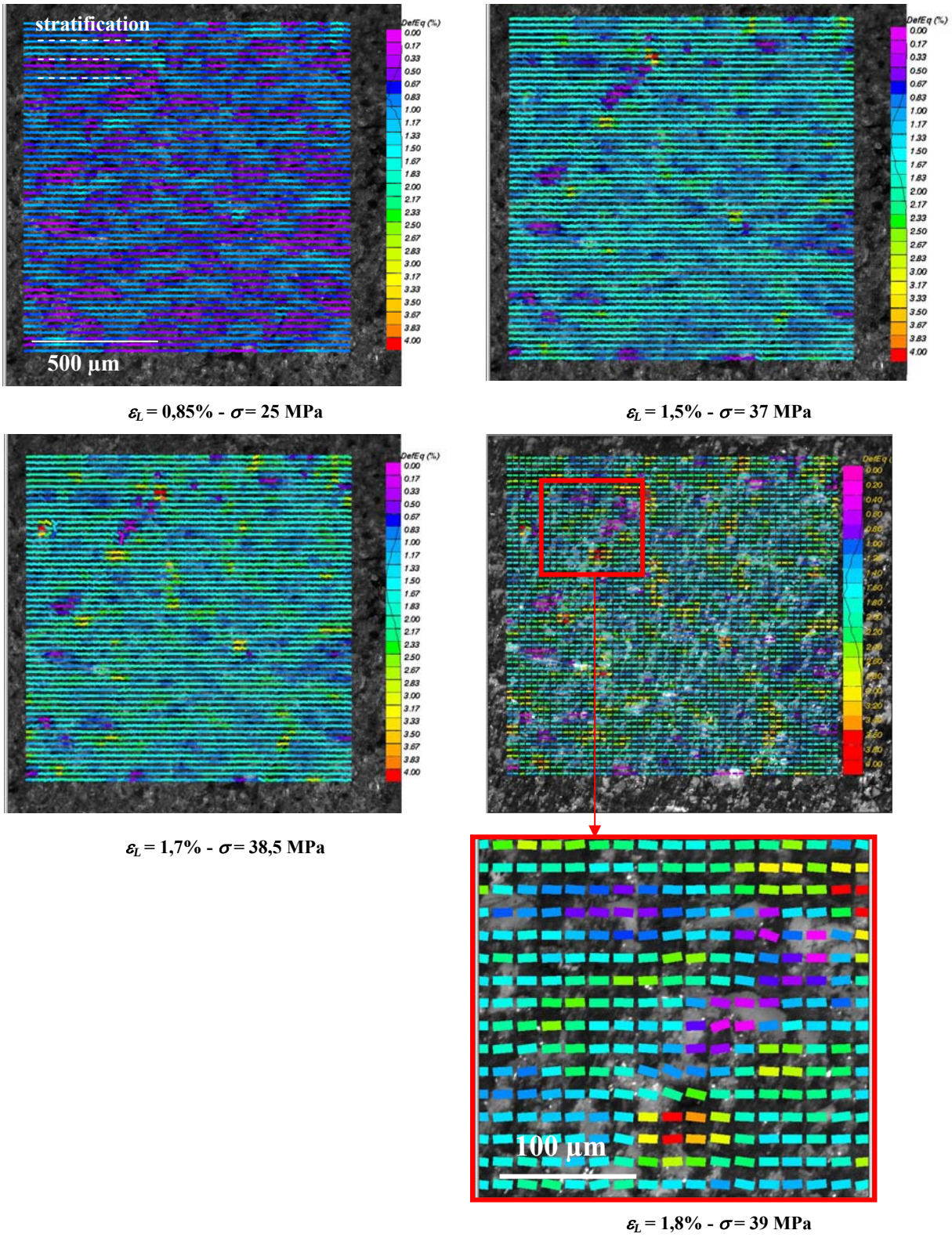
**[1] ce terme sous-entend des zones comportant majoritairement des grains de carbonates-quartz enrobés d'argile.**

Le coefficient $\chi$ établi sur des mêmes zones tout au long du chargement, traduit cette différence de déformabilité entre les phases (Figure 13.28). Pour chacun de ces deux états hydriques, malgré une grande dispersion des mesures, $\chi$ semble augmenter légèrement avec la succion.

De plus, à l'état 44% RH, les zones argileuses semblent présenter de la dilatance dans la seconde partie du chargement (Figure 13.24), alors que la dilatance est très peu marquée pour l'état le plus sec (Figure 13.26). Une non-linéarité des déformations axiales sur la zone globale, est visible dès la moitié du chargement et semble associable au comportement non linéaire de la phase argileuse (Figure 13.24).

Les grains de quartz-carbonates présentent un comportement purement contractant pour l'état de 44% RH (Figure 13.24) alors que dans l'état de 32% RH (Figure 13.26), une dilatance est nettement visible au delà de 0,85 $R_c$ (soit au delà de 35 MPa macroscopique) sans que des fissures aient été détectées à l'échelle investiguée (la résolution de l'optique n'est pas suffisante pour détecter directement des fissures d'ouverture inférieure à 1 µm). Cette différence de comportement local dilatant/contractant entre les états 44 et 32% RH peut provenir de notre choix de l'opérateur vis-à-vis de la position et de la taille du champ sélectionné en terme de phase quartz-carbonates : il est fort possible que à 44% RH, la zone soit trop petite et ainsi non représentative. Il est intéressant de remarquer sur les cartographies de 32% RH que la bande horizontale fortement carbonatée présente des niveaux de déformations bien inférieurs à la déformation moyenne. Dans cette zone et à cet état hydrique, il pourrait être envisagé que, sous chargement élevé, des grains de carbonates ou de quartz soient en contact ce qui contribuerait à de la fissuration ou à des décohésions grains/matrice. Un tel scénario d'endommagement devrait alors se traduire par des émissions acoustiques et pourrait expliquer le comportement dilatant de cette zone.

Pour l'état à 32% RH, une zone pyritisée (zone 3 de la Figure 13.26) présente une très grande déformation apparente de contraction comme le montrent les courbes de déformation volumique. Ceci est en lien avec une forte porosité associée aux zones pyritisées (porosité entre framboïdes et au sein de ceux-ci, entre les cristaux cubiques de pyrite).




$\varepsilon_L$ = 0,85% - $\sigma$ = 25 MPa

$\varepsilon_L$ = 1,5% - $\sigma$ = 37 MPa

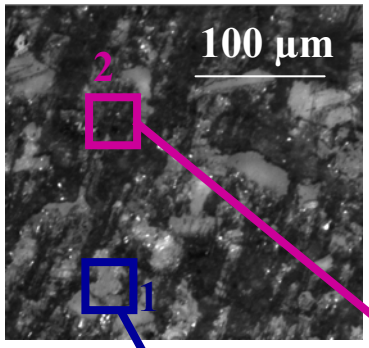
$\varepsilon_L$ = 1,7% - $\sigma$ = 38,5 MPa

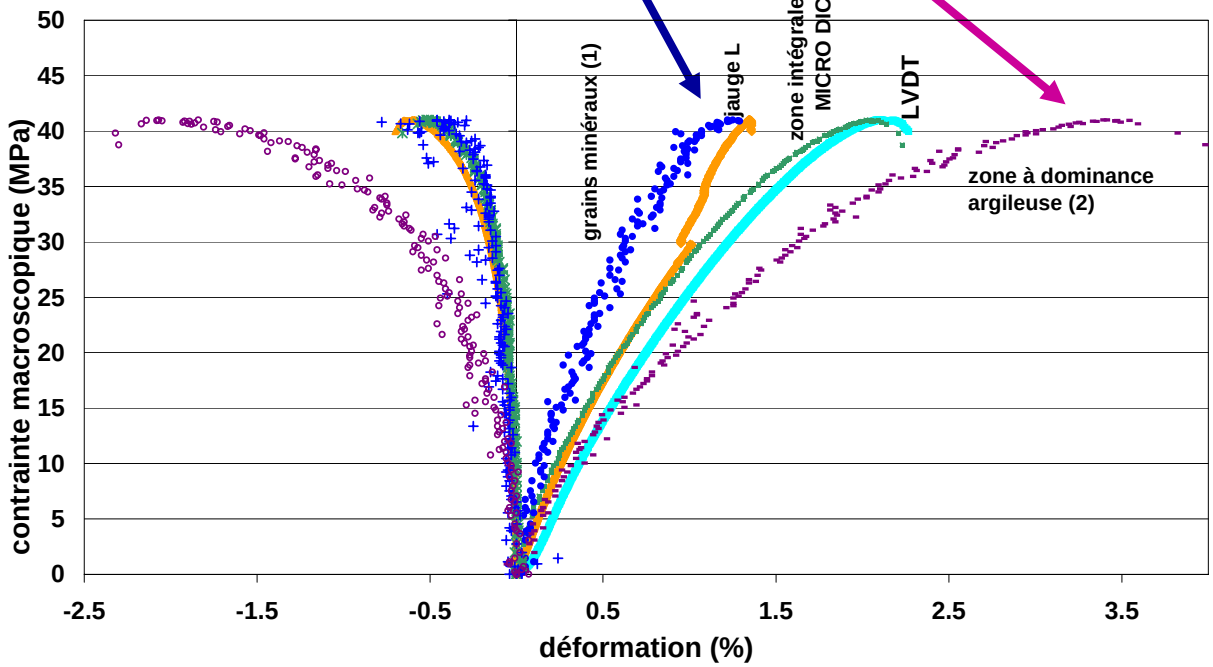
$\varepsilon_L$ = 1,8% - $\sigma$ = 39 MPa

**Figure 13.23 – Cartographies des déformations équivalentes à différents chargements à l'échelle Micro DIC pour l'état à 44% RH.**

**Nous rappelons que la déformation axiale $\varepsilon_L$ mentionnée correspond au champ global en Micro DIC (soit de taille 1,5×1,5 mm$^2$) et que la contrainte $\sigma$ est la contrainte macroscopique uniaxiale.**
**$R_c$ = 42 MPa**

**la phase argileuse apparaît en noir et les grains de minéraux autres (quartz et calcite principalement) en gris clair.**




**la zone verte correspond à la zone totale investiguée soit 1,5×1,5 mm$^2$.**

**la zone bleue correspond à une zone riche en grains de minéraux (carbonates et quartz).**

**la zone violette correspond à des zones à dominance d'argiles.**

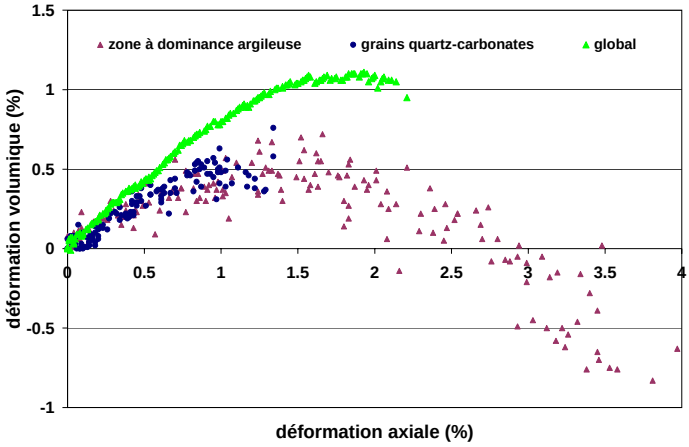
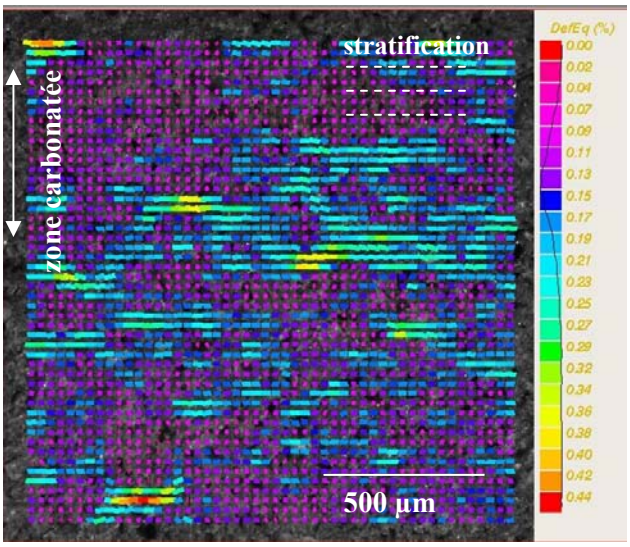
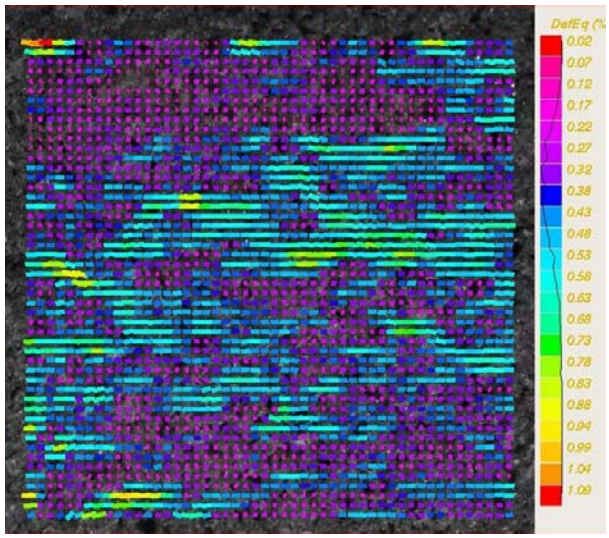


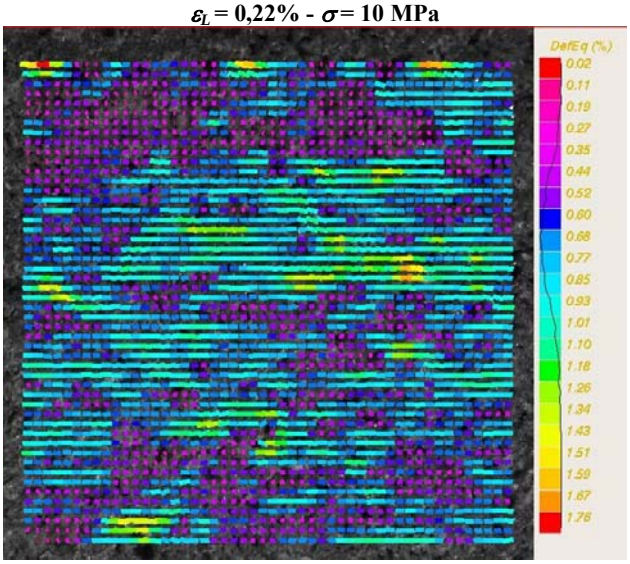

**Figure 13.24 – Comparaison des déformations (Micro DIC) selon différentes zones d'intérêt (44% RH).**



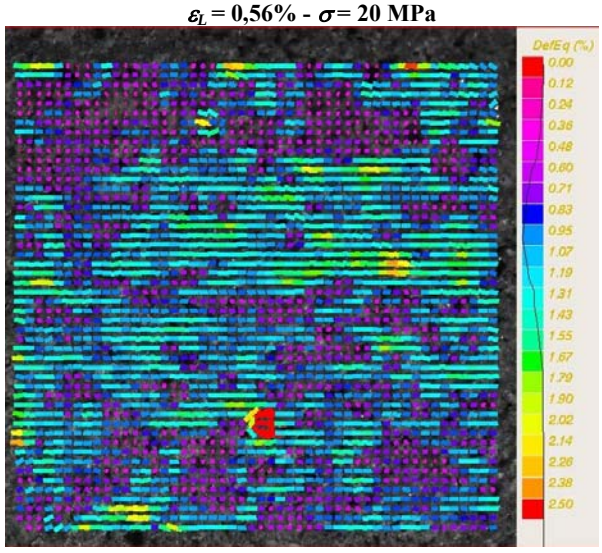

$\varepsilon_L$ = 0,22% - $\sigma$= 10 MPa



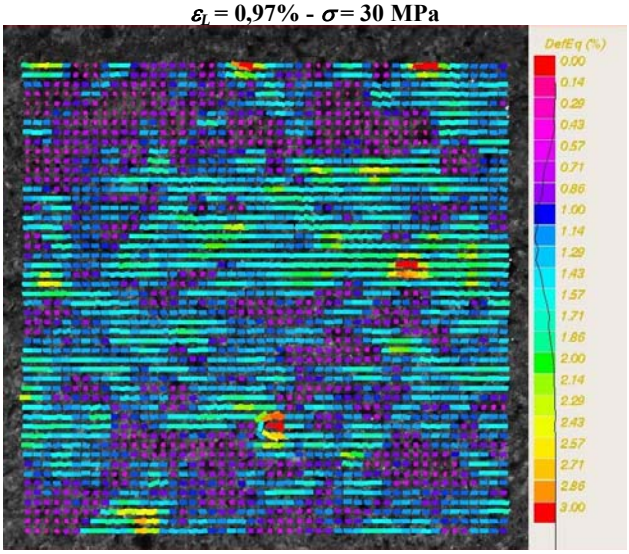

$\varepsilon_L$ = 0,56% - $\sigma$= 20 MPa



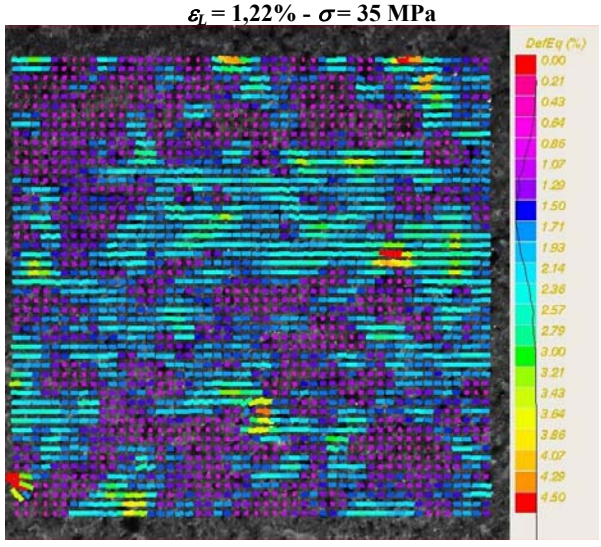

$\varepsilon_L$ = 0,97% - $\sigma$= 30 MPa




$\varepsilon_L$ = 1,22% - $\sigma$= 35 MPa




$\varepsilon_L$ = 1,52% - $\sigma$= 40 MPa




$\varepsilon_L$ = 1,91% - $\sigma$= 44 MPa

**Figure 13.25 - Cartographies des déformations équivalentes pour l'état à 32% RH (Micro DIC).**

**$R_c$ = 45 MPa**

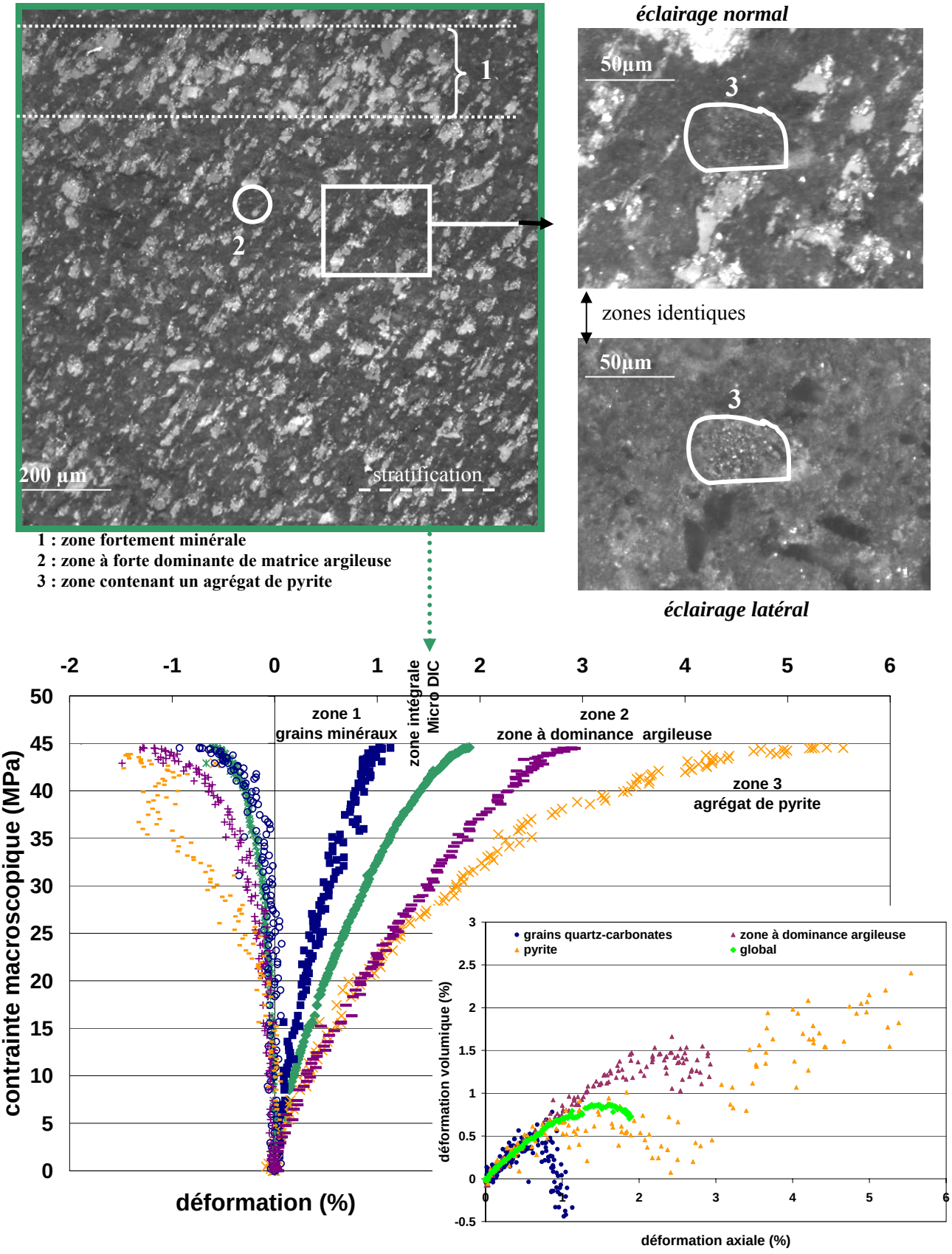



**Figure 13.26 – Comparaison des déformations (Micro DIC) selon différentes zones d'intérêt (32% RH).**

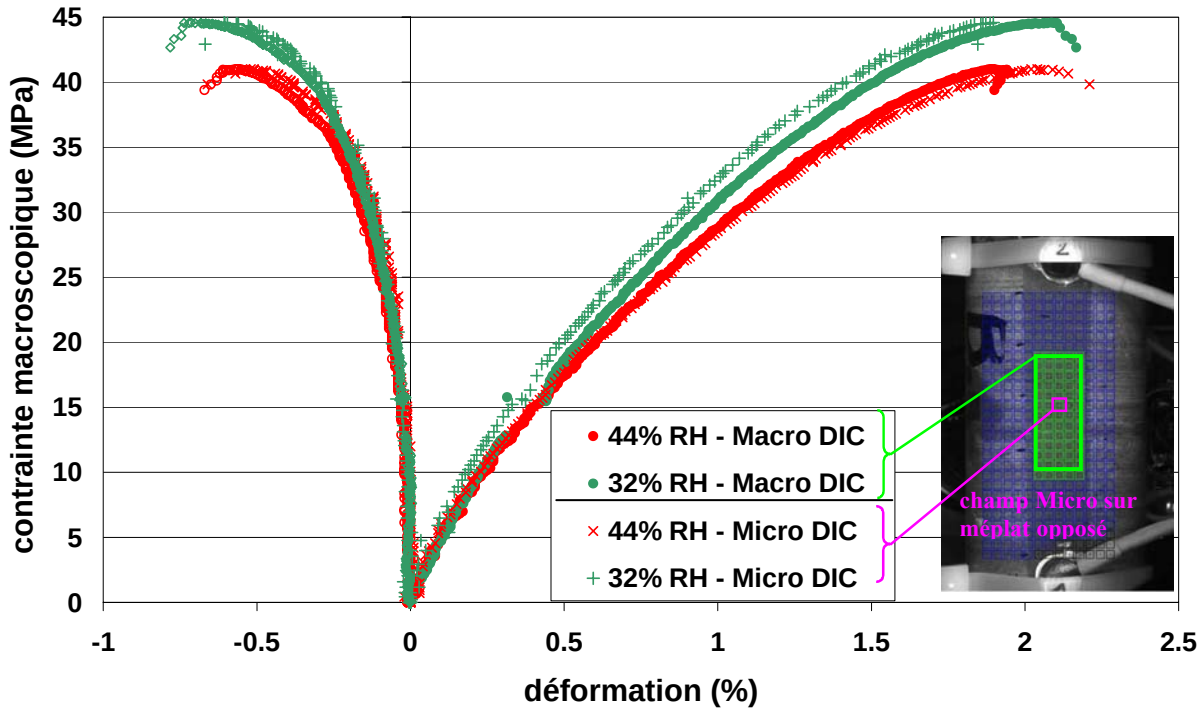



**Figure 13.27 - Déformations par extensométries Macro et Micro DIC pour les humidités de 44 et 32% RH.**
**Le champ observé en Micro DIC est au centre du méplat diamétralement opposé au méplat observé en Macro DIC.**

$$\chi = \frac{\varepsilon_{matrice\ argileuse}}{\varepsilon_{quartz-carbonates}}$$

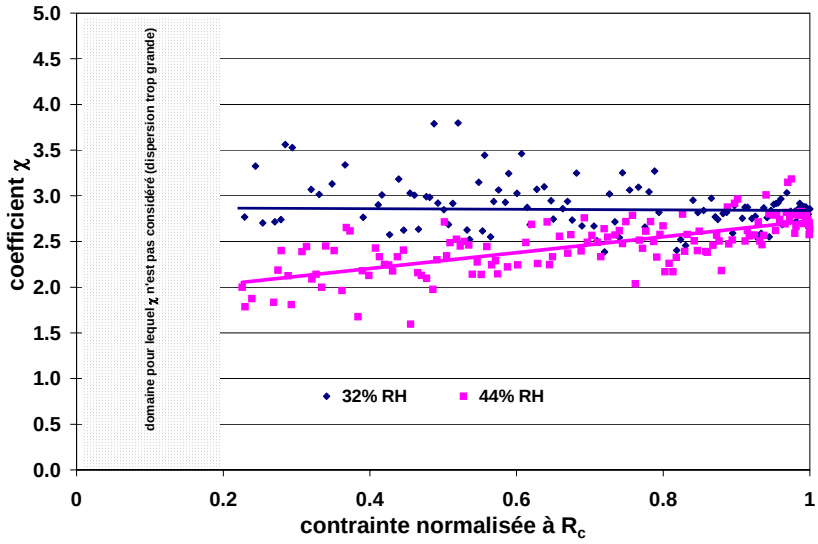



**Figure 13.28 - Coefficient $\chi$ en fonction de la contrainte normalisée.**

***Etat proche de la limite de retrait***

*(76% RH - $\widetilde{w}_s \approx 0{,}8$)*

Le champ optique Micro DIC investigué pendant le chargement mécanique comporte une fissure *hydrique* parallèle à la stratification dont l'ouverture avant chargement est de l'ordre de 1,5 µm (Figure 13.30).
Les cartes des déformations équivalentes (Figure 13.29) présentent à la fois des fortes hétérogénéités dues à la présence de la fissure, et des hétérogénéités superposées aux hétérogénéités microstructurales ; rappelons que la base de mesure à cette échelle est de l'ordre de 50 µm.

La zone de forte déformation (en rouge sur la Figure 13.30) qui comprend les mouvements de la fissure s'étend sur une largeur de trois pas *a* du maillage. D'après nos considérations sur l'influence des domaines de corrélation voisins (*cf.* Figure 13.22), le calcul des déformations de la zone jaune située à la périphérie de la zone rouge précédente, n'intègre pas la fissure, ce qui signifie donc que les déformations de cette zone jaune sont réellement et physiquement influencées par la présence de la fissure. Nous pouvons ainsi définir **une zone affectée par la présence de la fissure *pré-existante*** et en estimer sa largeur qui est de l'ordre de 250 µm dans ce cas.
Pour évaluer le comportement de la fissure horizontale, nous traçons les variations locales de déplacement sur la fissure (Figure 13.31) : celle-ci se referme progressivement et est complètement refermée pour une contrainte de 27 MPa, soit peu avant la rupture finale. Ceci peut aussi être visualisée sur la Figure 13.32, par l'évolution de la déformation notée *(A)-(B)* qui correspond à la différence entre la déformation mesurée sur la zone *saine* ou *non-pré-fissurée hydriquement* (*zone B*), et la déformation mesurée sur le champ global (*zone A*). De même, les cartographies des déformations calculées en prenant comme référence l'image acquise sous une contrainte de 15 MPa (Figure 13.33) montrent bien que cette fissure joue un rôle jusqu'à la dilatance macroscopique (déterminée proche de 26 MPa en Macro DIC). Cette zone fissurée semble se déformer en contractance pure jusqu'à rupture (Figure 13.30) alors qu'une dilatance apparaît sur les zones fortement argileuses (Figure 13.30) ce qui signifierait que ce sont les zones argileuses qui dictent le comportement macroscopique dilatant de la roche à cet état hydrique.
**En dehors de cette zone fissurée, comme pour les états plus secs, des hétérogénéités de déformation sont visibles à l'échelle de la microstructure selon des zones comportant des grains non argileux et des zones à forte dominance d'argiles.** Par exemple, nous observons que :

- un gros grain de carbonate de taille proche de 200 µm (*zone 2* de la Figure 13.30) se déforme peu jusqu'à la rupture (en deçà de 0,5 %). Ce même comportement est observé sur les grains de carbonates de taille supérieure à 100 µm (*zone 3* par exemple).
- au contraire, des zones à forte proportion d'argiles (*zone 4*) présentent des déformations locales bien supérieures (de l'ordre de 2% à rupture).

Ainsi, sur le champ analysé, **les déformations se répartissent selon trois zones** :

- la **fissure** qui se referme continûment,
- une **zone affectée centrée sur la fissure, avec un rayon de l'ordre de 250 µm**,
- une **zone saine ou non affectée** par la discontinuité, pour laquelle les déformations semblent se distribuer selon les hétérogénéités de la roche à l'identique des états plus secs examinés précédemment.

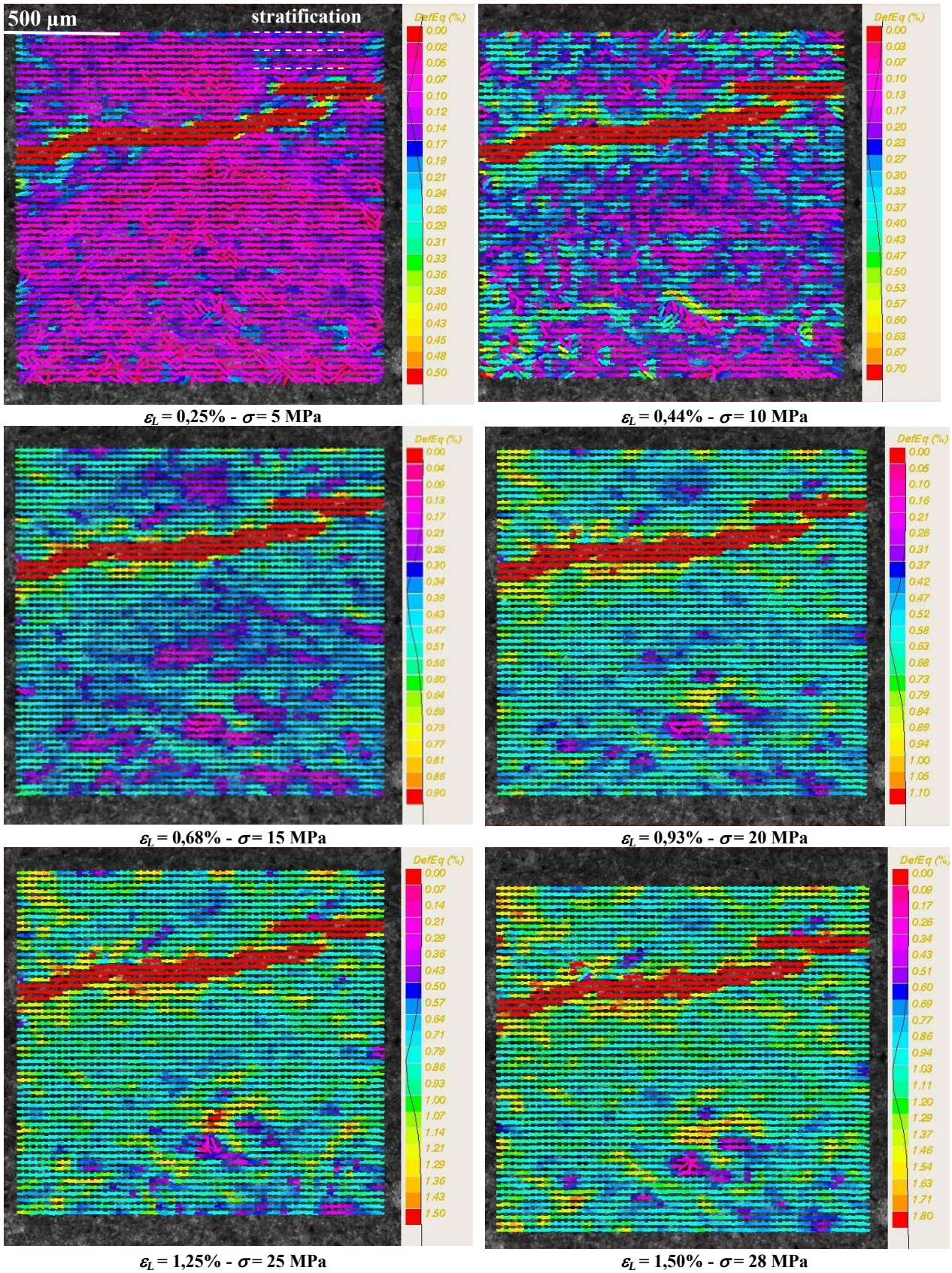
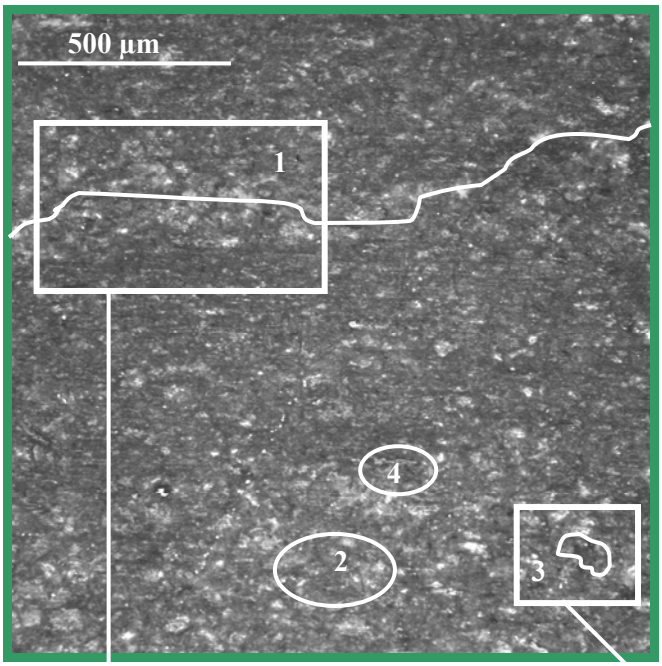
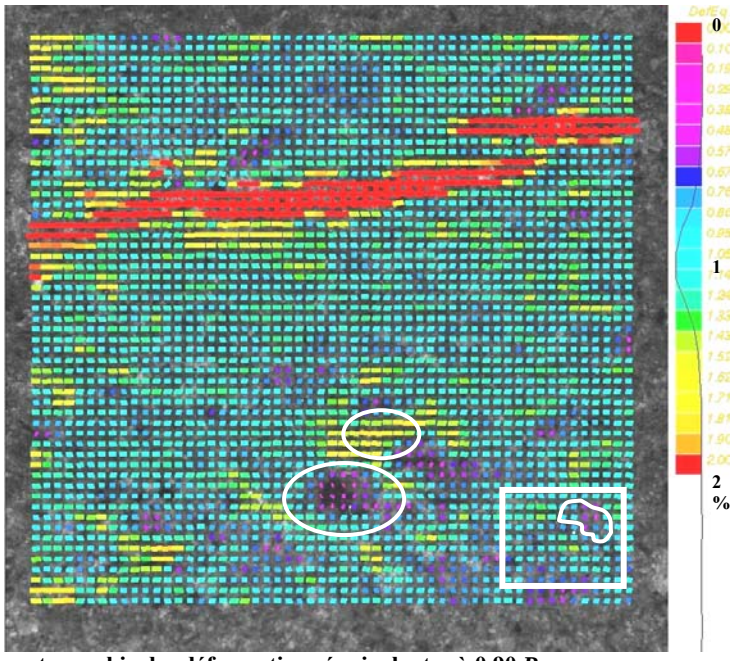



**Figure 13.29 - Cartographies des déformations équivalentes (Micro DIC) pour l'état à 76% RH.**

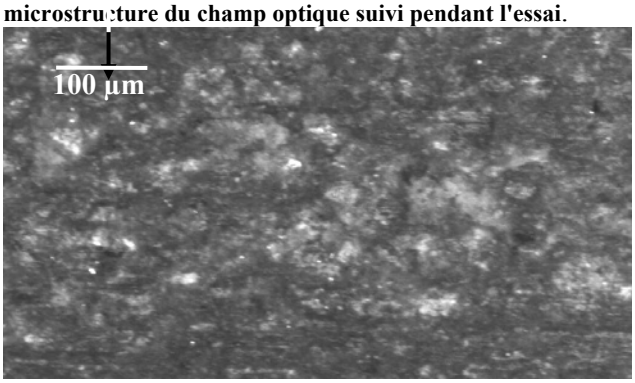
**L'échelle des déformations est adaptée pour visualiser les hétérogénéités éventuelles hors de la fissure.**

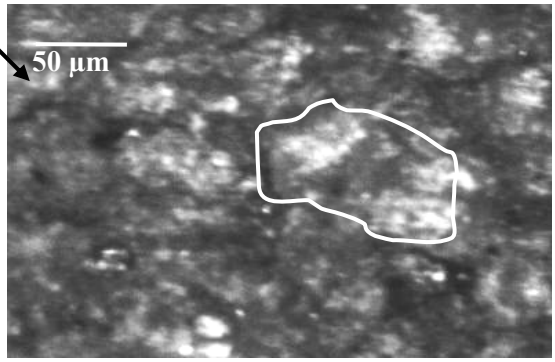


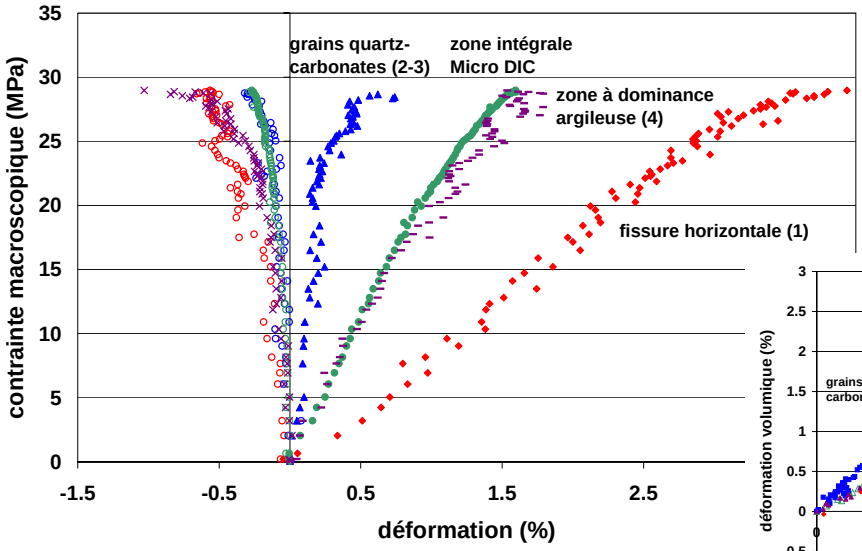

microstructure du champ optique suivi pendant l'essai.




cartographie des déformations équivalentes à 0,90 $R_c$.




**zone 1 : zone fissurée horizontalement**
**zones 2 et 3 : zone à dominance de grains de quartz et carbonates**
**zone 4 : zone à dominance argileuse**

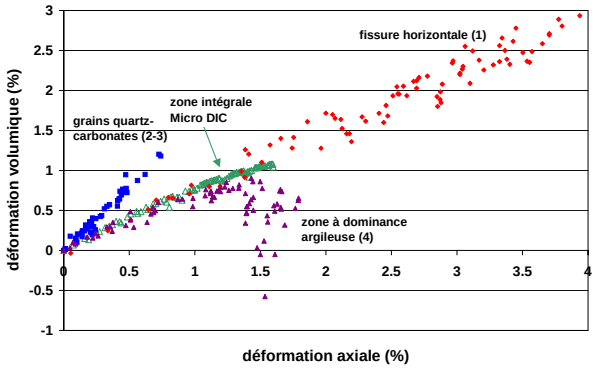



**Figure 13.30 – Déformations Micro DIC selon les zones d'intérêt pour l'état à 76% RH.**

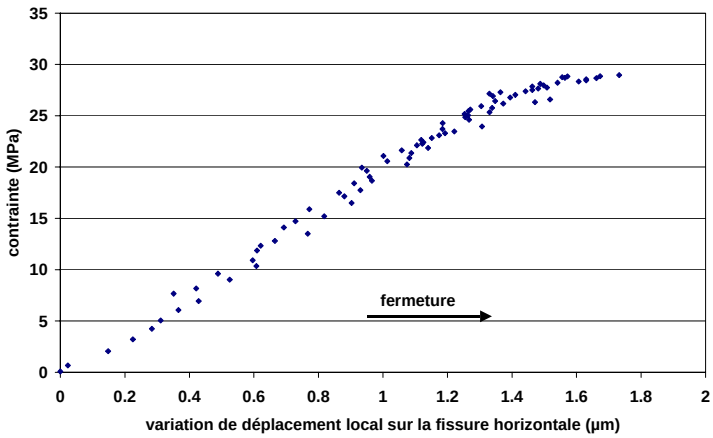



**Figure 13.31 - Variation de déplacement sur la fissure horizontale *pré-existante*.**

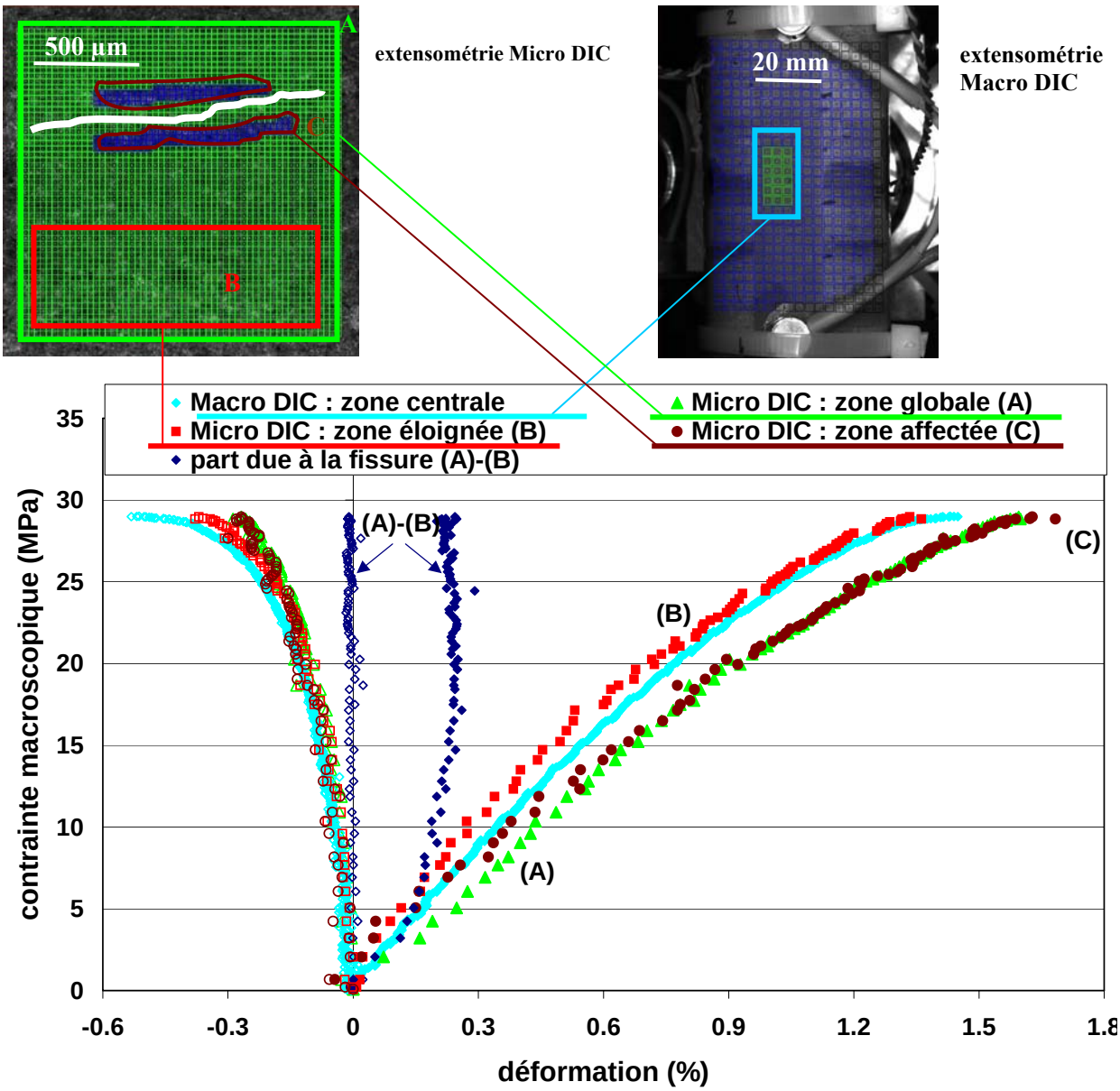
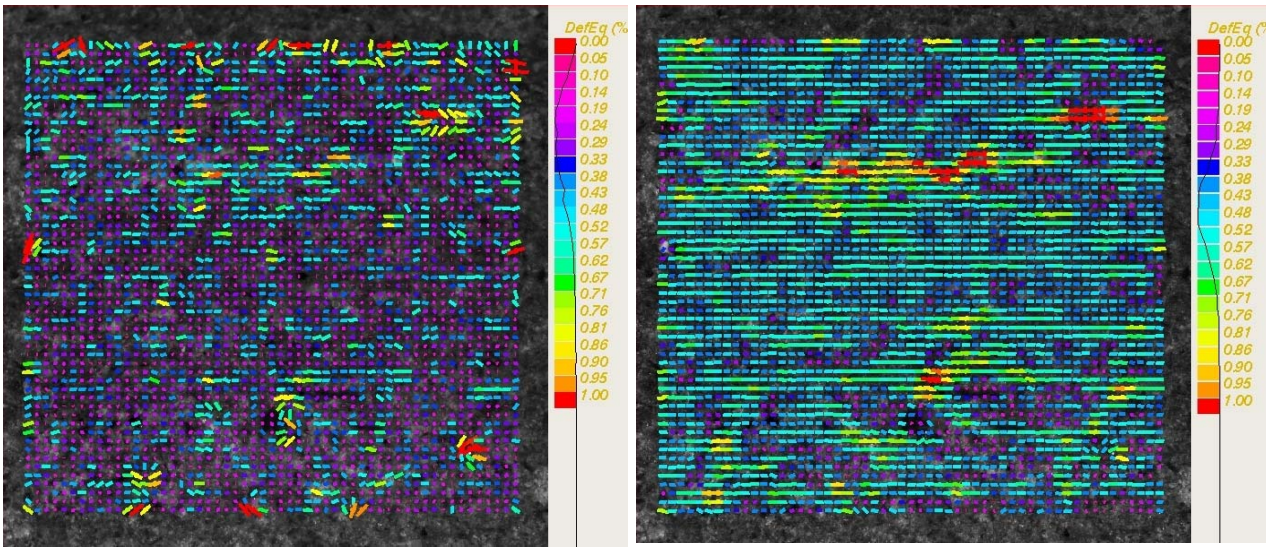
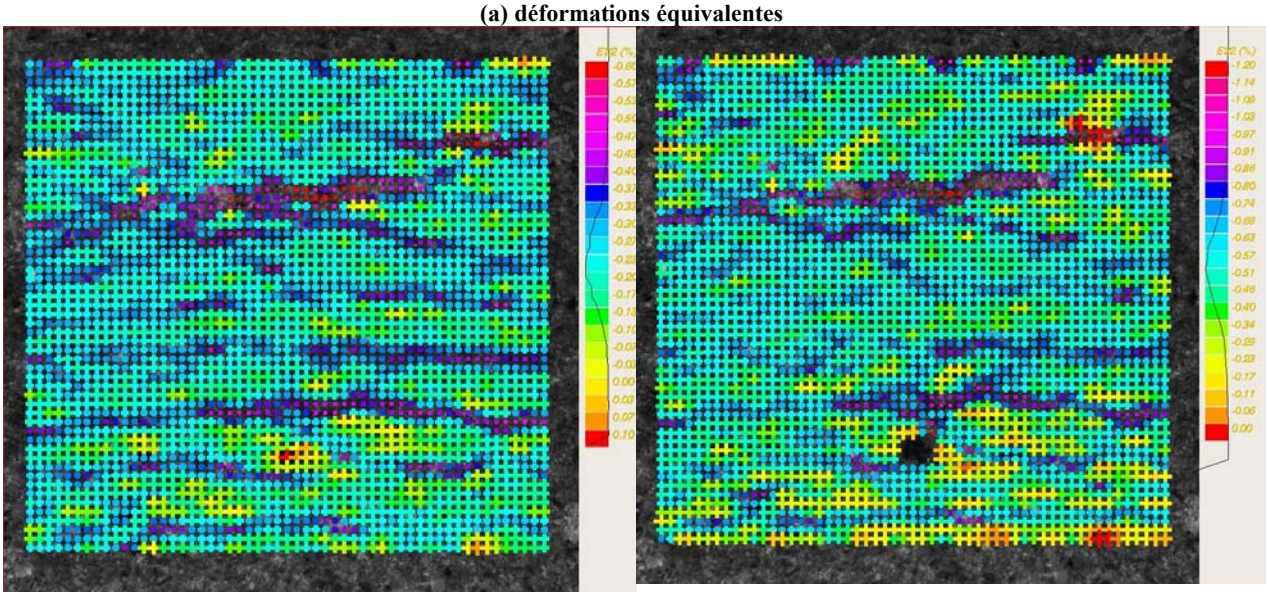



**Figure 13.32 - Comparaison des déformations (Micro DIC) selon différentes zones d'intérêt (76% RH).**




**$\sigma$= 20 MPa** **$\sigma$= 25 MPa**

**(a) déformations équivalentes**



**$\sigma$= 20 MPa** **$\sigma$= 25 MPa**

**(b) déformations axiales**

**Figure 13.33 - Cartographies des déformations avec référence des déformations à 15 MPa pour l'état à 76% RH (Micro DIC).**

**Les déformations indiquées sont comptées à partir de l'état de référence soit 15 MPa.**

***Etat quasi-saturé***

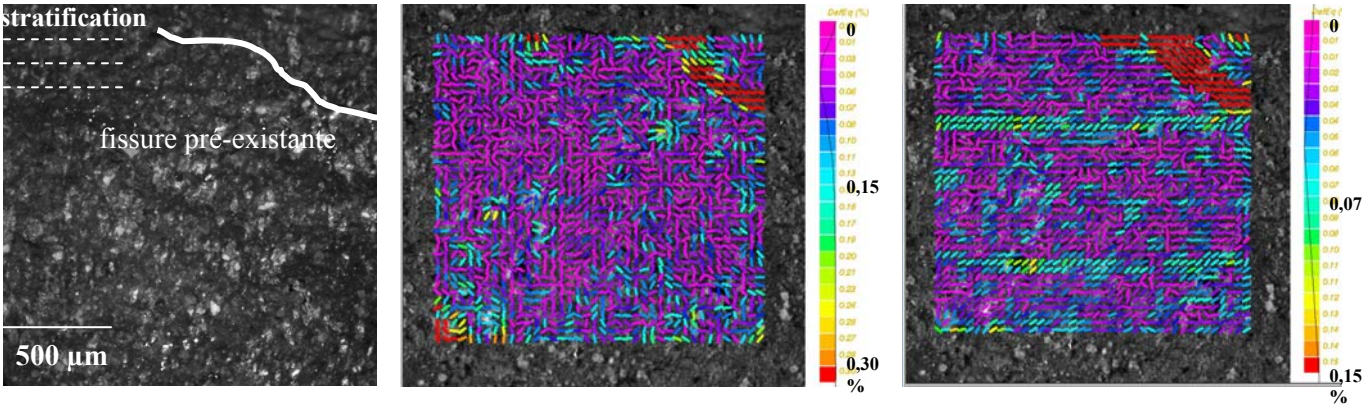
*(98% RH - $\widetilde{w}_s$ = 1)*

Dans la zone observée à l'échelle Micro DIC (au centre de l'éprouvette), est présente une fissure (zone supérieure droite du champ optique de la Figure 13.34) consécutive au chargement hydrique (ce qui est mis en évidence par l'absence de résidus de carottage). Son ouverture initiale de l'ordre de 5 µm est plus petite que celle d'autres fissures observées pour ce même état hydrique (dont les ouvertures peuvent atteindre la vingtaine de microns, *cf.* Figure 11.9).

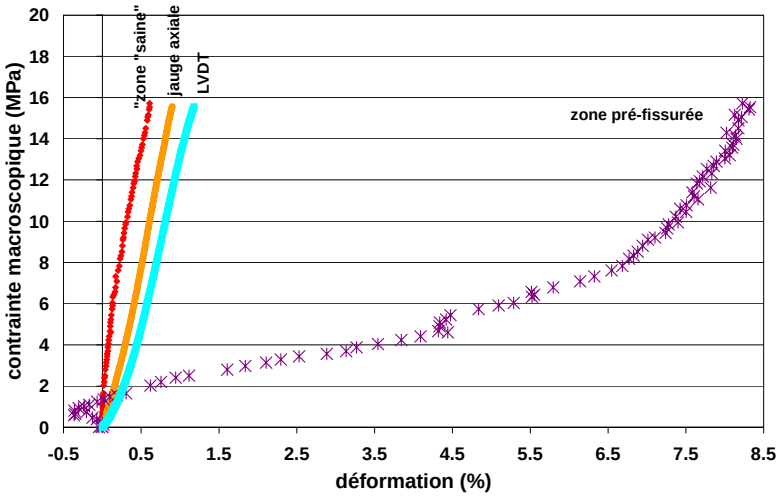
Comme pour le cas précédent à 76% RH qui comportait une fissure pré-existante ouverte dans le champ investigué, les cartographies de déformation équivalentes présentent de fortes hétérogénéités liées à la fissure et à la distribution minérale loin de la fissure (Figure 13.34). Au cours du chargement, les déformations "*autour de cette fissure*" sont importantes. Par contre, "*assez loin*" (soit de l'ordre de 500 µm) de la fissure, le niveau des déformations est comparable aux niveaux des déformations des états secs précédents et présente des hétérogénéités de déformation superposées aux hétérogénéités microstructurales.
La courbe de saut de fissure en fonction de la contrainte (Figure 13.34) montre que la fissure d'ouverture initiale de l'ordre de 5 µm, se referme quasi-totalement pour un chargement inférieur à 10 MPa. Ceci peut aussi être représenté comme pour l'état 76% RH, en soustrayant les déformations obtenues globalement sur la zone Micro DIC et celles dans la zone non affectée apparemment par la fissure comme le montre la Figure 13.35 (courbe *(A)-(B)*). Au delà de 10 MPa, les déformations globales ne sont plus gouvernées par la singularité constituée par la fissure, ce que traduisent aussi les cartographies des déformations calculées en prenant l'état de référence à 11 MPa (Figure 13.36). Sur ces différentes cartes, les déformations sont principalement superposées aux hétérogénéités minéralogiques des phases solides.

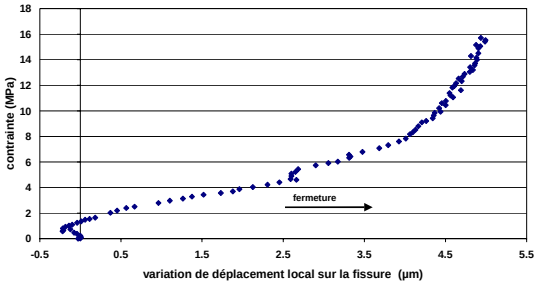
Pour cet état quasi-saturé, nous n'avons pas pu déterminer le ratio $\chi$ dans la zone *saine* car les états de surface n'étaient pas satisfaisants pour dissocier convenablement les phases.

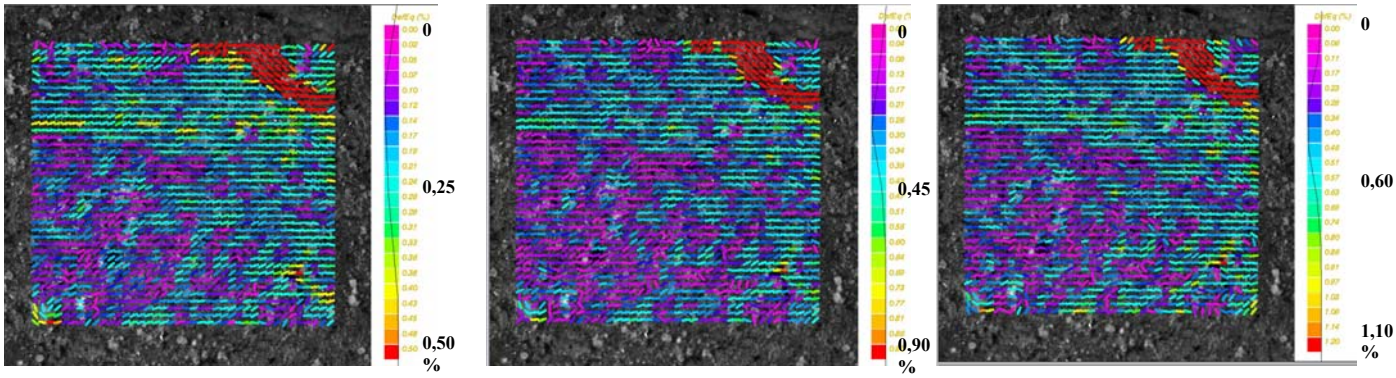
Comme mentionné au début de ce paragraphe, l'échantillonnage d'un seul champ de 1,5×1,5 mm$^2$ n'est pas représentatif de l'ensemble des surfaces accessibles de l'éprouvette et ne permet pas de réaliser une analyse statistique correcte des contributions des différents mécanismes actifs, mais permet néanmoins de les mettre en évidence.




**état initial** | **$\varepsilon_L$ = 0,17% - $\sigma$= 2 MPa** | **$\varepsilon_L$ = 0,35% - $\sigma$= 5 MPa**




**$\varepsilon_L$ = 0,62% - $\sigma$= 10,2 MPa** | **$\varepsilon_L$ = 0,73% - $\sigma$= 12,5 MPa** | **$\varepsilon_L$ = 0,90% - $\sigma$= 15,7 MPa**

**Figure 13.34 – Cartographies des déformations équivalentes et courbes caractéristiques en Micro DIC pour l'état à 98% RH. $R_c$ = 15,8 MPa - La référence du calcul des déformations est prise avant l'application du chargement.**

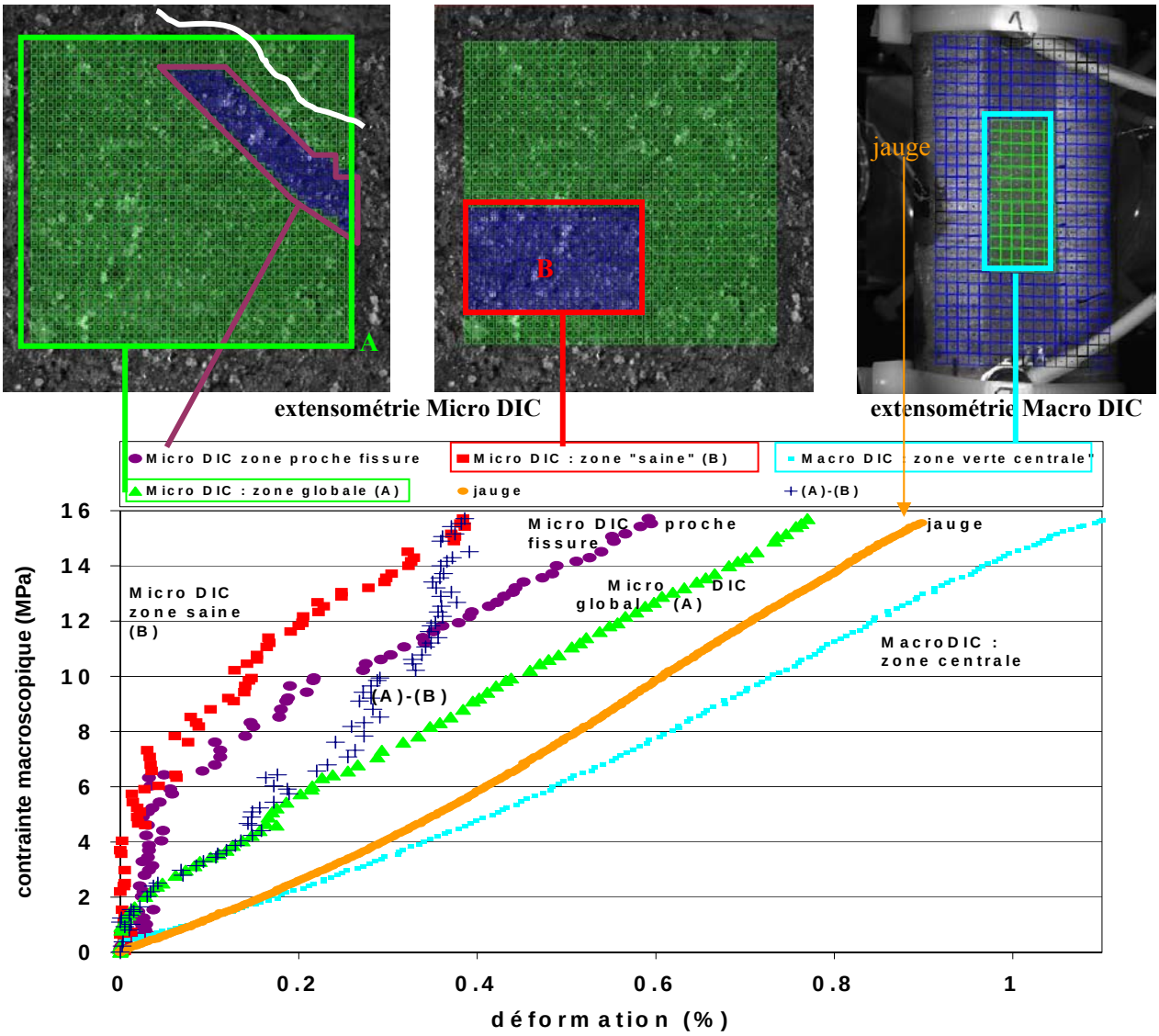
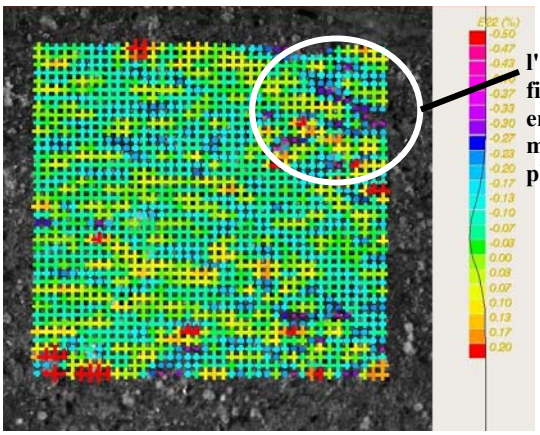
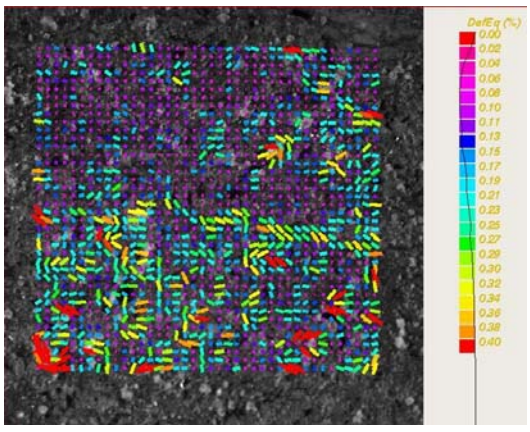



**Figure 13.35 - Comparaison des déformations (Macro et Micro DIC) selon les zones d'intérêt (98% RH).**

**La zone globale (verte) comprend la fissure alors que la zone proche de la fissure correspond à la zone affectée sans contenir la fissure.**



**l'action de la fissure est encore visible mais de façon plus ténue.**



**(a) déformation axiale.** **(b) déformation équivalente.**

**Figure 13.36 - Cartographies des déformations à $\sigma$= 13 MPa avec référence des déformations à 11 MPa pour l'état à 98% RH (Micro DIC).**

**La valeur 0 des déformations est attribuée aux déformations correspondant à la contrainte de référence soit 11 MPa.**

***Synthèse à l'échelle Micro DIC***

**A l'échelle de la microstructure (Micro DIC), les champs de déformation apparaissent superposés aux hétérogénéités microstructurales pour les zones exemptes de fissuration** (états secs et zones *saines* des états saturés), **et, pour les états saturés**, **au réseau de fissures *pré-existantes* à l'essai mécanique (fissures qui sont ouvertes pour les humidités élevées).** Dans ce dernier cas, les fissures horizontales (donc perpendiculaires au chargement) se referment continûment au cours du chargement.

A l'échelle des phases minéralogiques, pour les états 98 et 76% RH, il est intéressant de remarquer comme l'illustre la Figure 13.38, que :

- **au voisinage de la fissure (de l'ordre de ± 250 µm), les déformations semblent affectées par la présence de cette fissure.** Les origines physiques susceptibles d'expliquer le comportement d'une telle zone pourraient être une modification locale physico-chimique, un endommagement diffus à une échelle très fine et inférieure aux moyens d'observation mis en œuvre …
- **au delà de cette zone, le niveau des déformations est quasiment identique à celui des états désaturés pour un même niveau de contrainte macroscopique**.

Ceci suggère que **l'éprouvette pourrait être analysée comme une structure équivalente composée de l'assemblage de matériau *sain* très peu affecté par la présence d'eau, de fissures pré-existantes consécutives aux succions et de zones affectées au voisinage des fissures** (Figure 13.37).

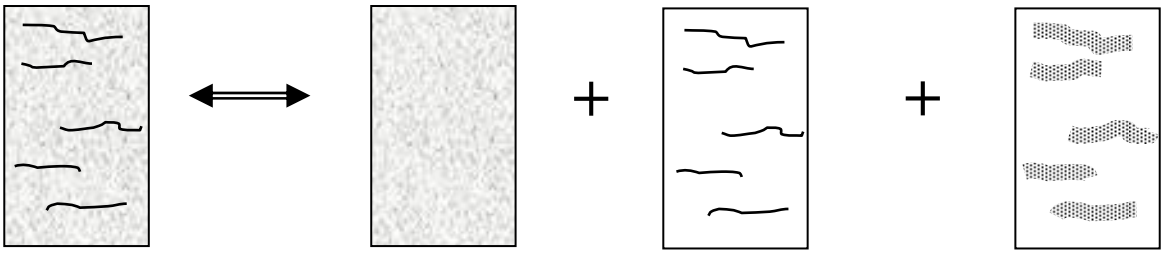



**Figure 13.37 - Représentations équivalentes vis-à-vis du comportement mécanique pour les états consécutifs aux succions d'humidités 98 et 76% RH.**

**Le matériau *sain* semble se déformer de façon quasi identique quel que soit son état hydrique (Figure 13.38)**. **L'eau agirait principalement au niveau des modifications préalables de la microstructure par création de discontinuités**, ce qui créerait des zones affectées près de ces fissures en terme de déformation.

Ainsi, pour les deux états pré-fissurés (98 et 76% RH), la déformation totale peut se décomposer selon :

$$\varepsilon_{totale} = \varepsilon_{non\ fissuré} + \varepsilon_{fissures}$$

La part des déformations dues aux fissures est de 50% pour 98% RH et de 30% pour 76% RH (Figure 13.38).

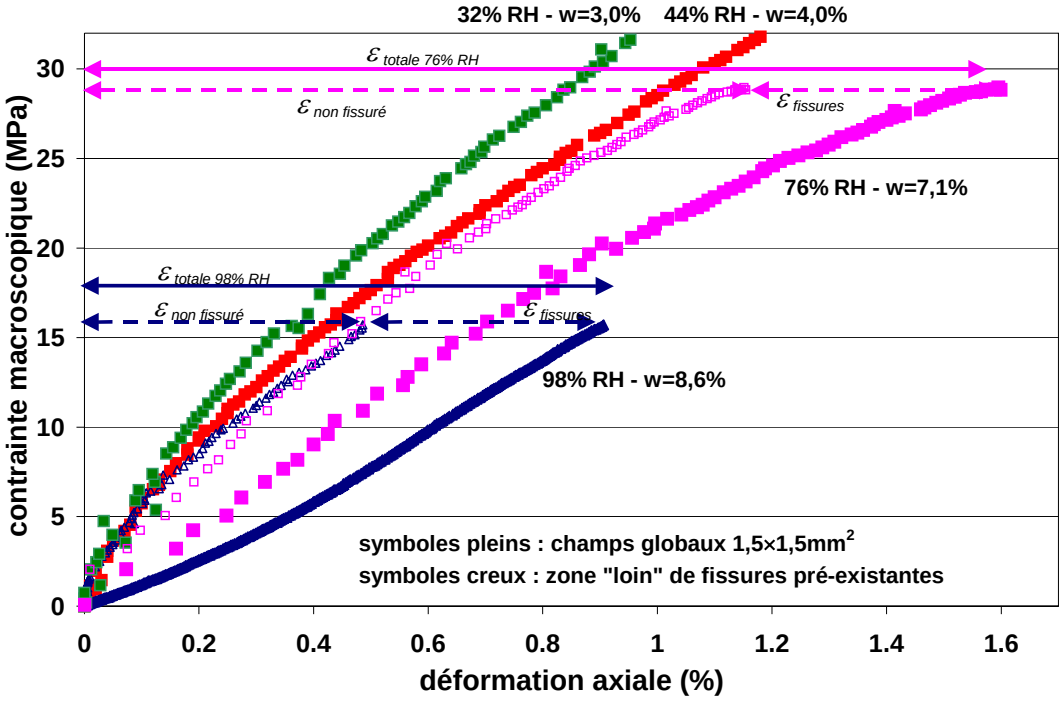



**Figure 13.38 - Décomposition des déformations pour les essais à 76 et 98% RH à l'échelle Micro DIC.**

**A l'échelle Micro DIC, le champ global de 1,5×1,5 mm² est observé sur le méplat poli au centre de l'éprouvette et les zones exemptes de fissures hydriques sont éloignées au moins de 300 µm des fissures et ont des surfaces de l'ordre de 400×400 µm².**

## 13.3.4 - Discussion des analyses multi-échelles des déformations

A travers les descriptions précédentes, nous voyons l'apport considérable de l'extensométrie optique qui permet d'effectuer de nombreux *post*-traitements en suivant les déformations par zones d'intérêt choisies en termes de taille, de position par rapport à l'éprouvette et à des phases constitutives de la roche. Leur représentativité pour les différentes échelles peut être évaluée en faisant varier la taille des champs analysés. De plus, l'extensométrie sans contact s'affranchit des défaillances de tenue des jauges (jauge ou colle) qui peuvent survenir pour des déformations supérieures à 1%.
L'analyse des déformations investiguées sur la gamme des échelles décimétrique à micrométrique met en évidence que **le chargement de compression uniaxiale induit des zones de concentration de déformation à différentes échelles :**

- **d'une part, à une échelle de quelques dizaines de microns, superposées aux hétérogénéités (minéralogie, stratification) pour les états partiellement désaturés et pour les zones *éloignées* des fissures hydriques dans les cas des états saturés,**
- **d'autre part, superposées au réseau de fissures pré-existantes à l'essai mécanique, pour les états saturés.**

Dans le cadre de travaux ultérieurs, afin d'améliorer la représentativité à l'échelle Micro DIC en particulier dans le cas de distribution hétérogène à une échelle mésoscopique comme pour les états saturés (hétérogénéités dues au réseau de fissures), il conviendrait de suivre des champs de taille supérieure aux nôtres (1,5×1,5 mm²). De plus, étant donné la taille des phases minéralogiques (de la dizaine à 150 microns), la représentativité physique de la base de mesure des déformations (de l'ordre de 50 µm à l'échelle locale), il serait souhaitable de gagner au moins un ordre de grandeur en terme de représentation physique d'un pixel, ce qui permettrait de suivre plus localement les déformations des phases minéralogiques.
Déplacer le système optique ou l'échantillon afin de couvrir des champs contigus, ainsi que utiliser un grossissement ×20 au lieu de ×10 actuellement (à condition d'améliorer la stabilité mécanique, en particulier les vibrations) pourraient être des développements futurs à mener.

# 13.4 - Modes d'endommagement et de rupture

Au cours du chargement de compression, nous avons observé que, pour les états saturés, se produisaient, des refermetures des fissures horizontales *pré-existantes* et des ouvertures des fissures verticales *pré-existantes*, et que, pour les états désaturés, se mettait en place une dilatance macroscopique tardive conduisant à la ruine de l'éprouvette, sans mise en évidence de fissuration sur les champs observés. Cependant, les observations de surface effectuées à la fois à l'échelle macroscopique sur un méplat de 18 mm de largeur couvrant la hauteur de l'éprouvette (surface de l'ordre de 1 200 $mm^2$) et à l'échelle microscopique sur un champ de petite taille (1,5×1,5 $mm^2$ soit 2,2 $mm^2$), ne révèlent ni les phénomènes se produisant sur le reste de la surface de l'éprouvette (la surface totale de l'éprouvette est de 8 140 $mm^2$ ; seulement 15% de la surface sont donc observés), ni dans le volume de l'éprouvette (de l'ordre de 73 250 $mm^3$). Ainsi, plusieurs questions se posent :

- y-a-t-il création de fissures sur des champs non observés par acquisition d'images et dont le comportement diffère de celui mis en évidence dans les champs observés ?
- les fissures nouvelles observées en surface sont-elles le stade ultime et visible d'un processus de volume, s'initiant plus précocement que leur apparition sur les surfaces libres de l'éprouvette ?
- peut-on mettre en évidence d'autres paramètres ou seuils caractéristiques de modification de l'éprouvette (initiation, coalescence des fissures …) avant la propagation instable et ruinante des fissures ?

Ainsi, pour tenter d'apporter des éléments de réponse, nous enregistrons l'activité acoustique au cours des mêmes essais précédents instrumentés également en extensométrie optique, et traitons les signaux en termes de paramètres caractéristiques et de localisation des sources émettrices.

*courbes mécaniques caractéristiques et dénombrement EA*

Sur la Figure 13.39, nous reportons les signaux acoustiques sur les courbes mécaniques caractéristiques $\sigma$–$\varepsilon$ établies à l'échelle Macro DIC (*cf.* Figure 13.20). Le comportement mis en évidence pour les essais présentés sont identiques pour une série de trois essais réalisés pour chacune des quatre hygrométries étudiées. Ces signaux *EA* mettent clairement en évidence que **l'activité acoustique dépend fortement de l'état hydrique du matériau**. De *prime* abord, la répartition des signaux est continue pour les états humides alors que pour les deux cas partiellement désaturés, la majorité des signaux se situe dans la seconde moitié du chargement.

D'après les paramètres de signature acoustique (dénombrement, énergie cumulée, durée, nombre de coups et temps de montée) reportés en fonction de la contrainte macroscopique sur la Figure 13.40 pour les états hydriques 98 et 44% RH, il apparaît clairement que les évènements de forte énergie sont systématiquement de longue durée et comportent un nombre important de coups. Un temps de montée rapide n'est pas associé à de fortes énergies. Les signaux d'énergie maximale se situent systématiquement dans la phase dilatante, ce qui est cohérent avec des modifications majeures de la microstructure (fissuration ruinante). Ceci est en accord avec les résultats de Reymond [REY 80] qui a montré que les mécanismes associés à la dilatance (ouverture et propagation des fissures existantes ou amorçage de nouvelles fissures) sont acoustiquement émissifs avec des fortes valeurs de l'énergie et de la durée des signaux.
Les paramètres acoustiques associés aux courbes de comportement permettent de confirmer certaines hypothèses sur l'activation de mécanismes et de compléter l'analyse de la réponse mécanique selon l'état de saturation. Nous reportons sur les courbes les principaux paramètres mécaniques identifiés précédemment à l'aide de l'extensométrie Macro DIC sur un champ global correspondant au méplat poli. Ainsi, l'analyse de ces données permet de mettre en évidence les points suivants :

- Pour l'hygrométrie 98% RH, les signatures acoustiques traduisent trois étapes au cours du chargement (Figure 13.40-a) :

- de 0 à 6 MPa, existence de signaux d'énergie moyenne associables à la non-linéarité des déformations axiales. Cette activité acoustique continue dès le début du chargement traduit les refermetures des fissures antérieures au chargement, ce qui a été observé optiquement.
- de 6 à 12 MPa, existence de signaux acoustiques de très faible énergie. Dans cette plage de contrainte pendant laquelle les déformations axiales et diamétrales sont linéaires, à la fois, les fissures refermées ne jouent plus de rôle et aucune nouvelle fissure ne se crée. Il ne semble donc pas se produire de modifications microstructurales irréversibles majeures.
- au delà de 14 MPa, augmentation brutale des paramètres acoustiques (énergie, nombre de coups et durées), augmentation qui coïncide avec l'apparition des non-linéarités des déformations axiales. Il s'agit de la signature acoustique de la fissuration verticale observée précédemment et qui se met en place dès 14 MPa (*cf.* Figure 13.19).

Pour cette hygrométrie, il est intéressant de remarquer que nous retrouvons sur les signatures acoustiques, les étapes de déformation identifiées sur les courbes $\sigma$–$\varepsilon_{macroscopique}$.

- Pour les états partiellement désaturés (44 et 32% RH), les signatures acoustiques permettent d'identifier l'apparition des non-linéarités des déformations diamétrales et le seuil de dilatance.
Pour l'état 44% RH (Figure 13.40-b), le seuil de dilatance identifié à partir des déformations volumiques macroscopiques est visible sur l'activité acoustique (accroissement des paramètres), ce qui n'est pas le cas des apparitions des non-linéarités sur les déformations axiale et diamétrale. Par contre, deux nouveaux seuils semblent se dégager à partir des variations du ratio *RA*, du temps de montée, de l'énergie et du nombre de coup, à savoir :

- un premier seuil désigné par $\sigma'$ de l'ordre de 25 MPa, à partir duquel le nombre d'*EA* semble aussi s'accélérer.
- un second seuil désigné par $\sigma''$ (proche de 39 MPa) situé au delà de la dilatance macroscopique. $\sigma''$ (caractérisé par une énergie et une durée importantes) pourrait être en lien avec un endommagement macroscopique, déterminant pour la ruine finale.

- L'existence de ces deux seuils est aussi visible pour les états à 32% et 76% RH (Figure 13.41, avec de plus, pour l'état 76% RH, une activité acoustique initiale en lien avec la refermeture des fissures antérieures à l'essai[13].

[13] Nous pouvons remarquer que l'activité acoustique démarre plus précocement pour l'état 76% RH que pour 98% RH, ceci s'explique par le fait que les fissures à 76% RH sont moins ouvertes que pour l'état quasi saturé et donc que les frottements entre lèvres se produisent plus précocement.

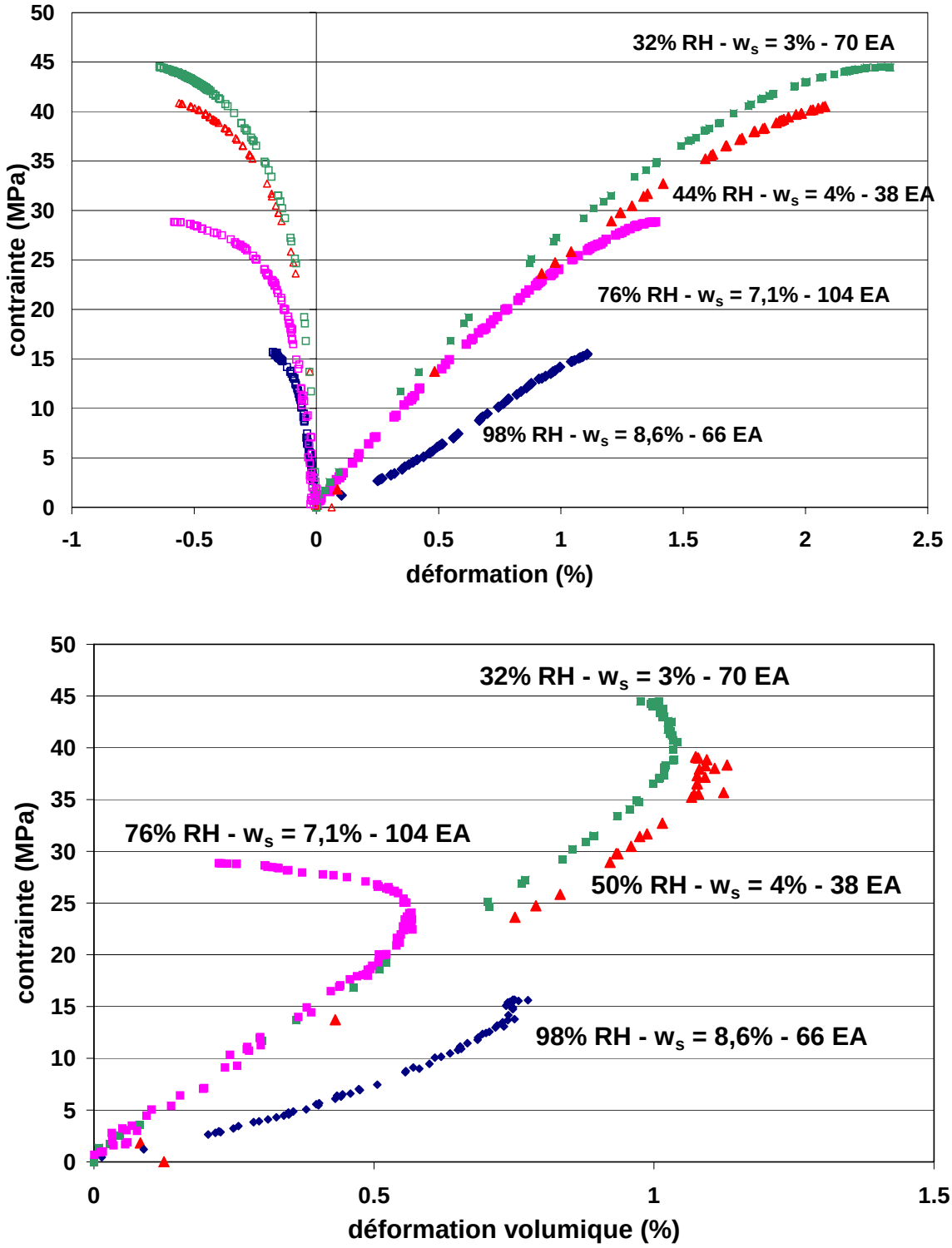
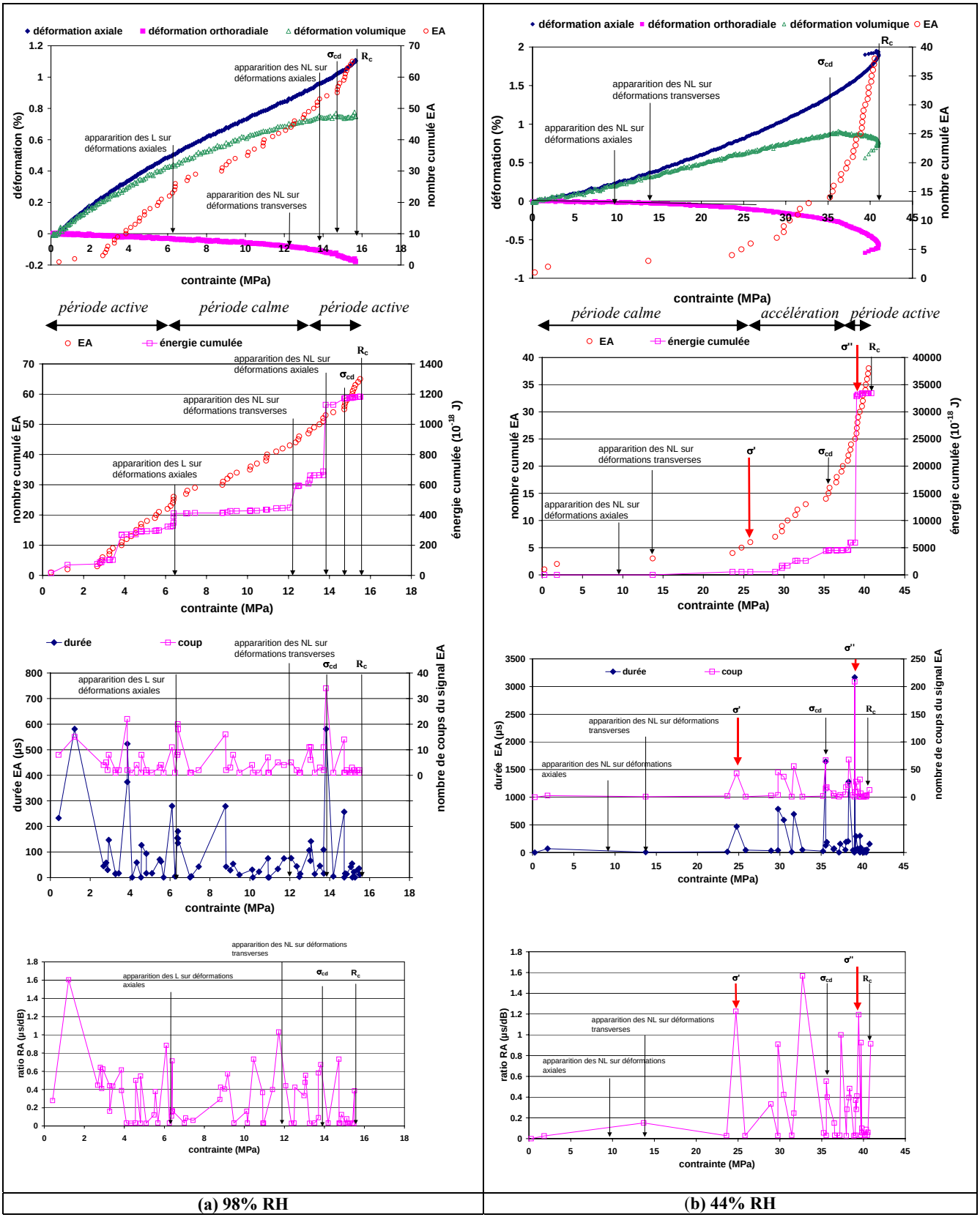



**Figure 13.39 – Répartition des signaux acoustiques pour les quatre états hydriques.**

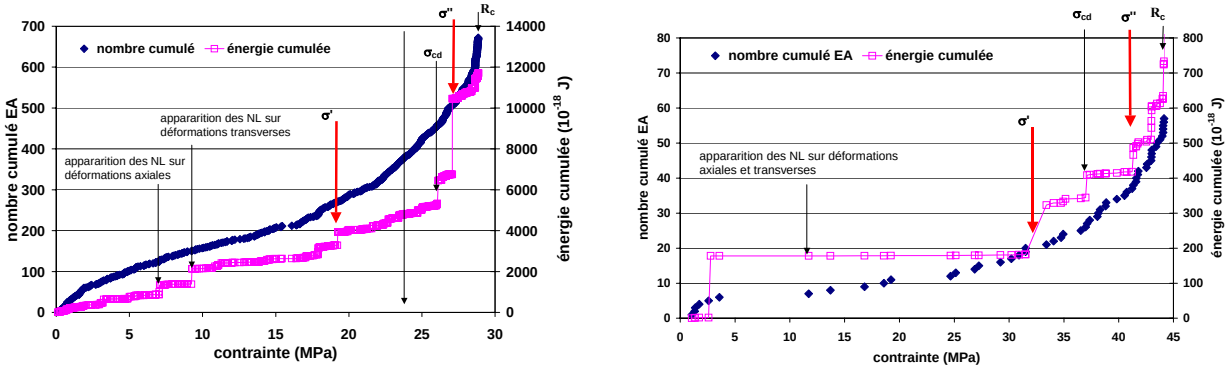
**Chaque symbole correspond à un événement acoustique qui est reporté à la fois sur les déformations axiale, diamétrale et volumique.**




**(a) 98% RH** | **(b) 44% RH**

**Figure 13.40 – Signatures acoustiques rapportées en fonction de la contrainte pour les états hydriques 98 et 44% RH.**

**Nous reportons les valeurs des seuils (apparition des non-linéarités, de la dilatance …) identifiées sur les courbes caractéristiques en Macro DIC sur un champ global correspondant au méplat poli.**




**76% RH.** **32% RH.**

**Figure 13.41 - Signatures acoustiques (dénombrement, énergie) pour les états hydriques 76 et 32% RH.**

*localisation spatiale des sources EA*

Pour les deux états hydriques consécutifs aux hygrométries de 98 et 44% RH, la Figure 13.42 fournit la projection des sources émettrices sur l'intégralité de la hauteur de l'éprouvette pour les faces sur lesquelles l'extensométrie Macro DIC a été menée.

Ainsi, **pour l'état quasi-saturé, tout le long du chargement, les *EA* se localisent préférentiellement dans les zones qui concentrent aussi les déformations** c'est-à-dire sur les fissures d'origine hydrique perpendiculaires au chargement et qui se referment sous son action comme observé précédemment.

Pour l'état à 44% RH, en deçà du seuil de dilatance $\sigma_{cd}$, le petit nombre d'*EA* semble localisé sur les deux zones de plus fortes déformations à l'échelle Macro DIC ; **au delà de $\sigma_{cd}$, les *EA* en quantité importante sont spatialement diffuses sans localisation évidente**.

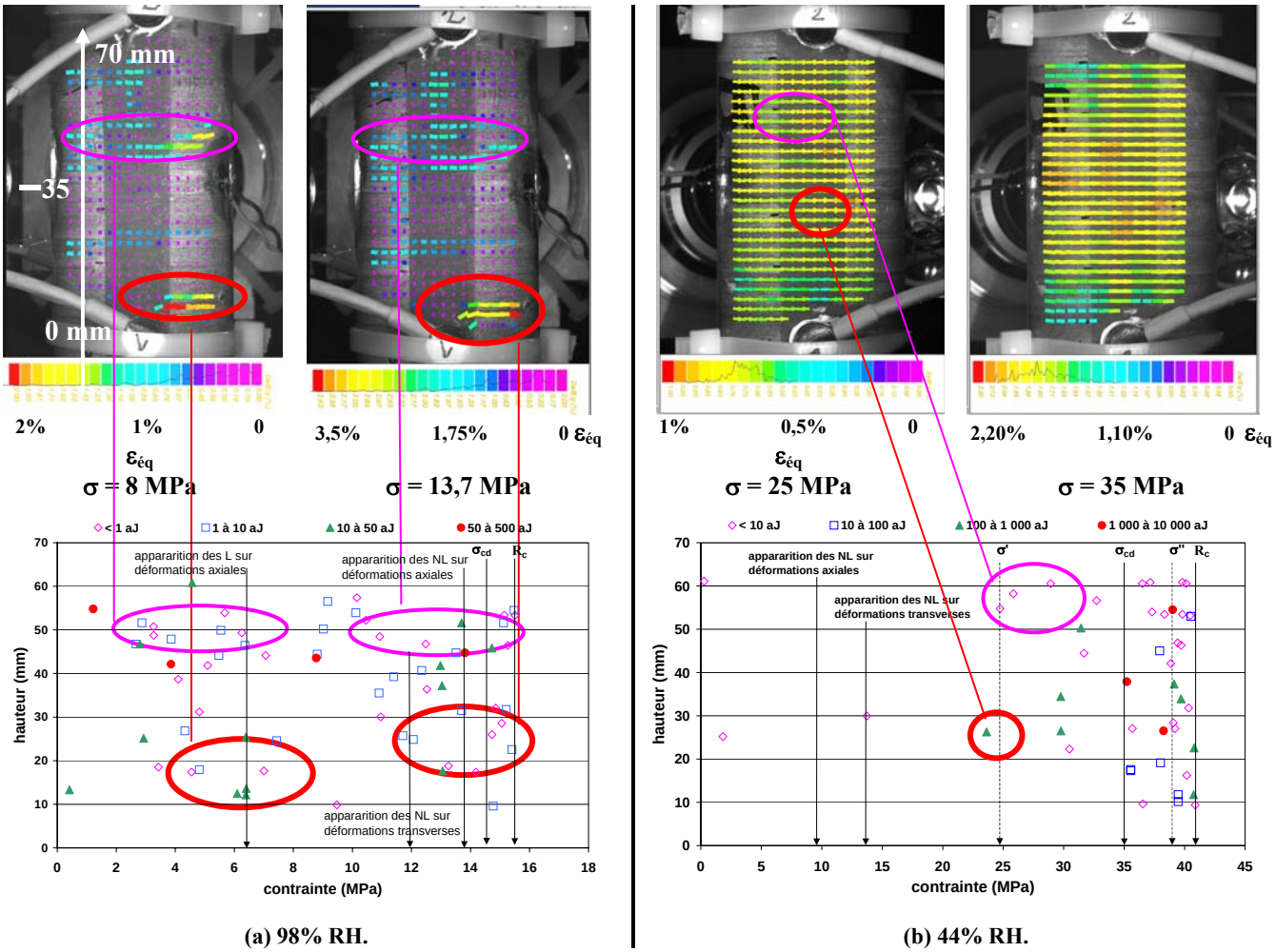
Ainsi, la réponse de ces deux états hydriques vis-à-vis des émissions acoustiques confirme l'hypothèse sur les origines des *EA* dans le cas saturé, qui sont associées au frottement sur les fissures (signaux de faible énergie).

*modes de rupture*

Pour l'orientation investiguée à $\theta = 90°$, la rupture se produit de façon franche, en colonnettes par extension (Figure 13.43). Nous pouvons noter quelques différences selon l'état hydrique :

- **pour les états désaturés, la rupture est brutale[14] et explosive, ce qui est caractéristique du mode fragile,**
- **pour les états dans le domaine saturé, la fissuration en volume semble plus importante que pour les états précédents, avec des plans de rupture sous forme d'échelons spatialement diffus**.

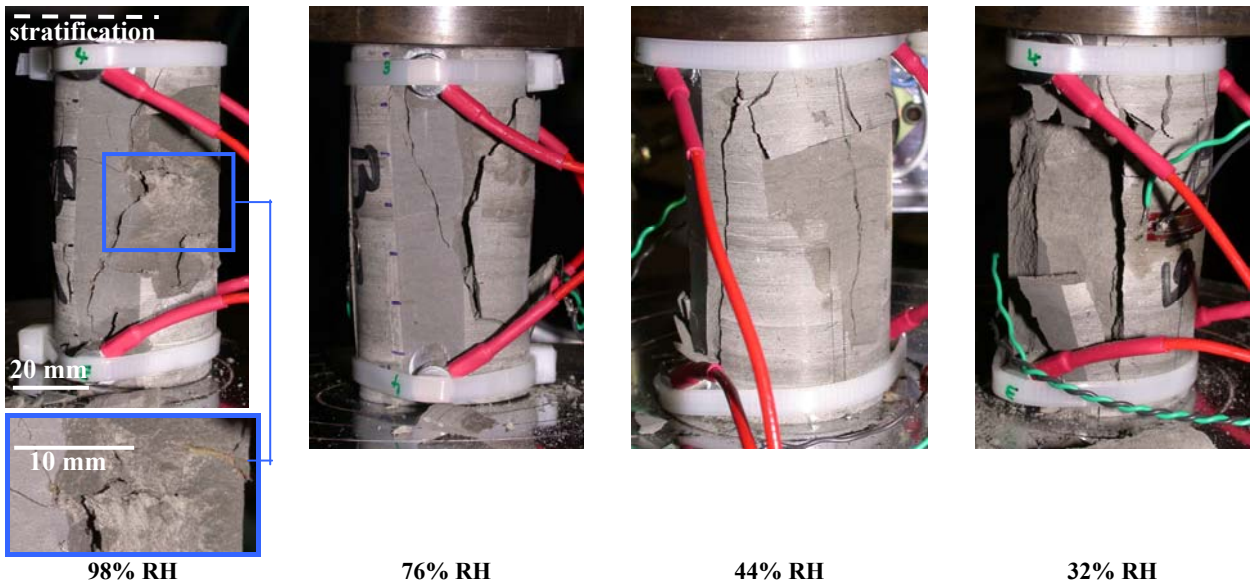
[14] ce que traduisent, lors de la rupture, les événements acoustiques de forte énergie.




**(a) 98% RH.** **(b) 44% RH.**

**Figure 13.42 - Localisation spatiales des émissions acoustiques pour les états hydriques de 98 et 44% RH.**

**L'énergie des signaux est mentionnée par classes associées à des symboles différents.**




**98% RH** **76% RH** **44% RH** **32% RH**

**Figure 13.43 - Faciès de rupture pour les quatre états hydriques ($\theta$ = 90°).**

**A 98% RH, il est intéressant de noter la présence sur les surfaces de rupture, de zones de pyrite oxydée (coloration ocre) sous forme de veines. Cette oxydation non visible sur les états plus secs est à associer aux 40 jours de succion en présence de vapeur d'eau et d'oxygène.**

## 13.5 - Synthèse

Dans le cas d'un chargement perpendiculaire à la stratification ($\theta$ = 90°) et de désaturation mono-palier menés sur des éprouvettes d'argilite dont l'argilosité est de l'ordre de 45% pondéraux, **le comportement mécanique apparaît très nettement dépendant de l'état hydrique imposé au préalable lors des isothermes de succion**. Globalement, **les modules de Young et la résistance augmentent avec la désaturation alors que les coefficients de Poisson chutent brutalement avec celle-ci**. Les modules et résistance augmentent de façon quasi linéaire avec les opposés de l'hygrométrie de succion ou de la teneur en eau après succion $w_s$. **Pour les états non saturés (44 et 32% RH) et l'état proche de la limite de retrait (76% RH), les réponses mécaniques macroscopiques axiale et orthoradiale sont d'abord linéaires jusqu'à ~15 MPa, puis non linéaires jusqu'à la rupture ; la réponse est contractante linéaire jusqu'à une dilatance marquée et proche de 0,90 $R_c$. Pour l'état quasi saturé (98% RH),** après une phase initiale de serrage en lien avec la refermeture (non totale) des fissures *horizontales hydriques*, **la réponse macroscopique apparaît linéaire quasiment jusqu'à la rupture qui se produit bien plus précocement que les états hydriques autres, contenant moins d'eau.**

Aux différentes échelles et pour les quatre états hydriques étudiés, nous avons cherché à analyser la réponse mécanique en **qualifiant l'homogénéité/localisation des déformations**, et en corrélant l'**apparition d'un éventuel endommagement** aux évolutions des déformations. Ainsi il apparaît que les réponses mécaniques peuvent se regrouper en trois types de comportement selon les états de saturation imposés à la roche. Pour chacune des classes de comportement ainsi identifiées, nous proposons la synthèse détaillée suivante.

***états partiellement désaturés*** *(44 et 32% RH)*

**Pour les deux états partiellement désaturés, le comportement est de type fragile** avec des modules (au delà de 5 000 MPa) et des résistances (au delà de 40 MPa) doublés par rapport au cas quasi saturé. Les quelques fissures *pré-existantes*[15] observées lors l'ouverture des cellules et que les succions avaient totalement refermées (comme étudié dans la *Partie IV)*, ne jouent mécaniquement aucun rôle de localisation des déformations. Les déformations volumiques sont contractantes et linéaires jusqu'à un seuil de dilatance haut (proche de 0,90 $R_c$).

**Macroscopiquement, les déformations sont spatialement homogènes alors que plus finement, à l'échelle microstructurale, des hétérogénéités de déformation sont visibles et superposées à la nature composite de la roche avec de grandes disparités selon la nature minéralogique des phases**. **Ainsi, les zones à dominance[16] argileuse se distinguent par de fortes déformations avec de la dilatance marquée** (localement les déformations axiales à rupture sont de l'ordre de 3% à $R_c$). Au contraire, **les zones à prédominance de quartz et de carbonates sont beaucoup moins déformables** (soit 0,8% à $R_c$) **et faiblement dilatantes.**

***état quasi-saturé*** *(98% RH)*

Très proche de la saturation maximale, **le comportement macroscopique est gouverné par la présence des nombreuses fissures d'origine hydrique**, créées pendant la succion. Lors de l'application du chargement uniaxial, les fissures disposées selon la stratification (qui représentent la majorité des fissures *hydriques*) se referment tout le long du chargement (avec un serrage initial important mais non total) ; au contraire, les quelques fissures orientées coaxialement au chargement s'ouvrent dès l'application de celui-ci et participent à la dilatance, la rupture finale s'initiant à partir de ces fissures.

[15] Rappelons que nous avons qualifié de *pré-existantes*, les fissures observées lors de l'ouverture des cellules *T1* au laboratoire (*cf. Chapitre 9*). Nous ne sommes pas capables de déterminer si ces fissures étaient présentes *in situ* avant prélèvement ou si elles sont les conséquences du prélèvement ou du stockage en cellule.

[16] Les zones à prédominance d'une phase minéralogique sont déterminées à partir des images de la microstructure en éclairage normal ; leurs tailles est de l'ordre de 150µm. Les bases de mesure des déformations à cette échelle Micro DIC est de l'ordre de 50 µm.

A l'échelle de la microstructure, trois zones de répartition des déformations se distinguent par rapport aux fissures présentes avant le chargement mécanique : *i-* **la micro-fissure** elle-même qui se referme ou s'ouvre selon son angle par rapport à l'axe de compression, *ii-* **une zone affectée** par la fissure, ceinturant celle-ci sur une distance de ± 250 µm, *iii-* **une zone *saine* non affectée** par les fissures et dans laquelle les déformations se distribuent selon les hétérogénéités locales minéralogiques (zones argileuses ou zones minérales) avec des **niveaux de déformation comparables à ceux des états partiellement désaturés pour un même niveau de contrainte macroscopique**.
Ceci suggère que **la roche quasi saturée pourrait être analysée mécaniquement comme une structure équivalente composée de l'assemblage de trois éléments : *i-* le matériau *sain*, *ii-* un réseau de fissures et *iii-* des zones affectées de part et d'autre des fissures. Les déformations du matériau *sain* semblent indépendantes de son état hydrique et corrélées à la nature des phases minéralogiques, alors que les déformations autour des fissures apparaissent comme le résultat de la fermeture des fissures elles-mêmes, mais aussi de la déformabilité notablement plus importante de la zone affectée bordant la fissure.**

***état proche de la limite de retrait*** *(76% RH)*

Cet état à la limite des domaines saturé et désaturé a un comportement intermédiaire entre les deux types précédents de réponse mécanique, dans le sens où le comportement macroscopique est proche de celui des états secs avec toutefois une influence des fissures *hydriques* (de densité et d'ouverture moindres que dans l'état quasi saturé, et systématiquement sub-horizontales). Les observations aux différentes échelles montrent que les déformations sont à la fois influencées par les micro-fissures existantes qui se referment dès les premiers stades du chargement, puis par la nature composite de la roche, qui dicte les hétérogénéités des déformations selon les phases minéralogiques.

*********

Finalement, comme l'illustrent les Figure 13.20 et Figure 13.38, **le comportement mécanique des zones exemptes de fissure est similaire quel que soit l'état hydrique**. Il apparaît que **l'état hydrique intervient principalement sur l'état microstructural à travers le phénomène de fissuration hydrique**, le nombre de fissures *hydriques* tendant à faire chuter la résistance. Indépendamment de l'état hydrique, vis-à-vis des déformations axiales, hormis la phase initiale non linéaire de serrage pour les échantillons fissurés (76 et 98% RH), **la réponse présente un caractère linéaire jusqu'à environ 15 MPa, puis est suivie d'un mode non linéaire pour des chargements plus élevés**. **Ces non-linéarités du comportement apparaissent directement imputables à la phase argileuse.** Les non-linéarités au delà de 15 MPa ne sont pas visibles pour l'état 98% RH puisque de par la présence des fissures, la rupture pour cette hygrométrie intervient en deçà des niveaux de contrainte suffisants pour activer le comportement non linéaire de la phase argileuse.

*********

**Les différents outils expérimentaux mis en œuvre, en particulier l'extensométrie de champ et les enregistrements des émissions acoustiques, ont permis de formuler des analyses pertinentes et complémentaires pour décrire le comportement mécanique**. Toutefois, pour l'extensométrie optique, à l'échelle Micro DIC, des améliorations seraient à apporter en terme de représentativité des champs investigués (dans le cas des hygrométries fortes, les champs sont hétérogènes et les champs optiques considérés ont des aires inférieures au volume élémentaire représentatif). De plus, il serait intéressant de *gagner* au moins un ordre de grandeur en terme de représentation physique d'un pixel ou de base de mesure des déformations (dans notre cas, 1 pixel représente 0,7 µm et la base de mesure des déformations Micro DIC est de l'ordre de 50 µm), ce qui permettrait alors de suivre des zones d'intérêt directement superposées à une phase minéralogique et non à des zones à forte dominance d'une phase comme nous l'avons fait.

# Chapitre 14 - Investigations exploratoires complémentaires

Après avoir analysé en détails l'influence de l'état hydrique obtenu par désaturation mono-palier, sur la réponse mécanique dans le cas d'un chargement uniaxial appliqué perpendiculairement à la stratification, nous nous intéressons aux influences sur la réponse mécanique de :

- l'histoire hydrique en considérant des désaturations par paliers successifs et de la resaturation comme réalisé au *Chapitre 11* (*cf*. Figure 11.32),
- l'angle entre la stratification et le chargement,
- la minéralogie, en particulier les présences d'argiles et de phases minérales quartz-carbonates.

Pour chaque palier d'humidité, un seul essai mécanique est mené, ce qui est insuffisant pour émettre une analyse fiable du comportement, d'autant plus que la dispersion des résultats est généralement assez importante en compression uniaxiale. En ce sens, les résultats présentés sont exploratoires mais permettent cependant d'émettre des tendances de comportement, que des travaux complémentaires ultérieurs devraient confirmer ou infirmer.

Les conditions d'essais et les caractéristiques principales des éprouvettes sont recensées dans le Tableau 14.1. Des cycles de charge/décharge (entre 0,05 et 0,50 $R_c$) ont été réalisés sur les éprouvettes ayant subi un cyclage hydrique (*§ 14.1*) ce qui permet ainsi d'estimer les modules d'élasticité et les déformations irréversibles. Selon les cas, les déformations sont mesurées soit seulement de façon macroscopique par jauge et comparateur, soit en plus par de l'extensométrie optique aux échelles Macro et Micro DIC avec la même méthodologie que celle mis en œuvre au *Chapitre 13*.

**Tableau 14.1 - Synthèse des essais mécaniques avec les caractéristiques des éprouvettes.**

| paramètre analysé | histoire hydrique | orientation | cellule | fissuration hydrique observée | essai | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | chargement monotone | mesure des déformations | nombre |
| cyclage hydrique | paliers successifs | $\theta = 90°$ | *D* | non | charge/ décharge | jauges | 8 |
| angle entre stratification et chargement | désaturation mono-palier à 76%RH | $\theta = 0$, *45 et* $90°$ | *F* | non | monotone | jauges Macro et Micro DIC | 3 |
| minéralogie | désaturation mono-palier à 76%RH | $\theta = 90°$ | *B, D, F* | *B* : oui<br>*D* et *F* : non | monotone | jauges Macro DIC | 6 |

# 14.1 - Influence de paliers successifs de désaturation et de resaturation sur le comportement mécanique

Les caractérisations mécaniques sont menées sur des éprouvettes à chaque étape d'un cycle de désaturation/resaturation sur la gamme [ini→98⇆32% RH]. Toutes les éprouvettes proviennent de la cellule *D*[17] qui n'a pas les mêmes caractéristiques que la cellule *B* utilisée pour les succions monotones et dont les résultats ont été présentés au *Chapitre 13*. Nous nous attendons à ce que ces différences minéralogiques qui, comme nous l'avons vu, influencent les propriétés de transfert hydrique, aient des répercussions sur le comportement mécanique.

Un seul essai mécanique est mené par palier d'humidité. Les déformations sont mesurées à une échelle macroscopique, à l'aide de jauges collées et du comparateur.

Comme pour les désaturations mono-palier précédentes, **le comportement est fortement dépendant de l'histoire hydrique** (Figure 14.1 et Figures E5 et E6 en *Annexe E*), et semblent se dégager les points suivants :

- aucune phase initiale de serrage n'est visible, ce qui est cohérent avec l'absence de fissures *hydriques* pour la cellule *D*.

- pour l'ensemble des états hydriques, les déformations axiales et orthoradiales mesurées par jauge présentent une réponse linéaire jusqu'à un seuil variable selon l'histoire hydrique, suivie d'une réponse non linéaire ; les seuils d'apparition des non-linéarités sont quasiment identiques sur les déformations axiales et transverses. Par contre, les déformations volumiques sont linéaires jusqu'au seuil de dilatance $\sigma_{cd}$ qui est compris entre 0,75 et 0,90 $R_c$ (excepté pour les humidités de 98% RH) aussi bien en désaturation qu'en resaturation (Tableau 14.2).

- pour la phase de désaturation seule, comme pour les essais précédents, le module $E_2$ (à 0,20 $R_c$) et la résistance $R_c$ augmentent avec la succion et ce, au premier ordre, de façon affine avec l'opposé de l'humidité relative (Figure 14.2). Les modules et les résistances obtenus pour la cellule *D* sont systématiquement plus élevés que dans les cas précédents de la cellule *B* ($R_c$ est 20% plus élevée en moyenne pour la cellule *D*). Nous reviendrons ultérieurement sur ce point lorsque nous aborderons l'effet de la minéralogie sur la réponse mécanique (se reporter au *§ 14.3*).

- vis-à-vis du cyclage hydrique, **les modules et la résistance sont au premier ordre, affines et réversibles avec l'humidité sur la totalité du cycle hydrique effectué** (Figure 14.2-a). Toutefois, comme signalé, il conviendrait d'effectuer des essais complémentaires pour confirmer cette tendance émise à partir d'un seul essai par histoire hydrique (palier et chemin de désaturation ou resaturation). A partir des mesures de célérité et de masse volumique à la fin de chaque palier de succion, les modules *acoustiques* sont estimés (Figure 14.2-b) : ils ont la même évolution et sont du même ordre de grandeur que les modules *statiques*.
  Cependant, comme nous l'avions signalé lors de la présentation des évolutions de célérité après succion (*cf.* § *11.2.2.3*), il est préférable de suivre l'évolution des modules en fonction de la teneur en eau $w_s$ en fin de chaque palier, car pour une humidité donnée, nous avons vu que la teneur en eau n'est pas la même, suivant si l'on se situe en phase de désaturation ou de resaturation. D'après cette représentation (Figure 14.2-c), il apparaît aussi une évolution affine entre module ou résistance et teneur en eau $w_s$, du moins en première approximation.

[17] La cellule *D* est globalement moins argileuse que la cellule *B* (*cf. Tableau 8.3*), ce qui se traduit par des teneurs en eau initiale $w_i$ et après succion $w_s$ plus faibles pour des paliers hydriques identiques. De plus, aucune fissure consécutive aux succions n'a été observée.

- pour l'ensemble des essais réalisés sur les éprouvettes de la cellule *D*, quels que soient leurs état et histoire hydriques, les déformations axiales (⊥ stratification) à rupture sont du même ordre de grandeur, comprises dans la gamme [0,80 – 1%]. Par contre, pour les faibles succions, les déformations orthoradiales sont plus importantes et fortement non linéaires, ce qui pourrait s'expliquer par une décohésion facilitée en présence d'eau. Le rapport des déformations à rupture $\varepsilon_T/\varepsilon_L$ est fortement dépendant de l'humidité pour des teneurs en eau supérieures à 4% (Figure 14.2-d).

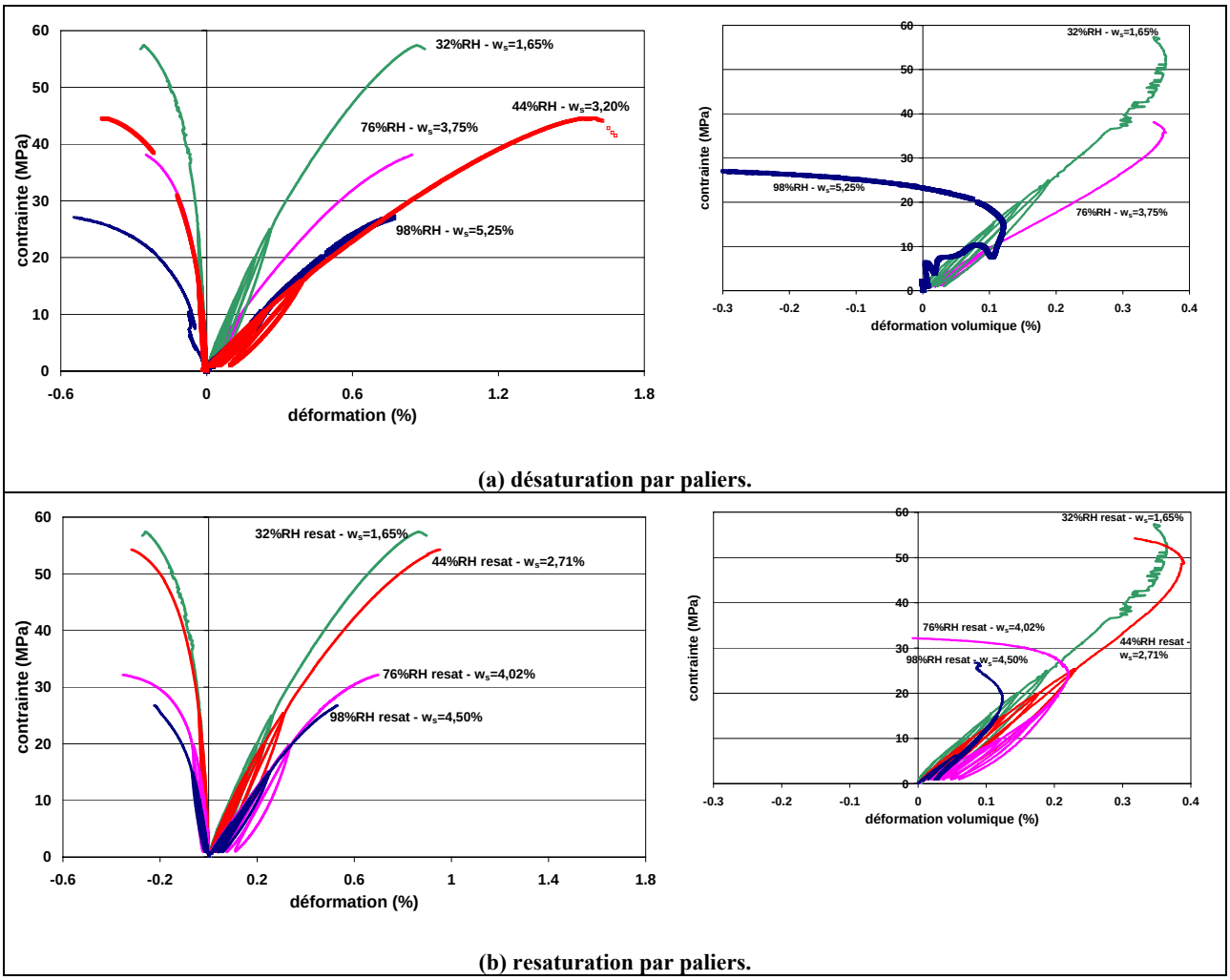
- les modules sont estimés à partir des cycles de charge/décharge (effectués entre 0,05 et 0,50 $R_c$) et sont reportés sur la Figure 14.3 en fonction du cycle de charge/décharge (exprimé en absolu ou en relatif par rapport à $R_c$) ; nous mentionnons aussi les modules normalisés par rapport au module estimé à la première décharge (soit 0,05 $R_c$). Les modules chutent assez rapidement après 0,10 $R_c$ et tendent à se stabiliser vers une valeur proche de 0,80 $E_{2\ initial}$ pour des chargements supérieurs à 0,30 $R_c$ en moyenne. Les déformations irréversibles augmentent au cours des décharges d'autant plus précocement que la roche contient de l'eau, et sont moins importantes en phase de resaturation (Figure 14.4).

En résumé, d'après ces résultats préliminaires, comme dans le cas des désaturations mono-palier, la désaturation par paliers successifs augmente les propriétés telles que les résistances, les seuils de propagation des fissures et de dilatance ainsi que les modules de Young, et fait chuter brutalement les coefficients de Poisson. Au contraire, la resaturation conduit à des évolutions opposées à celles de la désaturation. Pour des niveaux identiques de succion, **le cyclage hydrique ne semble pas modifier significativement ni les résistances, ni les modules de Young**.

**Tableau 14.2 – Paramètres mécaniques caractéristiques selon les états hydriques.**

| | | désaturation | | | | resaturation | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| hygrométrie | % RH | 98 | 76 | 44 | 32 | 44 | 76 | 98 |
| teneur en eau $w_s$ | % | 5,24 | 3,75 | 3,20 | 1,65 | 2,71 | 4,02 | 4,50 |
| teneur en eau normalisée $\widetilde{w}_S$ | | 1,00 | 0,72 | 0,61 | 0,31 | 0,52 | 0,77 | 0,86 |
| module de Young $E_2$ (0,05 $R_c$) | MPa | 6 600 | 10 250 | 11 400 | 13 980 | 12 150 | 8 400 | 8 700 |
| module de Young $E_2$ (0,20 $R_c$) | MPa | 6 270 | 8 925 | # | 12 500 | 11 500 | 7 900 | 5 285 |
| coefficient de Poisson $\nu_2$ (0,20 $R_c$) | - | # | 0,11 | # | 0,11 | 0,11 | 0,10 | # |
| résistance à la rupture $R_c$ | MPa | 27,2 | 38,2 | 44,5 | 57,3 | 54,3 | 32,3 | 26,5 |
| $\varepsilon_L$ à rupture (LVDT) | % | 1,35 | 1,05 | 1,65 | 1,31 | 1,05 | 1,47 | # |
| $\varepsilon_L$ à rupture (jauges) | % | 0,76 | 0,87 | # | 0,87 | 0,96 | 0,74 | 0,70 |
| $\varepsilon_T$ à rupture (jauges) | % | -0,55 | -0,32 | -0,45 | -0,26 | -0,32 | -0,38 | -0,50 |
| apparition des non-linéarités sur $\varepsilon_L$ | MPa | 10 | 10 | 15 | 25 | 20 | 20 | 15 |
| | × $R_c$ | 0,37 | 0,26 | 0,34 | 0,44 | 0,37 | 0,62 | 0,57 |
| | % | 0,24 | 0,15 | 0,28 | 0,26 | 0,24 | 0,34 | 0,25 |
| | × $\varepsilon_{L\,max}$ | 0,32 | 0,18 | 0,17 | 0,30 | 0,25 | 0,46 | 0,47 |
| apparition des non-linéarités sur $\varepsilon_T$ | MPa | 10 | 15 | 15 | 25 | 25 | 10 | 15 |
| | × $R_c$ | 0,37 | 0,39 | 0,34 | 0,44 | 0,46 | 0,32 | 0,57 |
| | % | -0,063 | -0,025 | -0,025 | -0,036 | -0,036 | -0,20 | -0,068 |
| | × $\varepsilon_{T\,max}$ | 0,11 | 0,10 | 0,06 | 0,14 | 0,11 | 0,50 | 0,31 |
| seuil de dilatance $\sigma_{cd}$ | MPa | 14 | 36 | 42 | 50 | 47,7 | 24,5 | 17 |
| | × $R_c$ | 0,51 | 0,94 | 0,94 | 0,87 | 0,88 | 0,76 | 0,64 |
| module de compressibilité $K$ | MPa | *NL* | 2 850 | 3 600 | 4 300 | 3 700 | 2 780 | 1 410 |

**# disfonctionnement.**
**Les déformations sont mesurées à l'aide de jauges collées (la base de mesure des déformations par jauge est de 10 mm).**

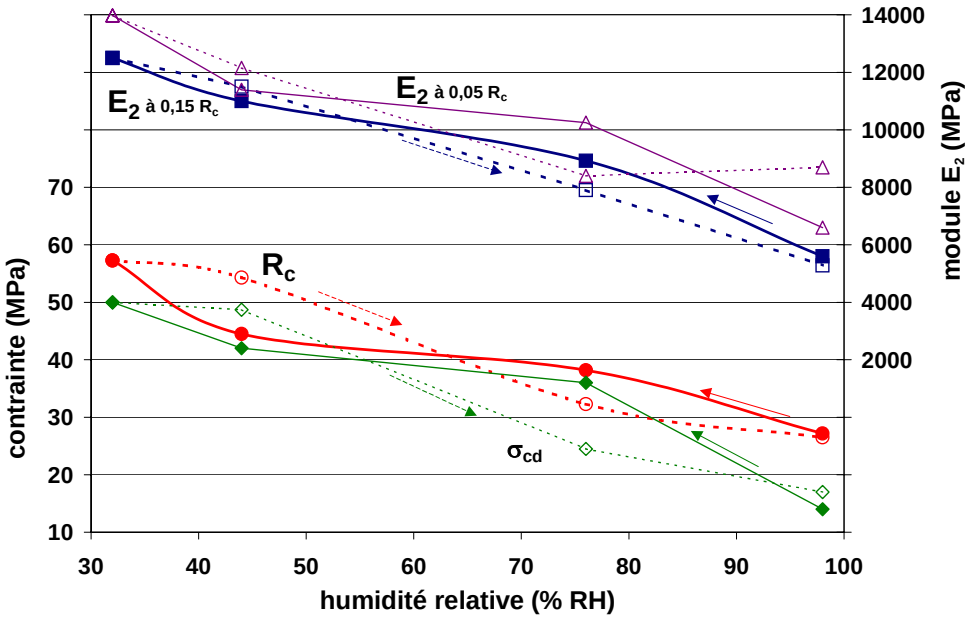



**(a) désaturation par paliers.**

**(b) resaturation par paliers.**

**Figure 14.1 - Courbes $\sigma$–$\varepsilon$ pour les quatre humidités relatives selon les chemins de (a) désaturation et de (b) resaturation.**

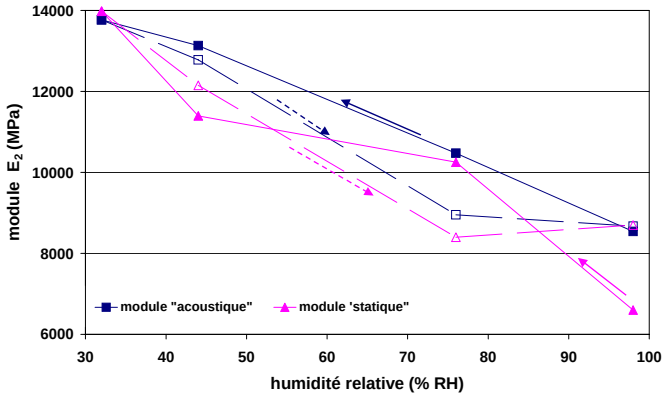
**A 44% RH en désaturation, la jauge axiale n'ayant pas fonctionné correctement, nous avons reporté les valeurs des déformations établies à partir du comparateur (LVDT) ce qui se traduit par un décalage des déformations axiales dû à la mise en place des plateaux de compression.**




**(a) paramètres en fonction de l'humidité relative.**

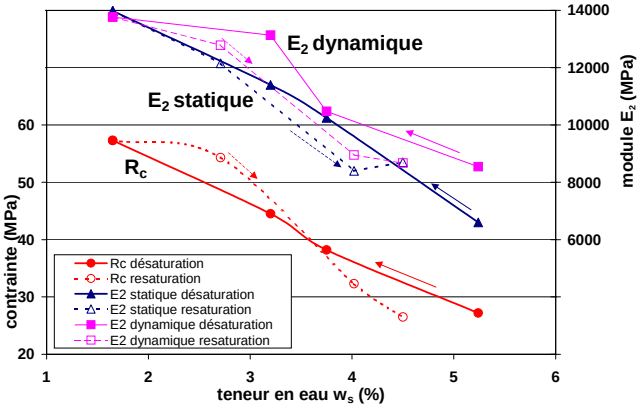
désaturation
resaturation

Les flèches indiquent le sens des succions successives.

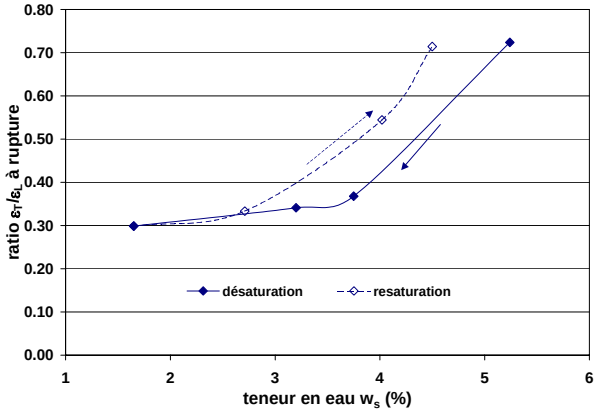



les modules statiques sont ceux déterminés au premier cycle de décharge soit à 0,05 $R_c$.

**(b) modules *acoustique* et *statique* en fonction de l'humidité.**

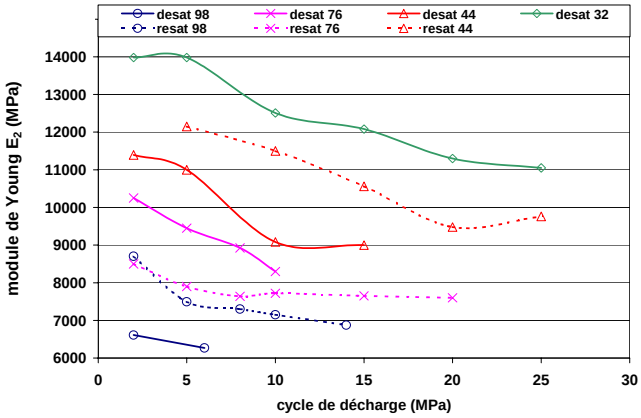


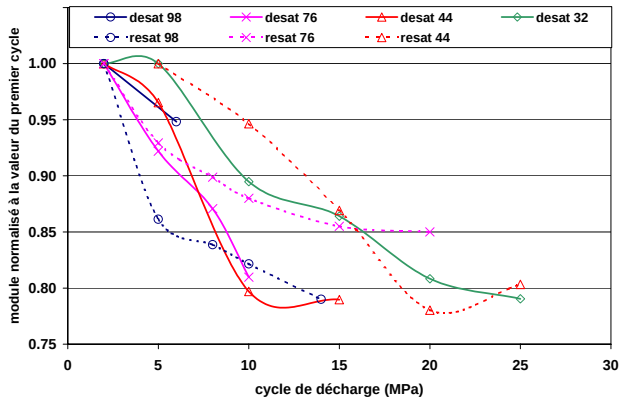

**(c) paramètres en fonction de la teneur en eau $w_s$.**



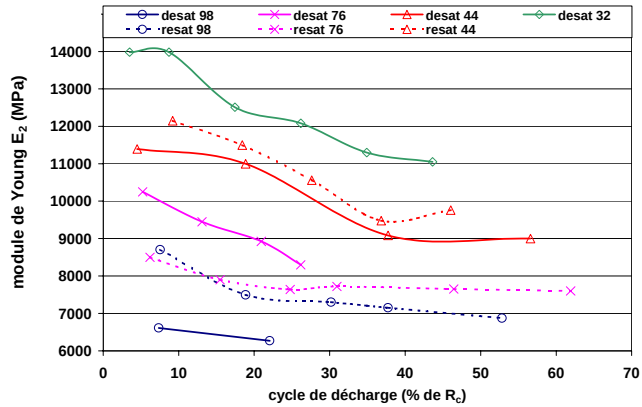

**(d) ratio $\varepsilon_T/\varepsilon_L$ à rupture en fonction de la teneur en eau $w_s$.**

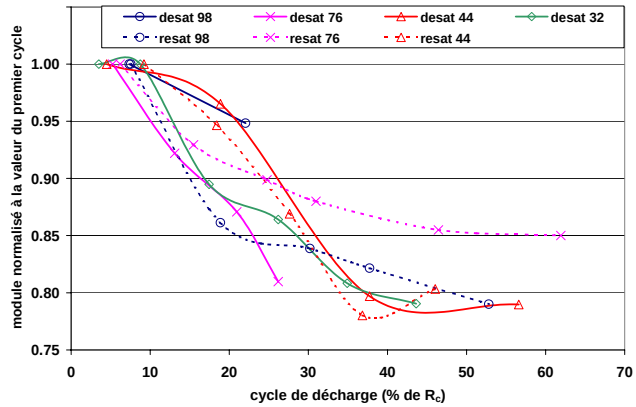
**Figure 14.2 – Paramètres mécaniques en fonction de l'état hydrique au cours du cyclage [ini→98⇆32% RH].**




**(a) évolution du module de Young et du module de Young adimensionné (par rapport à la valeur du premier cycle) en fonction de la contrainte du cycle de décharge.**




**(b) évolution du module de Young et du module de Young adimensionné (par rapport à la valeur du premier cycle) en fonction de la contrainte normalisée (par rapport à $R_c$) du cycle de décharge.**

**Figure 14.3 – Evolution du module de Young et du module de Young adimensionné en fonction de la contrainte et de la contrainte normalisée par rapport à $R_c$, pour les différents états hydriques.**

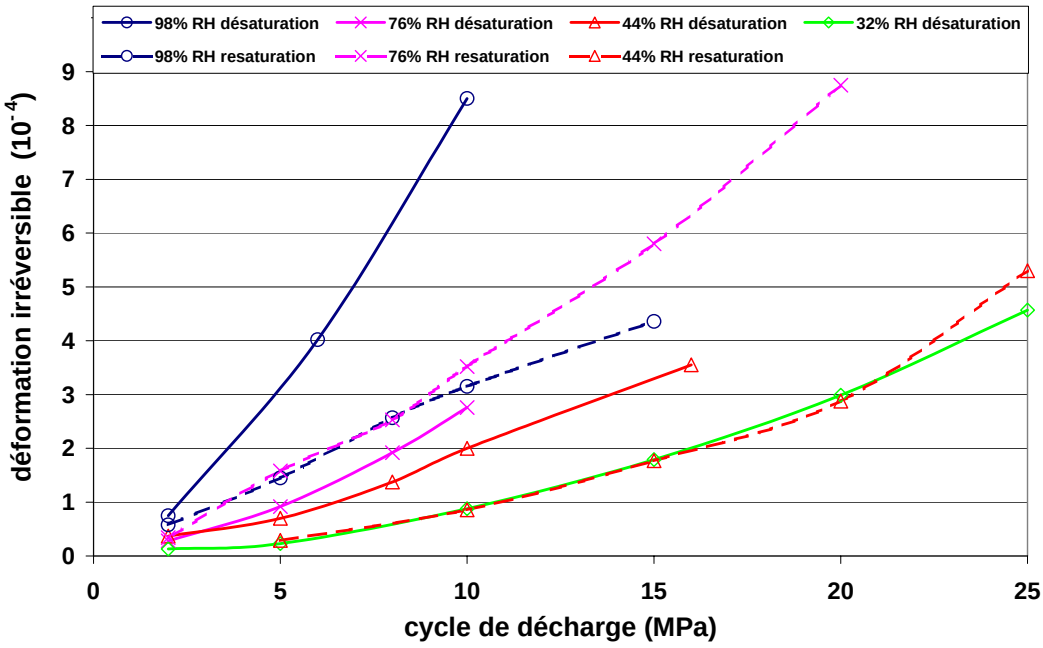



**Figure 14.4 - Déformations irréversibles en fonction du cycle de décharge pour les différents états hydriques.**

# 14.2 - Influence de l'anisotropie structurelle sur le comportement mécanique

Après l'investigation précédente du comportement mécanique dans le cas d'un chargement appliqué perpendiculairement à la stratification, nous cherchons maintenant à analyser l'influence de la direction de chargement par rapport à cette stratification en réalisant des essais sur des éprouvettes orientées selon les angles $\theta = 0, 45$ et $90°$ *(cf.* Figure 7.1-c*)*.
L'état hydrique considéré est celui consécutif à une humidité de 76% RH. Etant donnée la forte influence de l'état hydrique sur le comportement mécanique, les tendances mises en évidence pour l'humidité de 76% RH ne peuvent pas être extrapolées à l'ensemble des états hydriques.
Les essais sont menés sur des éprouvettes de la cellule *F* dont la teneur en eau $w_s$ est proche de 4,15% à cette hygrométrie (Tableau 14.3) et qui contient légèrement moins d'argiles que la cellule *B* mise en œuvre au *Chapitre 13*. De plus, sur les éprouvettes de la cellule *F*, nous n'avons pas observé de fissure consécutive à la succion d'humidité 76% RH.

La méthodologie est identique à celle du *Chapitre 13* : les déformations sont mesurées à l'aide des jauges collées, du comparateur et de l'extensométrie optique aux échelles Macro et Micro DIC, sur deux méplats diamétralement opposés ; le chargement mécanique est uniaxial et monotone sans cycles. Pour $\theta \neq 90°$, deux jauges orthoradiales ($T_{maxi}$ et $T_{mini}$) sont collées selon la Figure 7.3, ce qui permet :

- dans le cas $\theta = 0°$, de mesurer les déformations parallèlement et perpendiculairement à la stratification,
- dans le cas $\theta = 45°$, de mesurer les déformations par rapport au repère de l'éprouvette (soit hors axes de la stratification).

Les déformations volumiques $\varepsilon_{volumique}$ des éprouvettes cylindriques sont estimées à partir des Equations 7.10 et 7.11 sous hypothèse de petites déformations.

## 14.2.1 - Réponse mécanique globale

Pour les trois angles entre stratification et direction de chargement, les courbes $\sigma$–$\varepsilon$ macroscopiques établies à partir des différentes instrumentations en déformations sont données par la Figure 14.5 et les paramètres mécaniques extraits sont recensés dans le Tableau 14.3.
Il existe une très bonne concordance entre les valeurs de déformation obtenues à partir des jauges (de longueur 10 mm) et par extensométrie Macro DIC (zone d'intérêt = intégralité du méplat ; base de mesure des déformations = 3,6 mm). Ceci montre l'homogénéité des éprouvettes de la cellule *F* et à 76% RH, homogénéité due aux absences d'hétérogénéités minéralogiques macroscopiques et de fissures *pré-existantes* et *hydriques*.

**La réponse mécanique est clairement influencée par l'angle entre le chargement et la stratification** (Figure 14.5). Bien que l'influence de l'anisotropie se devrait d'être étudiée avec des angles supplémentaires (*30* et *60°* par exemple), certaines tendances semblent se dégager :

- il ne semble pas y avoir une phase de serrage initial, ce qui peut être corroboré à l'absence de fissures *hydriques* pour cette cellule.

- avec la même réserve que celle émise au *Chapitre 13* sur l'estimation de l'élasticité sans cycle de charge/décharge, il semble apparaître **une phase d'élasticité fortement non linéaire pour les orientations $\theta = 0$ et $45°$ et faiblement non linéaire jusqu'à 15 MPa pour la direction $\theta = 90°$.** Toutefois, nous estimons des modules pour des niveaux de contrainte proches de 8 MPa (soit 0,2 $R_c$) à partir des tangentes aux courbes. Il ne s'agit pas de valeurs intrinsèques mais d'éléments établis dans une but comparatif. Les modules $E_1$ (// stratification, de l'ordre de 9 900 MPa) et $E_2$ ($\perp$

stratification, proche de 4 600 MPa) présentent une anisotropie de l'ordre d'un facteur $\frac{E_1}{E_2}\approx 2$ pour ce niveau d'hygrométrie (Tableau 14.3). Fabre [FAB 05] obtient un rapport plus faible sur une cellule prélevée à 475 m (dans la même zone médiane, à 6 mètres de profondeur supplémentaires que la cellule *F*) à l'état hydrique initial soit $E_1$ = 7 120 MPa et $E_2$ = 4 970 MPa (soit $\frac{E_1}{E_2}\approx 1{,}4$). A titre d'exemple, l'argilite de Tournemire plus raide avec une anisotropie mécanique marquée [REJ 99] et investiguée sur une large plage de degré de saturation [VAL 04], présente une anisotropie des modules, dépendante du degré de saturation (le rapport des modules variant de 6 pour l'état quasi saturé, à 1,5 – 2 pour des états fortement désaturés, *cf. Annexe F*).

- jusqu'au seuil de contraction maximale $\sigma_{cd}$ (qui apparaît peu dépendant de l'orientation et qui est de l'ordre de 26 MPa), les déformations volumiques sont linéaires et contractantes pour $\theta = 45$ *et* $90°$, et quasi nulles (isochores) pour $\theta = 0°$.

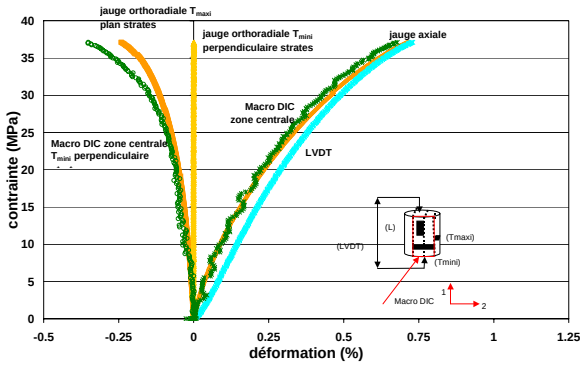
**- par contre, la résistance $R_c$ dépend clairement de l'orientation de la stratification par rapport à la contrainte appliquée** (Figure 14.6) avec un minimum pour $\theta = 45°$ et un maximum pour $\theta = 0°$. La forme de la dépendance de $R_c$ avec l'orientation (Figure 14.6-a) est conforme aux constatations effectuées par Ramamurthy [RAM 93] selon une dépendance de type "*Shoulder*" fréquemment rencontrée dans les formations schisteuses (comme illustré en Figure 12.6). Les déformations axiales à rupture et les déformations volumiques sont de la même manière, dépendantes de l'orientation des éprouvettes (Figure 14.6-b). La déformabilité plus importante pour $\theta = 90°$ pourrait être en partie due à de l'écrasement inter-strates, ce qui pourrait aussi expliquer le module d'élasticité plus faible pour cette direction que pour l'orientation $\theta = 0°$.

Pour $\theta = 45°$, les déformations orthoradiales peuvent être assez importantes (de l'ordre de 0,35% à la rupture) ; ceci pourrait être la conséquence de glissements le long des strates, favorisés par la configuration à $45°$ par rapport à la contrainte. Ce phénomène serait *a priori* plus important pour des états plus humides, l'eau favorisant ce glissement par une cohésion moindre en présence d'eau par rapport aux états secs comme cela a été mis en évidence par Valès *et al.* [VAL 04] sur l'argilite de Tournemire.

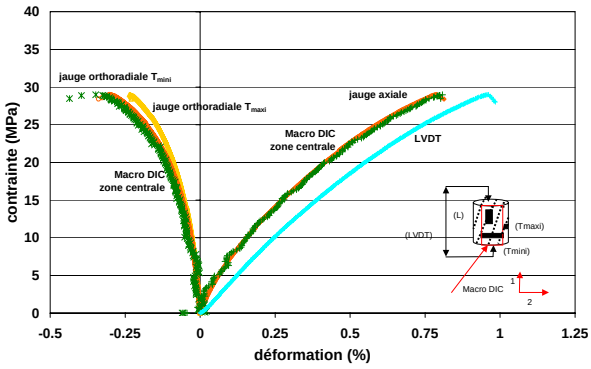
**Tableau 14.3 – Paramètres mécaniques pour les trois directions au palier hydrique de 76% RH.**

| orientation | | $\theta = 0°$ | $\theta = 45°$ | $\theta = 90°$ |
|---|---|---|---|---|
| teneur en eau après succion $w_s$ | % | 4,23 | 4,12 | 3,75 |
| teneur en eau normalisée $\widetilde{w}_s$ * | - | 0,70 | 0,67 | 0,65 |
| module de Young ** | MPa | $E_{0°}=E_1$ = 9 920 | $E_{45°}$= 5 980 | $E9_{0°}=E_2$ = 4 600 |
| coefficient de Poisson ** | - | $\nu_1$ = 0,18 | - | $\nu_2$ = 0,15 |
| apparition des non-linéarités axiales $\sigma_{NL\,L}$ | MPa | 5 | 0 | 15 |
| apparition des non-linéarités latérales $\sigma_{NL\,T}$ | MPa | $\perp(T_{mini})$ : 20<br>$//(T_{max})$ : 15 | 10 | 10 |
| seuil de dilatance $\sigma_{cd}$ | MPa | 25 | 24 | 26,5 |
| résistance $R_c$ | MPa | 37 | 29 | 33,5 |
| $\varepsilon_L$ à rupture | % | 0,71 | 0,82 | 1,16 |
| $\varepsilon_T$ à rupture | % | $\varepsilon_{\perp(Tmini)}$= #<br>$\varepsilon_{//(Tmax)}$ = 0,25 | $\varepsilon_{Tmin}$ = 0,35<br>$\varepsilon_{Tmax}$ = 0,23 | $\varepsilon_{//}$ = 0,30 |

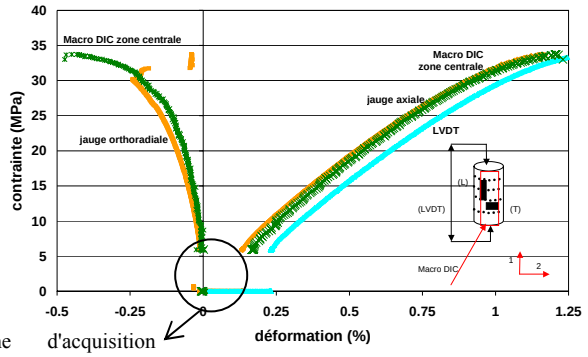
*** la teneur en eau $\widetilde{w}_s$ est estimée avec l'hypothèse que la roche est saturée pour une hygrométrie de 98%RH, soit pour la carotte *F7*, une teneur en eau à saturation de 5,64%.**
**** les modules de Young et les coefficients de Poisson sont estimés par la pente de la tangente à la courbe $\sigma$–$\varepsilon$ monotone pour un chargement de 8 MPa.**
**# jauge défectueuse ou valeur non déterminée.**




**(a) $\theta = 0°$.**

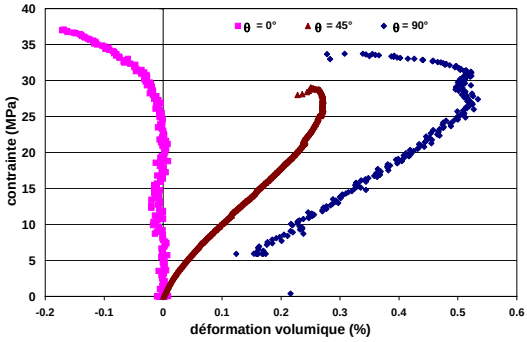



**(b) $\theta = 45°$.**




problème d'acquisition des données en début d'essai

**(c) $\theta = 90°$.**




**(d) déformation volumique.**

**Figure 14.5 – Courbes $\sigma$–$\varepsilon$ et $\varepsilon_{volumique}$–$\varepsilon_{axiale}$ pour les trois directions à l'état hydrique 76% RH.**

**Les échelles sont volontairement identiques pour les trois orientations afin de faciliter des comparaisons visuelles. Les courbes vertes correspondent aux déformations mesurées en Macro DIC sur une zone globale de l'éprouvette (correspondant au méplat). Les oscillations périodiques visibles par exemple pour $\theta = 0°$ sur les déformations axiales Macro DIC correspondent à des artefacts (approximations et effet de moiré comme décrit à l'*Annexe E1*).**

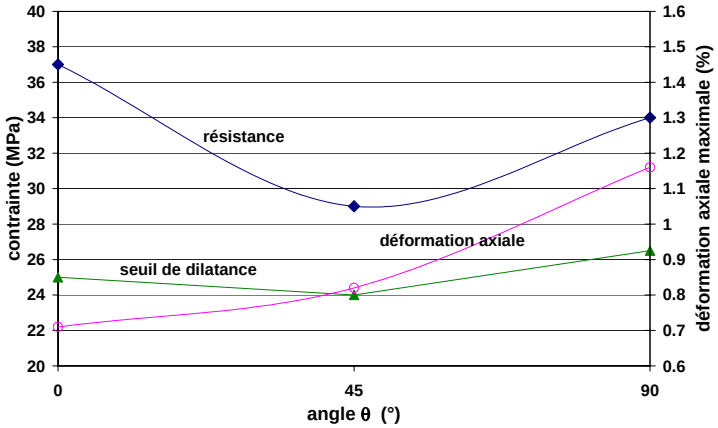



**Figure 14.6 – Paramètres de rupture en fonction de l'orientation de l'éprouvette pour l'état à 76% RH.**

### 14.2.2 - Distribution spatiale des déformations

A l'identique de la démarche multi-échelles mise en œuvre au *Chapitre 13* pour la direction $\theta = 90°$, nous cherchons à mettre en évidence des éventuelles localisations des déformations aux échelles Macro et Micro. Pour ces deux échelles d'observations, nous distinguons *de visu* des dispositions privilégiées des phases minérales orientées selon la stratification[18] (Figure 14.7 et Figure 14.9). Toutefois, il convient de rester prudent car des artefacts de polissage auraient pu être introduits, conduisant à cette illusion d'optique, même s'il apparaîtrait étonnant que ces orientations coïncidassent systématiquement avec l'angle de stratification.

#### 14.2.2.1 - Champs de déformation globaux (Macro DIC)

Les cartographies des déformations Macro DIC sont présentées en Figure 14.7. Les données des directions $\theta = 0$ et $45°$ comportent des effets de moiré qui illusionnent des fausses localisations de déformation comme expliqué en *Annexe E*. L'essai à $\theta = 90°$ ne présente pas ces perturbations ce qui, malgré des conditions d'imagerie identiques aux deux autres directions, peut s'expliquer par le niveau globalement plus élevé des déformations, ce qui améliore les calculs de corrélation (approximations moins prépondérantes). Toutefois, malgré ces imprécisions, nous émettons des tendances qui semblent se dégager des premières données d'essai.

Pour l'orientation $\theta = 90°$, les déformations présentent des hétérogénéités sous forme de bandes orientées dans les plans horizontaux des strates (Figure 14.7) comme précédemment à la même hygrométrie pour la cellule *B* (*cf. Chapitre 13*). Ces localisations peuvent être associées à du compactage privilégié en deçà de 10-15 MPa, et sont peu visibles pour des chargements plus élevés comme l'illustrent les Figure 14.7 et Figure 14.8 avec des images de référence pour la corrélation, respectivement à 0 et 15 MPa. Postérieurement à cette phase de compactage, les déformations mésoscopiques apparaissent relativement homogènes. Puis, à partir de 25 MPa, des hétérogénéités macroscopiques sont visibles : la moitié inférieure de l'éprouvette est le siège de déformations plus importantes que la moitié supérieure (par exemple, à 30 MPa, les déformations moyennes sont de l'ordre de 1,5% dans la partie inférieure et de 0,5% dans l'autre moitié - Figure 14.7). La rupture finale semble s'initier à partir de la zone inférieure concentrant les déformations (Figure 14.8).

Pour la direction $\theta = 0°$, de fortes hétérogénéités de déformation semblent se mettre en place dès les premiers stades de chargement selon des schémas dépendant du niveau de chargement (Figure 14.7) :

- en deçà de 10 MPa : des déformations de l'ordre de 0,35% à 10 MPa, paraissent se concentrer dans une bande horizontale centrale (perpendiculaire donc à la stratification). A l'extérieur de cette bande, le niveau des déformations est faible (de l'ordre de 0,05%).
- pour la gamme 10-25 MPa, les déformations se concentrent dans cette bande centrale, le reste de l'éprouvette se déformant moins et de façon homogène.
- au delà, plusieurs zones de déformation importante apparaissent, toujours avec une orientation horizontale. Dans la phase finale avant rupture (0,95 $R_c$), une bande orientée à $45°$ apparaît, concentre de fortes déformations (de l'ordre de 1%) et est le siège de la ruine finale de l'éprouvette par apparition d'une fissure.

Les déformations volumiques (Figure 14.5-d) sont quasi nulles jusqu'à l'apparition de plusieurs bandes de localisation macroscopique à partir de 25 MPa ; elles deviennent alors dilatantes.

Pour l'éprouvette orientée à $\theta = 45°$, un artefact de moiré est suspecté et il est alors difficile de se prononcer sur la pertinence des localisations spatiales des déformations qui apparaissent tout le long du chargement (Figure 14.7). Les déformations volumiques sont contractantes quasiment jusqu'à la rupture (Figure 14.5-d) ; la dilatance finale est associée à l'écaillage visible sur une zone étendue dans le quart inférieur gauche de l'éprouvette.

[18] La stratification est repérée par les célérités ultra-sonores selon les remarques formulées au *§ 7.1*.

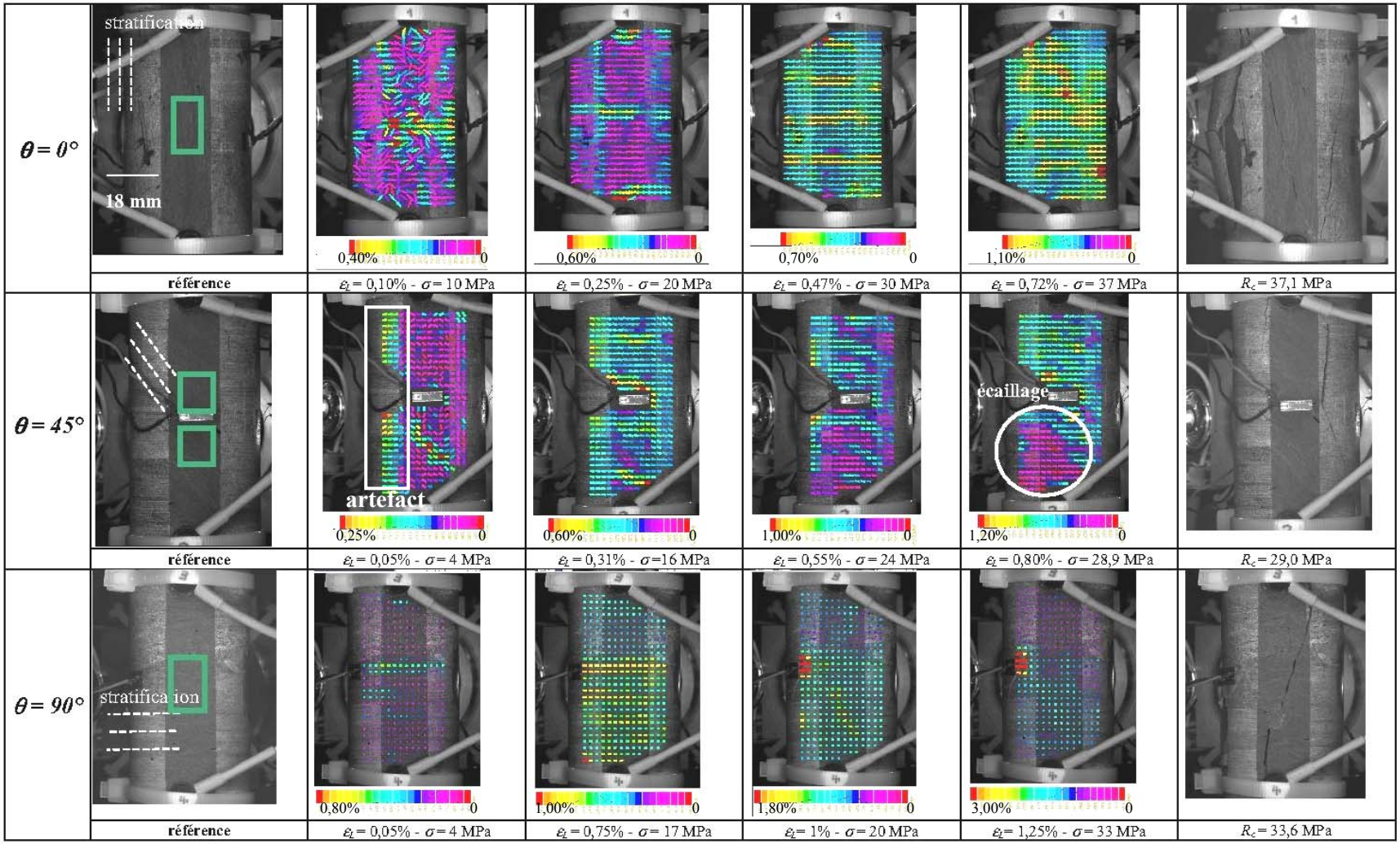



**Figure 14.7 - Cartographies des déformations et fractographies pour les trois directions à l'état hydrique 76% RH (Macro DIC).**

**La déformation axiale $\varepsilon_L$ mentionnée correspond aux données de la zone centrale verte en Macro DIC et la contrainte $\sigma$ est la contrainte macroscopique uniaxiale.**

**Des effets de moiré sont présents pour les directions $\theta$=0 et 45°. De plus, dans le cas $\theta$=45°, à 4 MPa, nous pouvons remarquer un artefact lors du calcul des déformations dû à la géométrie cylindrique en marge du méplat, qui conduit à une erreur de grandissement qu'il convient de ne pas interpréter comme des déformations locales (*cf. Annexe E1*).**

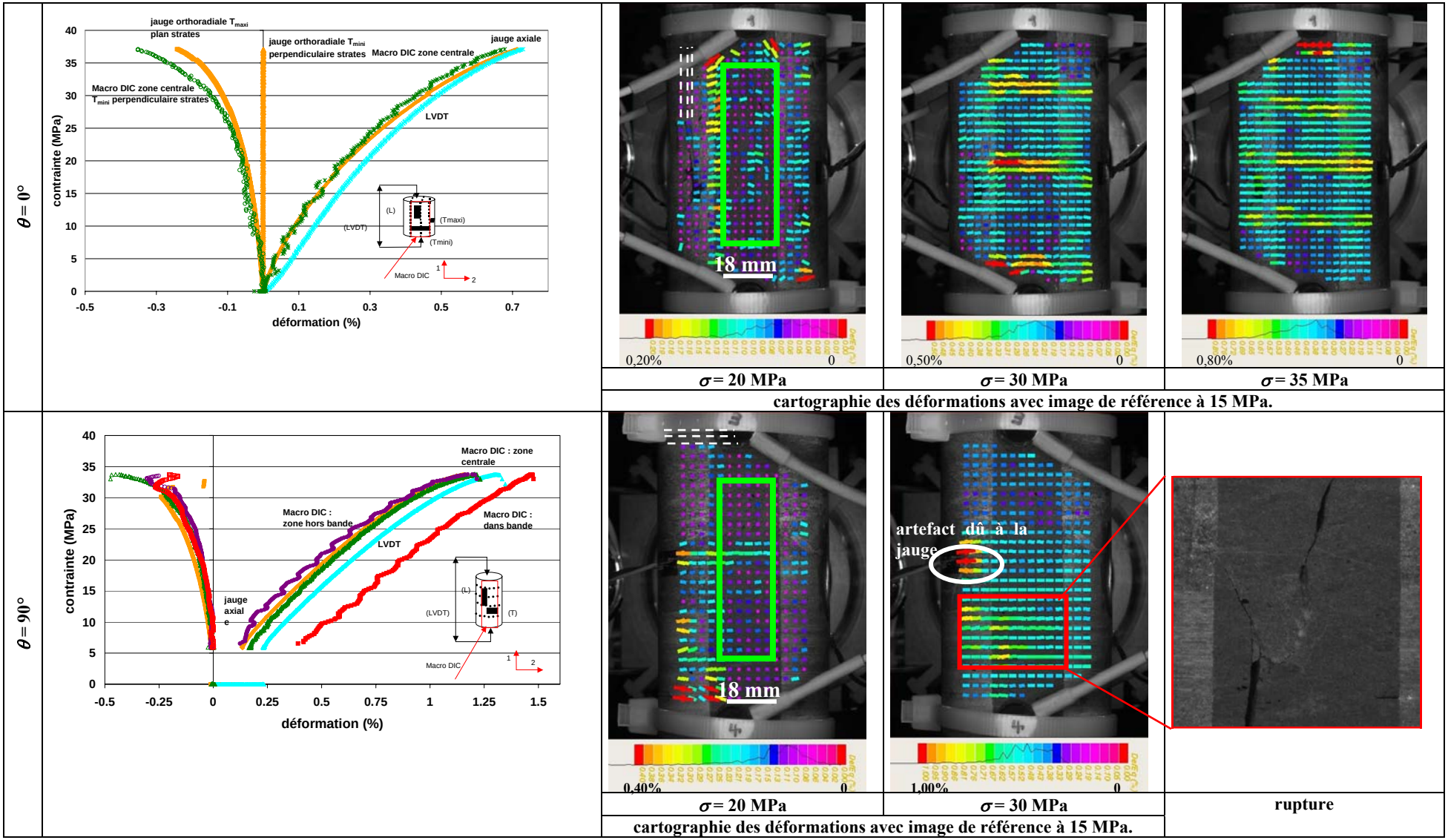



**Figure 14.8 - Cartographie des déformations équivalentes avec référence de corrélation à 15 MPa (Macro DIC).**

#### 14.2.2.2 - Champs de déformation locaux (Micro DIC)

Les champs investigués à l'échelle Micro ont des tailles de 1,5×1,5 mm$^2$, en position centrale sur la hauteur de l'éprouvette. Ces champs présentent une microstructure distribuée de façon homogène en terme de grains minéraux (quartz-carbonates) dans la matrice argileuse, excepté pour l'orientation $\theta = 45°$, qui comporte une zone fortement minérale dans le quadrant inférieur gauche. Les cartographies des déformations équivalentes sont établies pour les trois orientations à différents niveaux de contrainte macroscopique, exprimés aussi en pourcentage de la résistance (Figure 14.9). Le phénomène de moiré observé à l'échelle Macro DIC est moins sensible à cette échelle (seul dans le cas $\theta = 0°$, à faible déformation macroscopique, du moiré est visible). A partir de ces cartes, sont extraites les déformations de zones d'intérêt (champ global, zones à dominance minéralogique …) qui sont reportées sur des courbes $\sigma_{macroscopique}$-$\varepsilon_{locale}$ (Figure 14.10).

Ainsi, il apparaît clairement que :

- malgré des hétérogénéités de distribution spatiale des déformations visibles pour les trois orientations à l'échelle Micro DIC à l'intérieur des champs de 1,5×1,5 mm$^2$ (Figure 14.9), il existe une très bonne concordance entre les déformations obtenues par jauge et par extensométrie Macro DIC sur la zone globale (18×60 mm$^2$) et Micro DIC sur l'intégralité du champ (1,5×1,5 mm$^2$) comme illustré en Figure 14.10. Ceci tend à signifier que, pour cette cellule et à cette succion, les champs observés sont en taille et position, représentatifs du comportement macroscopique.

- **des hétérogénéités de déformation à l'échelle locale Micro DIC se mettent en place dans les premiers stades de chargement (inférieur à 0,3 $R_c$) et restent localisées dans ces zones** par la suite (Figure 14.9). Pour $\theta = 0$ et $90°$, cette localisation de déformation se superpose aux hétérogénéités microstructurales constitutives de la roche en termes de nature des phases dominantes ; en ce sens, ces cartes ressemblent à celles obtenues sur la cellule *B* pour les états désaturés (se reporter aux Figure 13.23 et Figure 13.25). Pour $\theta = 45°$, en plus de cette superposition des déformations vis-à-vis des hétérogénéités microstructurales (y compris la zone fortement minérale), des localisations des déformations autres semblent effectives sous forme de bandes orientées à 45° et parallèles à la stratification. L'observation de ces bandes à l'échelle Micro confirme la suspicion de bandes à l'échelle Macro avec une même orientation (Figure 14.7) (l'artefact de moiré à l'échelle Macro ne permettait pas d'en affirmer précisément l'existence).

- **pour une même contrainte macroscopique, les zones à dominance d'argiles sont systématiquement plus déformables que les zones à forte présence de minéraux quartz-carbonates** (Figure 14.10) ; ceci reste vrai tout le long du chargement comme l'illustre le ratio $\chi$ (Figure 14.11). Les courbes $\sigma$–$\varepsilon$ par phase montrent que, pour un niveau de chargement donné (en deçà de la dilatance finale, soit en deçà de 0,80 $R_c$), **les déformations des zones argileuses sont systématiquement plus importantes pour l'orientation $\theta = 90°$ que pour $\theta = 0°$. Ce point conforte l'idée d'une compaction plus importante des zones fortement argileuses dans le cas où le chargement est perpendiculaire à ces derniers**. Sans que nous puissions les mettre en évidence à cette échelle, nous pouvons supposer que se produisent des mécanismes tels que des écrasements et des rotations des agrégats argileux orientés respectivement favorablement et défavorablement par rapport au chargement.

- malgré une importante dispersion des déformations volumiques, les zones à forte présence de minéraux quartz-carbonates semblent avoir un comportement contractant jusqu'à rupture pour les trois orientations testées, alors que les zones à dominance argileuse semblent présenter, après une phase de contractance, un caractère dilatant à partir de 1,2% de déformation axiale locale (Figure 14.10).

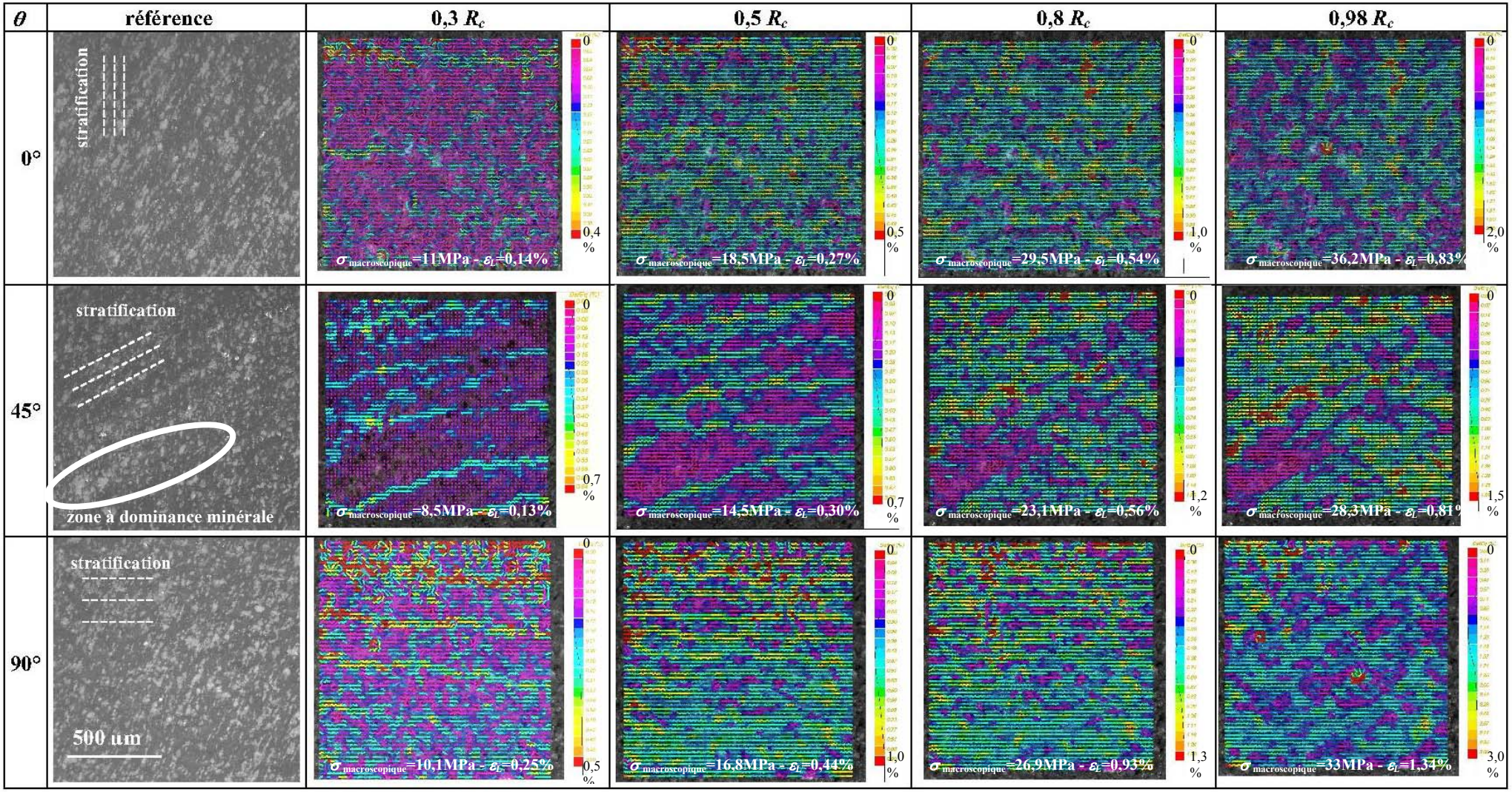



**Figure 14.9 - Cartographies des déformations équivalentes à différents stades de chargement selon l'orientation (Micro DIC).**

**Pour chaque carte, sont mentionnées la contrainte macroscopique et les déformations axiales macroscopiques.**

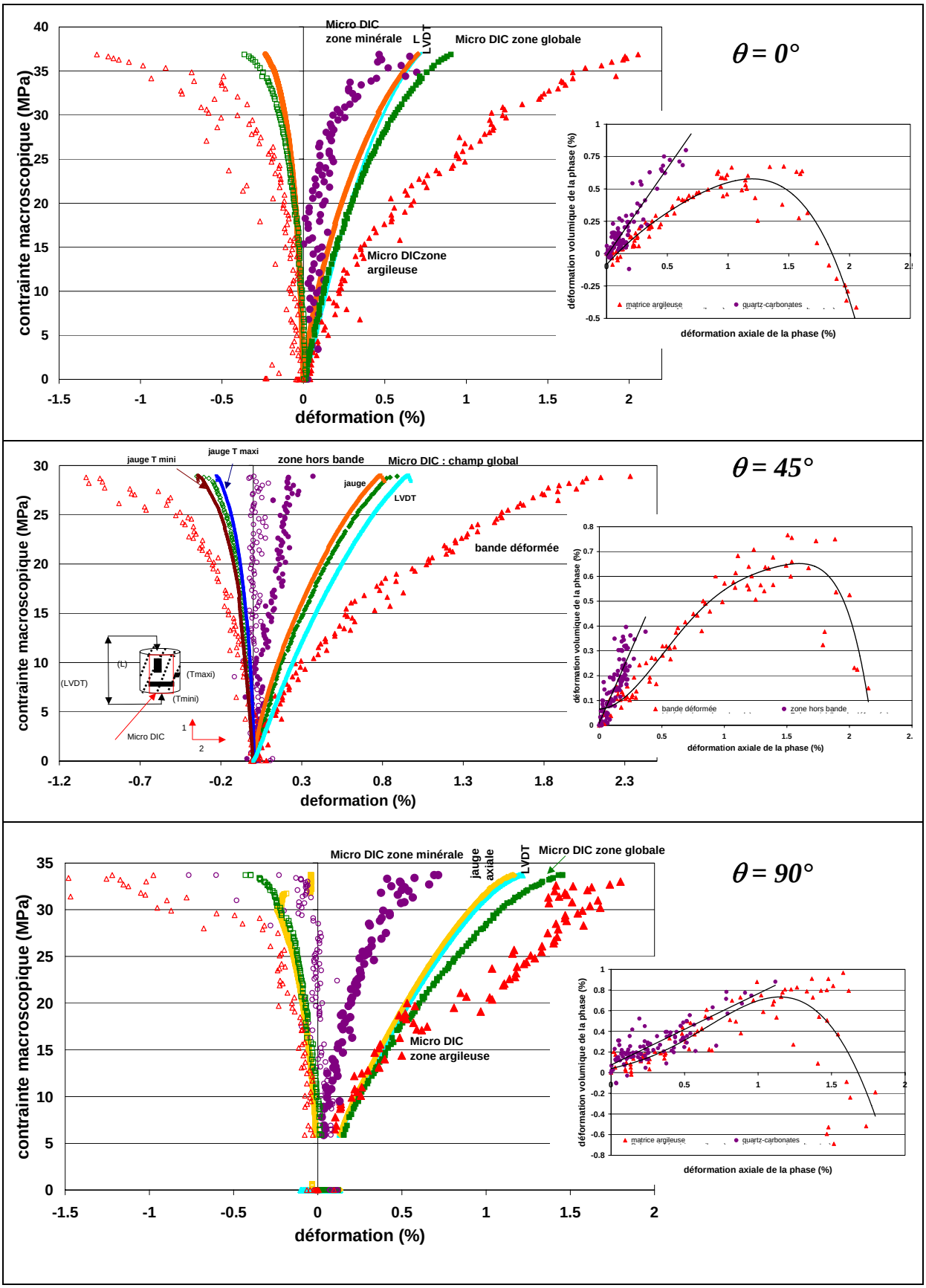



**Figure 14.10 - Courbes caractéristiques $\sigma_{macroscopique}$–$\varepsilon_{locale}$ par zones d'intérêt selon l'orientation (Micro DIC).**

$$\chi = \frac{\varepsilon_{matrice\ argileuse}}{\varepsilon_{quartz-carbonates}}$$

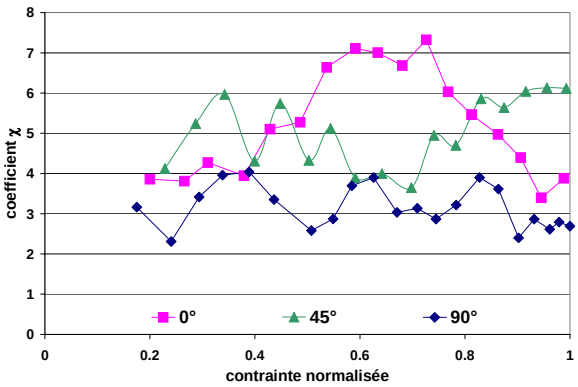



**Figure 14.11 – Coefficient χ selon l'orientation (Micro DIC).**
**Pour chaque zone à une phase minéralogique dominante, les déformations sont estimées sur une quinzaine de zones.**

### 14.2.2.3 - Synthèse des modes de déformations

**Des hétérogénéités de déformation sont visibles aux différentes échelles complémentaires investiguées.**
**Pour les orientations $\theta = 0$ et $90°$, des hétérogénéités macroscopiques perpendiculaires au chargement se mettent en place dès le début du chargement et sont le siège de localisations persistantes lorsque la charge augmente. A l'échelle plus fine, sur les champs analysés, des hétérogénéités des déformations se superposent aux hétérogénéités de distribution des différentes phases minéralogiques.** Pour ces deux directions, les zones à fort taux d'argiles sont plus déformables que les zones minérales, et présentent de la dilatance au delà de 25 MPa de contrainte macroscopique. **La déformabilité des zones argileuses est maximale lorsque le chargement et la stratification sont perpendiculaires.** Il serait intéressant de réaliser des observations sous chargement mécanique aux échelles des agrégats argileux (échelle sub-micrométrique) afin de mettre en évidence des compactions locales avec des éventuelles rotations. Ceci pourrait être réalisé au moyen d'essais mécaniques *in situ* au microscope électronique à balayage.
**Pour l'orientation $\theta = 45°$, des hétérogénéités des déformations semblent associées à la stratification de la roche, soit selon des bandes orientées à 45° par rapport au chargement**. Malheureusement, les données acquises sont entachées d'effets de moiré qui ne permettent pas de certifier un tel mode de déformation.

### 14.2.3 - Endommagement et rupture

**L'activité acoustique est très dépendante de l'angle entre la stratification et le chargement** (Figure 14.12). En effet, une activité importante est visible pour $\theta = 90°$ (80 signaux *EA* avant $R_c$) alors qu'elle est réduite pour $\theta = 0°$ (10 signaux *EA* avant $R_c$) et quasi-nulle pour $\theta = 45°$ (2 signaux *EA* avant $R_c$). Pour chacune des trois orientations, les essais ont été doublés et fournissent des résultats identiques, ce qui leur confère une certaine fiabilité.
Les écarts de nombre *EA* suggèrent **l'activation de mécanismes différents en termes de modes d'endommagement selon l'orientation** :

- pour $\theta = 0°$, à 20 MPa, un événement acoustique de rapport *RA* élevé correspond à l'apparition des non-linéarités des déformations orthoradiales (soit perpendiculaires à la stratification), ce qui est révélateur d'un changement de comportement (Figure 14.12). Il s'agit probablement d'une fissuration unique.

- pour l'orientation $\theta = 90°$, les *EA* sont enregistrées à partir du seuil de dilatance qui est marquée par un fort rapport *RA* (Figure 14.12-c). La dilatance est associée à des signaux de forte énergie comme cela était le cas précédemment pour l'éprouvette *B* au *Chapitre 13*.

- pour l'orientation $\theta = 45°$, les mécanismes de déformation, en particulier les localisations en bande, ne sont pas acoustiquement émissifs (ou leur amplitude est inférieure au seuil de

détection, égal à 32 dB). Le seul signal détecté est d'énergie moyenne et peut, d'après son temps d'arrivée, être associé à l'écaillage observé lors des mesures en Macro DIC.

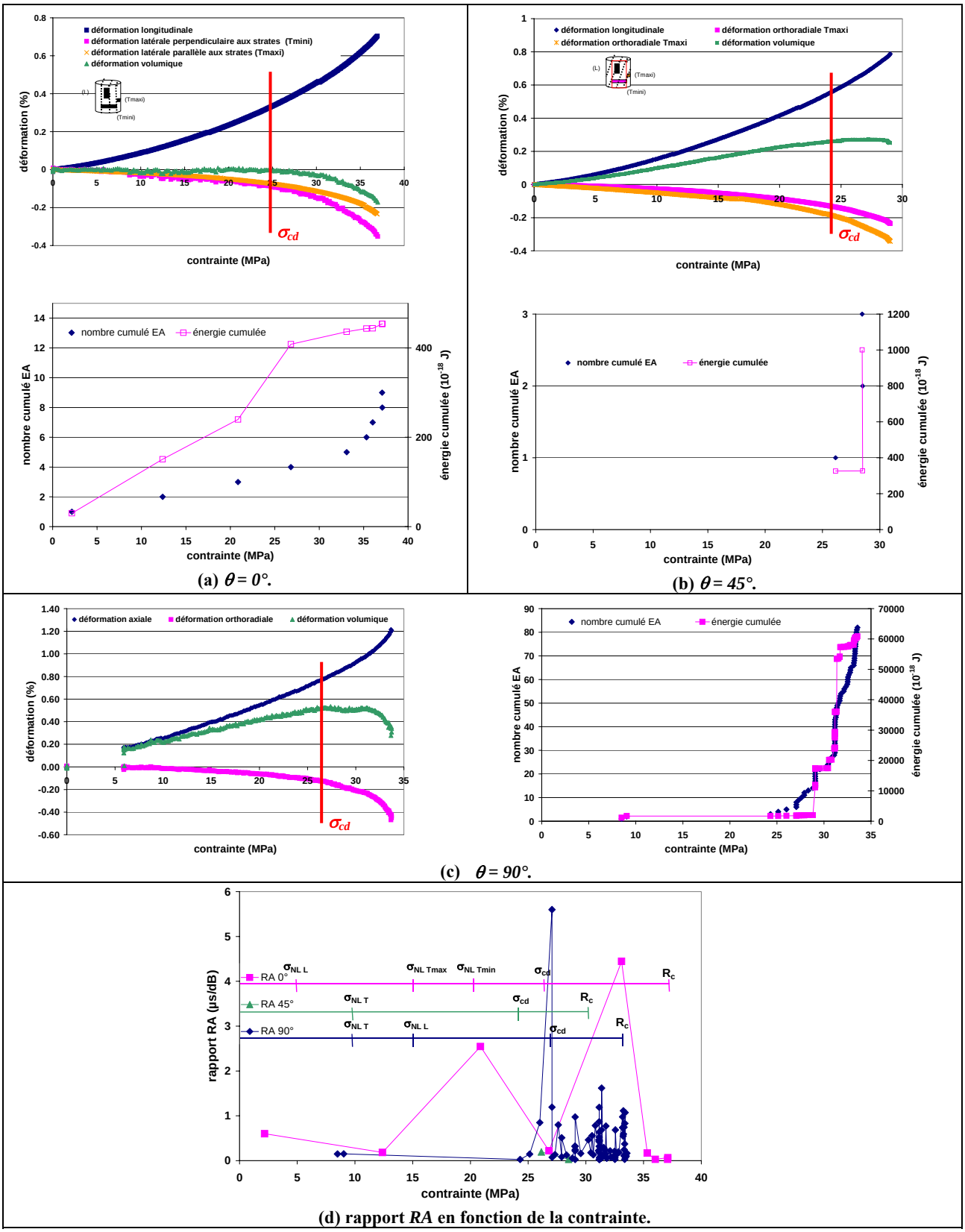
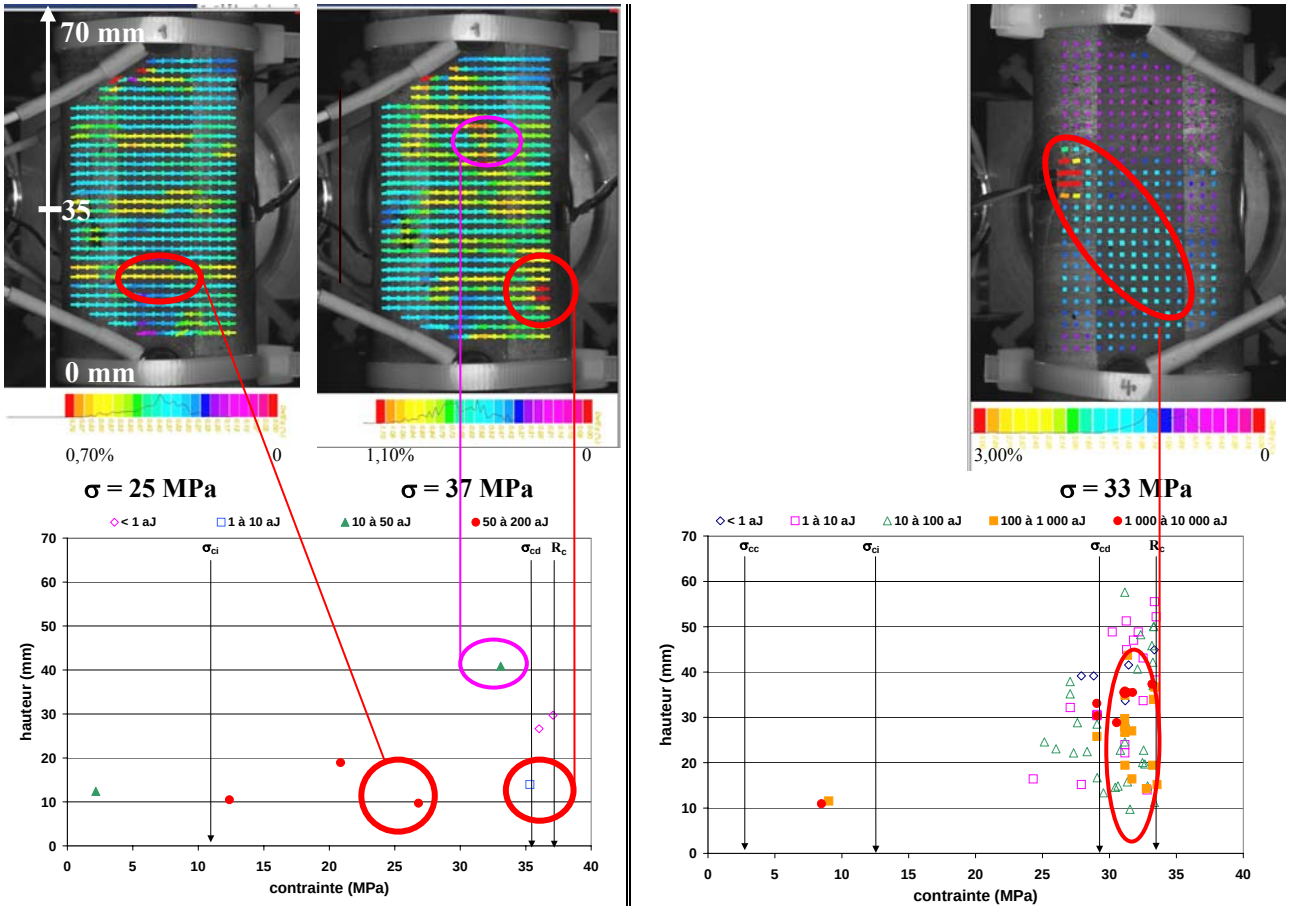



**Figure 14.12 - Signatures acoustiques rapportées en fonction de la contrainte pour les trois orientations (76% RH).**

La localisation des sources acoustiques projetées selon une génératrice de l'éprouvette en fonction de la contrainte (Figure 14.13), fournit les renseignements suivants :

- pour $\theta = 90°$, les *EA* sont globalement réparties de façon homogène sur la hauteur de l'éprouvette. Par contre, à partir de 25 MPa (0,80 $R_c$), les positions des pics de forte énergie sont superposées aux fortes déformations visibles en surface de l'éprouvette (soit au delà de 2%). Pour des chargements inférieurs, le nombre réduit d'*EA* ainsi que leur très faible énergie montrent que les bandes localisées de déformation n'ont pas des niveaux suffisants pour induire de l'endommagement.

- pour $\theta = 0°$, les sources *EA* correspondent aux zones de localisation des déformations maximales et sont actives à partir de 1% de déformation locale.




**(a) $\theta = 0°$.** **(b) $\theta = 90°$.**

**Figure 14.13 – Localisation des hypocentres acoustiques.**

**Les formes des symboles des *EA* sont associées à l'énergie des signaux. La position 0 de la hauteur se comprend comme le bas de l'éprouvette dans la position des mesures de déformation par Macro DIC.**

D'après les observations macroscopiques des échantillons rompus (Figure 14.7), **la rupture se produit en colonnettes verticales, par extension** (soit parallèlement aux strates pour $\theta = 0°$ et perpendiculairement aux strates pour $\theta = 90°$). Pour $\theta = 45°$, les plans de rupture se superposent aux plans de stratification, ce qui laisse supposer un mode de cisaillement.

### 14.2.4 - Conclusion sur l'influence de l'orientation

**L'angle entre la stratification et le chargement uniaxial influence fortement la réponse mécanique de l'argilite en termes de résistance et de modes de déformation.**

**Pour $\theta$=0 et 90°, des localisations des déformations semblent se mettre en place précocement sous forme de bandes macroscopiques perpendiculaires au chargement. Plus localement, les déformations apparaissent distribuées selon la répartition minéralogique, avec systématiquement des déformations plus importantes pour les zones à forte présence d'argiles.** Les déformations axiales sont maximales pour $\theta$=90°, ce qui s'explique localement de par la contraction accrue des zones à forte présence d'argiles lorsque celles-ci sont normales au chargement (compaction privilégiée des agrégats argileux).

Pour $\theta$=45°, malgré l'effet de moiré, le mode de déformation semble être du **cisaillement** qui se traduit par des bandes orientées à 45°. Ces bandes sont visibles à la fois globalement et localement ; à cette échelle fine, le glissement semble s'initier préférentiellement dans les zones les plus argileuses, elles-mêmes orientées à 45° de par la configuration de l'essai.

## 14.3 - Influence de la minéralogie des éprouvettes

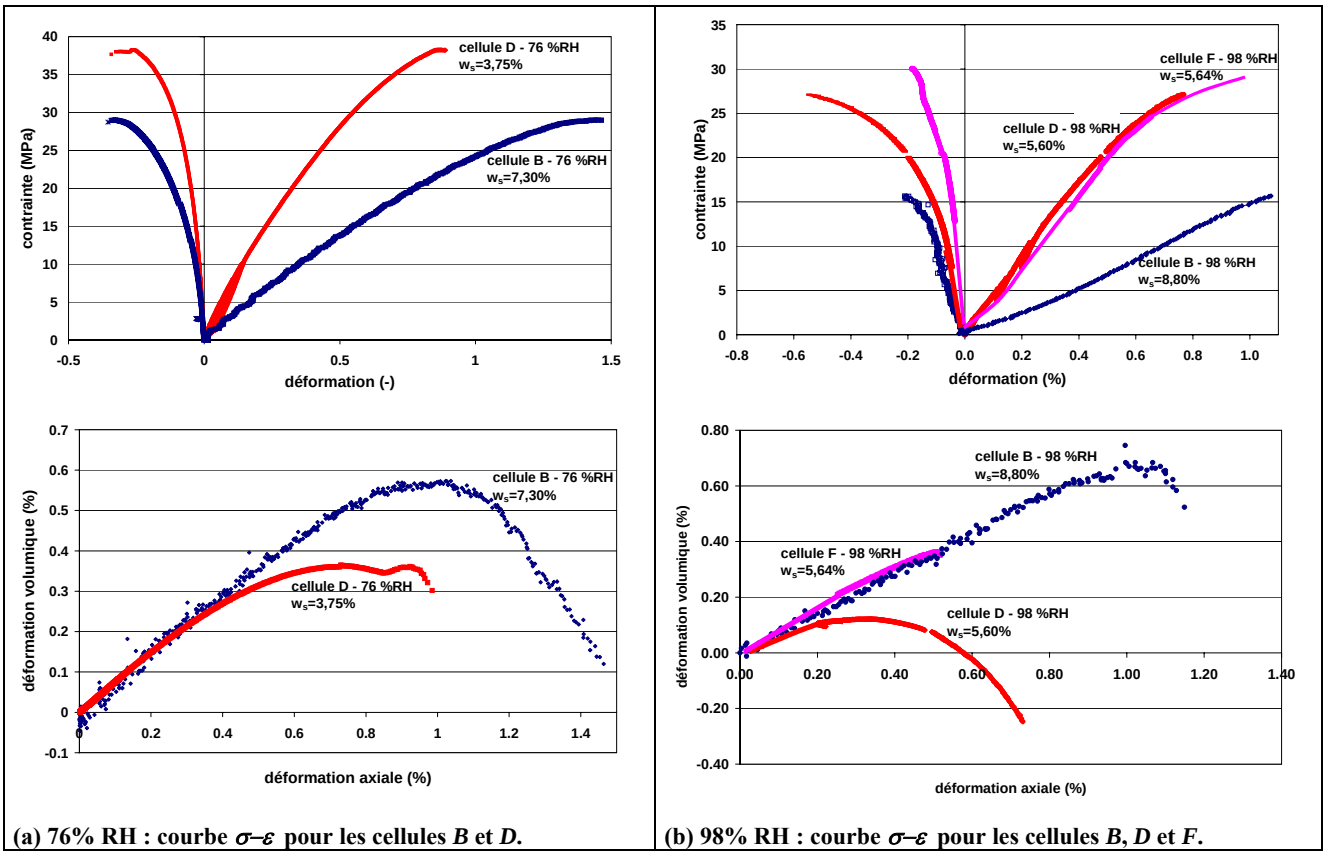
Afin de mettre en évidence l'influence de la minéralogie seule sur le comportement mécanique, nous comparons les paramètres mécaniques établis à partir d'essais sur des éprouvettes ayant des état et histoire hydriques identiques (Tableau 14.4). Les éprouvettes ont toutes une orientation $\theta = 90°$.

**Tableau 14.4 –Influence de la minéralogie sur les paramètres mécaniques.**

| succion | cellule | argiles | $CaCO_3$ | quartz + feldspath | $w_i$ | $w_s$ | $\widetilde{w}_s$ | $E_2$ | $R_c$ | $\sigma_{cd}$ | $\varepsilon_L$ rupture | $\varepsilon_T$ rupture |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | % | % | % | % | % | - | MPa | MPa | MPa | % | % |
| 76% RH en désaturation | *B* | 45 | 26,5 | 27 | 6,60 | 7,30 | 0,83 | 3 100 | 29,8 | 28 | 1,30 | 0,25 |
| | *D* | 33 | 35 | 29 | 4,98 | 3,75 | 0,72 | 8 925 | 38,2 | 36 | 0,87 | 0,32 |
| 98% RH en désaturation | *B* | 45 | 26,5 | 27 | 6,60 | 8,80 | 1,00 | 2 500 | 24 | 13,5 | 0,80 | 0,60 |
| | *D* | 33 | 35 | 29 | 4,98 | 5,60 | 1,00 | 6 270 | 27,2 | 14 | 0,76 | 0,55 |
| | *F* | 42 | 26 | 29 | 5,28 | 5,64 | 1,00 | 5 640 | 30 | 20 | # | 0,19 |

**# jauge défectueuse.**

**Le comportement mécanique en termes de non-linéarité, d'élasticité et de rupture apparaît directement dépendant de la minéralogie à travers principalement le taux d'argiles ou le taux de carbonates** (rappelons que ces deux phases sont duales pour l'argilite de Meuse/Haute-Marne) comme illustré en Figure 14.14.




**(a) 76% RH : courbe $\sigma$–$\varepsilon$ pour les cellules *B* et *D*.** **(b) 98% RH : courbe $\sigma$–$\varepsilon$ pour les cellules *B*, *D* et *F*.**

**Figure 14.14 - Courbes mécaniques pour différentes cellules à un même niveau de succion.**

**Les modules $E_2$ et les résistances $R_c$ augmentent lorsque le taux de carbonates est plus important** (ou lorsque l'argilosité est plus faible) (Figure 14.15). Les déformations axiales (perpendiculaires à la stratification) et volumiques au seuil de dilatance sont plus importantes lorsque l'argilosité est plus grande. Malgré un faible nombre d'essais réalisés, il semble se dégager que, à l'état quasi saturé, **la présence d'argiles contribue aux non-linéarités de la réponse mécanique (**Figure 14.14-b).

Nos résultats sont tout à fait conformes à ceux recensés dans la littérature (*cf. § 12.1*).

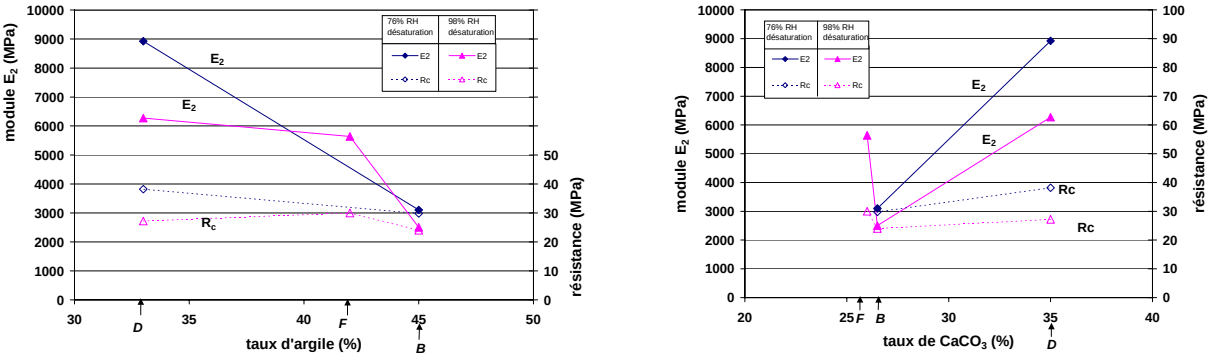



**Figure 14.15 – Exemples d'évolution des paramètres mécaniques en fonction de la minéralogie pour une même histoire hydrique.**

# Synthèse de la Partie V

Nous avons étudié en détails la réponse mécanique globale et locale en fonction de la teneur en eau dans le cas d'éprouvettes ayant subi des désaturations mono-palier depuis leur état hydrique initial et pour lesquelles le chargement uniaxial est appliqué perpendiculairement à la stratification ($\theta$=90°). D'une manière générale, **le module de Young et la résistance augmentent avec la désaturation alors que le coefficient de Poisson diminue fortement avec la succion**. Les paramètres mécaniques principaux estimés à l'échelle macroscopique sont consignés dans le Tableau V.1. Trois types de comportement mécanique se distinguent selon les domaines de saturation de la roche :

- pour les **états partiellement désaturés** (humidités de 44 et 32% RH), **la réponse est de type plutôt fragile, contractante jusqu'à un seuil de dilatance élevé, avec des résistances au delà de 40 MPa. A l'échelle de l'éprouvette, les déformations sont homogènes** et la rupture s'effectue de manière explosive, en colonnettes dans le sens de la contrainte. **A l'échelle de la microstructure, des hétérogénéités de déformation sont visibles dès le début du chargement, et sont superposées aux hétérogénéités constitutives de la roche** (nature des phases et stratification)**. Les zones argileuses initialement contractantes jusqu'à 25-30 MPa puis dilatantes jusqu'à la rupture, sont deux à trois fois plus déformables que les zones riches en grains de quartz-carbonates, qui sont purement contractants.**

- pour **l'état quasi saturé** (98% RH), **le comportement mécanique diffère du précédent et est gouverné par la présence des fissures *pré-existantes* à l'essai mécanique,** fissures en position sub-horizontale et verticale (les premières étant fortement majoritaires, avec une ouverture maximale de l'ordre de la vingtaine de microns). Jusqu'à une contrainte de 8 MPa, une phase importante de refermeture des fissures horizontales est visible sous forme de bandes macroscopiques de déformation superposées aux fissures dans les plans de stratification. Par contre, les fissures verticales (donc coaxiales à la charge) s'ouvrent dès le début du chargement, participant grandement à la dilatance macroscopique visible dès 12 MPa. Lors de cette phase de dilatance, les déformations restent hétérogènes et localisées dans ces mêmes zones pré-fissurées. Localement, sont mises en évidence des différences de comportement selon des zones spatiales réparties par rapport aux positions des fissures orientées perpendiculairement au chargement. Ainsi, peuvent être mises en évidence des ***zones saines*** (éloignées des fissures) **dont la réponse est localement similaire à celle des états désaturés c'est-à-dire superposée à la répartition microstructurale des différentes phases minéralogiques**, et des ***zones affectées au voisinage des fissures***, zones notablement plus déformées que les précédentes. Ces zones affectées sont centrées sur les fissures ; leur taille qui dépend de l'ouverture des fissures avant chargement, est de l'ordre de 250 µm.

- pour **l'état proche de la limite de retrait** (76% RH), la réponse mécanique est intermédiaire entre les deux comportements précédents. Pour cette hygrométrie, les fissures *hydriques* étant de densité et d'ouverture moindres qu'à 98% RH (ouverture de quelques microns), l'impact des fissures et en particulier les zones *affectées* par celles-ci sont restreints par rapport à l'état quasi saturé.

Finalement, **pour les états consécutifs aux hygrométries 98 et 76% RH pour lesquels des fissures hydriques ouvertes sont visibles**, **le comportement semble dominé par ces fissures.** Ainsi, pour les fortes humidités, la roche peut être décrite comme **une structure constituée d'un matériau *sain non fissuré,* et d'un réseau de fissures disposées majoritairement selon la stratification.** Une *zone d'influence* de ces fissures est visible en terme de répartition spatiale des déformations ; l'étendue de cette zone d'influence centrée sur la fissure dépend des caractéristiques des fissures (donc de la succion) mais son ordre de grandeur est de quelques centaines de microns pour une ouverture initiale des fissures de 20 µm pour 98% RH. Les *zones saines ou exemptes de fissures* ont une répartition spatiale des déformations superposées à la minéralogie locale de la roche. Le comportement mécanique de ces zones apparaît quasiment indépendant de l'état hydrique, **l'eau agissant principalement lors des succions préalables par modifications de la microstructure du matériau par fissuration.**

Les conclusions suivantes sont établies à partir de travaux exploratoires qui ont permis d'émettre des tendances vis-à-vis des rôles sur la réponse mécanique, de l'histoire hydrique et de paramètres intrinsèques à la roche (anisotropie, minéralogie).

Pour une argilosité modérée, est mis en évidence que **les propriétés mécaniques dépendent de la teneur en eau mais peu du chemin hydrique suivi**. En d'autres termes, pour un même niveau de teneur en eau, les réponses mécaniques apparaissent similaires sur des éprouvettes ayant subi soit des désaturations monotone, soit des désaturations par paliers successifs, soit un cyclage de désaturation/resaturation.

**L'angle du chargement par rapport à la stratification influence fortement la réponse mécanique en termes de distribution spatiale des déformations et d'endommagement, ainsi que de paramètres d'élasticité et de rupture.** Les premiers résultats établis pour une argilosité moyenne et à l'hygrométrie de 76% RH, semblent montrer :

- pour $\theta = 0$ et $90°$, dès le début du chargement, des localisations de déformation se mettent en place à la fois macroscopiquement sous forme de bandes horizontales et plus finement, selon les hétérogénéités minérales constitutives de la roche. Les déformations locales sont maximales sur les zones à forte présence d'argiles sur lesquelles se met en place la dilatance.
- pour $\theta = 45°$, malgré des résultats d'extensométrie entachés d'incertitude importante (effet de moiré), des hétérogénéités de déformation sont visibles aux échelles globales et locales, sous forme de bandes orientées à 45°, directement superposées à la stratification. La déformation macrocopiques apparaît comme le résultat de glissements locaux.

Les zones argileuses présentent des déformabilités très supérieures aux autres phases présentes ; leur déformabilité est maximale lorsque le chargement est appliquée perpendiculairement à la stratification, ce qui est à relier à l'orientation privilégiée sub-horizontale des agrégats argileux et à la compaction facilitée des plans inter-feuillets comme décrit dans la littérature (*cf. Chapitre 8*). A un niveau donné de succion, **les modules macroscopiques perpendiculaires à la stratification ($E_2$) et les résistances diminuent fortement en présence d'argiles**. **De plus, la présence d'argiles semble accentuer le caractère non linéaire de la réponse mécanique au delà de ~15 MPa.**

**Tableau V.1- Synthèse de quelques paramètres mécaniques selon les états hydriques et l'argilosité.**

| argilosité | paramètres | | état quasi-saturé | état à la limite de retrait | états désaturés |
|---|---|---|---|---|---|
| argilosité importante (45%) $w_i \approx 6{,}5\%$ | $w_s$ ( $\widetilde{w}_s$ ) | % | 8,8 (1) | 7,3 (0,8) | 4-3 (0,45-0,35) |
| | $E_2$ | MPa | 2 500 | 3 100 | 9 000 |
| | $\nu_2$ | - | 0,24 | 0,10 | 0,08 |
| | $R_c$ | MPa | 24 | 30 | 40-45 |
| argilosité moyenne (42%) $w_i \approx 5{,}3\%$ | $w_s$ ( $\widetilde{w}_s$ ) | % | * | 4,0 (0,7) | * |
| | $E_1$ | MPa | | 9 900 | |
| | $\nu_1$ | - | | 0,18 | |
| | $R_c$ selon 1 | MPa | | 37 | |
| | $E_2$ | MPa | | 4 600 | |
| | $\nu_2$ | - | | 0,15 | |
| | $R_c$ selon 2 | MPa | | 33,5 | |
| argilosité faible (33%) $w_i \approx 5{,}0\%$ | $w_s$ ( $\widetilde{w}_s$ ) | % | 5,5 (1) | 4 (0,7) | 3-2 (0,6-0,3) |
| | $E_2$ | MPa | 6 000 | 8 000 | 11 000 |
| | $\nu_2$ | - | 0,24 | 0,12 | 0,10 |
| | $R_c$ | MPa | 27 | 38 | 45-50 |

*** non déterminé.**

**$w_i$, $w_s$ et $\widetilde{w}_S$ correspondent respectivement aux teneurs en eau à l'état hydrique de réception au laboratoire, en fin de succion et normalisée par la valeur de teneur en eau à la fin de la succion à l'humidité de 98% RH.**

# Conclusions générales
# et Perspectives

# Conclusions générales et perspectives

## Conclusions générales

Dans le contexte du stockage des déchets radioactifs en couches géologiques profondes, l'évolution de l'intégrité de la roche est un élément déterminant du point de vue de la Sûreté Nucléaire, pour qualifier une roche hôte ainsi qu'un site d'implantation. Parmi les causes multiples susceptibles de dégrader la roche durant la vie de l'ouvrage, nous nous sommes intéressés à l'impact sur la roche et sur ses propriétés physico-mécaniques, de la ventilation (naturelle ou imposée) des galeries pendant la phase d'ouverture (3 siècles) qui introduit des transferts hydriques entre la roche et l'air ambiant ainsi que potentiellement des phénomènes de transformations chimiques (oxydations...).
Les outils de modélisation visant à prédire le comportement de la roche se nourrissent de données expérimentales sur les modes de déformation et d'endommagement. En particulier, les modèles micromécaniques intègrent des phénomènes plus ou moins locaux pour appréhender le comportement macroscopique, en effectuant des changements d'échelles. Il est alors indispensable d'**identifier les mécanismes actifs localement ainsi que leurs échelles de pertinence**.

Dans cette optique, nous avons cherché à analyser le comportement hydro-mécanique de l'argilite de Meuse/Haute-Marne du site de Bure dans lequel est construit le laboratoire expérimental de l'ANDRA pour l'étude du stockage des déchets radioactifs à haute activité et à vie longue. Le comportement hydro-mécanique est traité en deux étapes : d'une part, les évolutions de la roche vis-à-vis d'un chargement purement hydrique, puis dans un second temps, la réponse à une sollicitation mécanique en fonction de l'état de saturation imposé.
Vis-à-vis des réponses des argilites à ces types de sollicitation, nous avons en particulier cherché à aborder le caractère homogène et localisé des déformations ainsi que l'apparition de l'endommagement, ceci à différentes échelles. Ainsi nous avons proposé une **approche expérimentale novatrice permettant de suivre simultanément à l'application d'un chargement, les évolutions plus ou moins locales de la roche en termes de microstructure, de champs de déformation et d'endommagement, en plus des paramètres classiquement enregistrés au cours des essais de succion ou de chargement mécanique.**

Un ensemble de dispositifs expérimentaux originaux ont été mis en œuvre, en particulier **des techniques d'extensométrie optique par corrélation d'images (*Digital Image Correlation DIC*) et des écoutes d'émissions acoustiques.** Ces techniques ont fait l'objet d'adaptations pour les différentes configurations d'essais. Vis-à-vis des mesures de champ, les développements ont principalement porté sur l'obtention des images, en particulier au niveau des choix des optiques et des éclairages. Les zones et échelles des phénomènes recherchés nous étant *a priori* inconnues, la gamme des grandissements utilisés couvre à la fois le champ global d'une éprouvette décimétrique et des zones plus locales dont la résolution spatiale d'imagerie est inférieure au micron. Cependant, nous avons cherché à maintenir une continuité dans les différentes échelles investiguées ce qui nous a amené à définir trois échelles complémentaires, désignées par Macro (décimétrique), Méso (millimétrique) et Micro (micrométrique). Les bases de mesure spatiale des déformations estimées par *DIC* sont respectivement de l'ordre de 3,5 mm, 500 µm et 50 µm pour les trois échelles définies. Les incertitudes des mesures des déformations par *DIC* ainsi que leurs causes (montage, qualité des images, approximation des calculs…) sont discutées.
Les transferts hydriques sont imposés par des échanges de vapeur d'eau au cours de paliers hydriques dans la gamme [32-98% RH]. Afin de pouvoir suivre les évolutions de la surface de l'éprouvette sous chargement mécanique, l'essai de compression uniaxiale est retenu.
La combinaison, nouvelle sur des argilites, des mesures de champ par corrélation d'image et des mesures d'émission acoustique a permis d'appréhender les phénomènes de déformation et d'endommagement jusqu'à l'échelle de la répartition des différentes phases minéralogiques et ainsi de comprendre certains aspects de la réponse macroscopique.

Chaque campagne d'essai se compose tout d'abord d'une succion instrumentée permettant d'amener la roche à un état hydrique donné et de suivre continûment ses évolutions sous chargement purement hydrique, puis d'une phase de caractérisation mécanique. Plusieurs campagnes d'essais ont ainsi été réalisées afin d'isoler l'influence de certains paramètres sur le comportement hydro-mécanique, ces paramètres étant soit propres à la roche (position de la stratification par rapport au chargement, minéralogie), soit des paramètres d'essais (désaturations monotones ou successives, cycle de désaturation-resaturation). Les échantillons testés ont été prélevés depuis la surface par forage vertical à des profondeurs comprises entre -450 et -500 mètres.

Un des objectifs de nos travaux étant de suivre les évolutions de la microstructure sous sollicitation, une première étape a consisté à **caractériser la structuration microstructurale de l'argilite**, en particulier aux échelles auxquelles sont effectuées les mesures de champ par corrélation d'images. A partir d'observations par microscopies optique et électronique à balayage et de quantification de la porosité par porosimétrie au mercure (***Partie III***), **l'argilite apparaît constituée comme un assemblage de grains distincts de quartz, carbonates et micas**, **moulés dans une matrice argileuse plus ou moins continue**. Les pores sont de taille nanométrique. Divers types d'**hétérogénéités** sont présents à différentes échelles. Parmi celles-ci, citons la nature et la répartition des différentes phases minéralogiques (en particulier, les différents horizons présentent des argilosités variant fortement dans une gamme de 33 à 52% pondéraux), des grains de taille importante (jusqu'à centimétrique), des veines de pyrite et quelques micro-fissures sub-horizontales dont l'ouverture peut atteindre 5 µm (ces fissures sont désignées par *pré-existantes*, ce qui sous-entend qu'elles ont été observées lors de l'ouverture des cellules de confinement au laboratoire avant tout essai, mais il n'est pas possible de déterminer si elles étaient présentes *in situ* ou si elles sont consécutives au prélèvement ou au stockage avant ouverture des cellules). Une **anisotropie structurale** est observée de par des dispositions privilégiées et sub-horizontales des grains de forme allongée, des veines de pyrite et des fissures.

A partir des résultats que nous avons établis sur des éprouvettes d'argilite de Meuse/Haute-Marne, nous livrons la synthèse suivante concernant des éléments de la réponse hydro-mécanique de cette roche. Les conclusions suivantes qui n'ont pas l'ambition d'être transposables à l'ensemble des couches d'argilite sans validation par des travaux autres, proposent quelques éclairages nouveaux pour la compréhension des évolutions durant les transferts hydriques et du comportement mécanique en fonction de l'état hydrique.

Afin d'analyser les conséquences des transferts hydriques sur les paramètres physiques et microstructuraux de l'argilite, un ensemble de **succions sans contrainte mécanique extérieure** ont été réalisées par paliers hydriques dans la gamme de **2,8 à 160 MPa**, soit des humidités relatives de **98 à 32% RH** (***Partie IV***). Différentes histoires hydriques sont considérées : des désaturations monotones depuis l'état hydrique initial et des désaturations successives par paliers suivies d'une phase de resaturation sur des paliers identiques.
Globalement, **les fortes humidités (au delà de 75% RH) se traduisent par une prise de masse accompagnée d'une expansion volumique par rapport à l'état initial et, de manière duale, les humidités inférieures induisent des pertes d'eau avec une contraction géométrique. Une forte anisotropie des déformations *hydriques* est visible** (perpendiculairement aux plans de stratification, ces déformations sont 2 à 3 fois supérieures à celles dans les plans de stratification). A une échelle plus locale, il est mis en évidence que :

- pour des faibles succions (ou humidités élevées), un gonflement des zones les plus argileuses est observé. Dans le cas des horizons d'argilosité proche de 45% pondéraux, de la fissuration est associée à ce gonflement et n'est pas visible pour les argilosités inférieure et supérieure. Ces *fissures hydriques* dont la densité et l'ouverture augmentent avec l'humidité, sont majoritairement disposées selon des plans sub-horizontaux de stratification et semblent apparaître en début de succion lorsque le gradient entre le cœur de l'éprouvette et l'atmosphère est important.
- pour des succions importantes, se produisent à la fois un retrait préférentiel dans les zones les plus argileuses et une refermeture des fissures (*pré-existantes* à l'essai, ou *hydriques*

dans le cas de succions antérieures à humidité élevée). Aucun phénomène de micro-fissuration consécutif à la désaturation n'a été mis en évidence (avec notre résolution spatiale d'imagerie qui est de 0,75 µm).

Au cours d'un cyclage hydrique [98⇆32% RH], les teneurs en eau et les déformations hydriques associées présentent une hystérésis toutefois réversible en fin de cyclage. Ainsi à une humidité donnée, la roche est plus humide à la dessiccation qu'à l'imbibition ; pour les succions les plus fortes, les déformations entre deux paliers consécutifs sont plus importantes en resaturation (expansion) que lors de la désaturation (contraction). Les courbes de retrait obtenues qui ont l'allure de celles observées classiquement sur les sols ont permis de déterminer que, pour les différents horizons, les domaines de saturation de l'argilite se situent pour des humidités supérieures à 70% RH, et que les états hydriques de réception de la matière au laboratoire sont en équilibre avec des atmosphères dont l'humidité relative est de l'ordre de 75% RH. Ceci permet donc d'affirmer que la roche est dans son domaine de saturation lors de l'ouverture des cellules au laboratoire.
Au vu des différentes campagnes d'essai, il apparaît que le taux d'argiles est un paramètre déterminant pour les effets des transferts hydriques : **une augmentation de l'argilosité se traduit par un accroissement à la fois des capacités de rétention d'eau et des déformations *hydriques* associées. De plus, aux fortes humidités, le taux d'argiles semble être un paramètre déterminant pour la propension à la fissuration *hydrique*** :

- pour des taux d'argiles faibles, le gonflement des argiles est trop peu important pour induire des déformations suffisantes localement pour engendrer de la fissuration,
- pour des argilosités supérieures à 50% pondéraux, le gonflement des argiles semble réparti de façon assez homogène sans incompatibilité de déformation.
- pour des taux moyens à élevés (typiquement de 45 à 50%), coexistent des zones à forte dominance argileuse qui présentent des déformations importantes d'expansion, et des zones de forte concentration de grains de carbonates et quartz, qui ne se déforment pas ou très peu. Le gonflement localisé des argiles ne semble pas pouvoir être accommodé par la roche, ce qui se traduit localement par la création de discontinuités.

Le **comportement mécanique en fonction de l'état de saturation** a été étudié en détails (***Partie V***) à partir d'essais de compression instantanée menés principalement sur des éprouvettes ayant subi des désaturations monotones depuis leur état hydrique initial et dont l'axe est perpendiculaire à la stratification ($\theta = 90°$).
**Globalement, la succion améliore les propriétés de la roche que sont le module de Young et la résistance, et diminue les coefficients de Poisson**. Le comportement mécanique et en particulier les modes de déformation sont fortement influencés par l'état hydrique. Ainsi, selon l'état de saturation, nous pouvons distinguer :

- **pour les états les plus désaturés**, **le comportement est de type fragile, contractant avec un seuil de dilatance élevé**. **Les déformations sont homogènes à l'échelle macroscopique, et localisées à l'échelle de la microstructure selon la répartition des phases minéralogiques**.
- **pour les états quasi saturés, le comportement est différent et apparaît gouverné par les *fissures hydriques*** créées lors des succions. L'angle entre ces fissures et le chargement dicte le rôle des fissures : les fissures parallèles au chargement s'ouvrent et participent à la dilatance alors que les fissures perpendiculaires se referment continûment lors de l'application de la charge. Dans tous les cas, les fissures concentrent une part importante des déformations. Localement, sont mises en évidence différentes zones en lien avec la présence des fissures *horizontales* : *i*- la *fissure* elle-même, *ii*- une *zone affectée* par la fissure, centrée sur celle-ci avec une taille de quelques centaines de microns, *iii*- une *zone saine* au delà de la zone affectée. Localement, les déformations de cette dernière zone se répartissent à l'identique des déformations locales des états secs, c'est-à-dire selon la répartition des différentes phases minéralogiques. Les déformations des *zones affectées* sont plus élevées que celles des *zones saines* avec un facteur en moyenne de l'ordre de 2 à 3.

Pour les états secs et pour les *zones saines* des états hydriques saturés, les déformations les plus importantes sont concentrées dans les zones à prédominance d'argiles avec un facteur au moins égal à 2 par rapport aux zones de minéralogie autre (la base de mesure des déformations locales est de l'ordre de 50 µm ; les tailles des zones analysées à prédominance d'argiles ou de minéraux autres sont de l'ordre de la centaine de micromètres). Les zones argileuses présentent de dilatance à partir de 20 MPa macroscopique alors que les zones composées principalement de quartz-carbonates-micas sont purement contractantes jusqu'à la rupture.
Au vu de ces résultats, **l'influence des succions préalables sur le comportement mécanique semble agir principalement sur les modifications microstructurales de la roche argileuse par micro-fissuration, l'état de saturation des pores ne jouant finalement pas un rôle mécanique majeur.**

Pour un même état hydrique, **les modules macroscopiques et**, dans une moindre mesure, **les résistances diminuent en présence d'argiles**. **La présence d'argiles renforce le caractère non linéaire de la réponse mécanique** et accroît la déformabilité de la roche.

*résultats préliminaires*

A partir d'essais exploratoires, nous donnons quelques tendances qui semblent se dégager des influences d'un cyclage hydrique, de l'angle entre stratification et chargement et de la minéralogie, vis-à-vis de la réponse mécanique :

- pour une teneur en eau donnée, un cyclage hydrique de désaturation/resaturation semble avoir peu d'influence sur la résistance et le seuil de dilatance. Par contre, au cours d'un cycle hydrique, les modules de Young présentent une hystérésis qui semble réversible en fin de cyclage, les modules étant moindres lors de la resaturation.
- à partir de résultats préliminaires établis pour une seule hygrométrie (76% RH) et avec seulement trois angles entre le chargement et la stratification ($\theta = 0$, *45 et 90*°), il apparaît que **l'orientation entre direction de chargement et stratification influence fortement la réponse mécanique en termes de paramètres d'élasticité et de rupture, de localisation des déformations et de l'endommagement**. Malgré des résultats entachés d'effet de moiré, des localisations des déformations sont visibles et diffèrent selon l'orientation.

**Au vu de l'ensemble des résultats présentés, les techniques d'extensométrie de champ par *DIC*, d'écoute acoustique et de mesure des célérités apparaissent ainsi comme des indicateurs quantitatifs appréciables permettant d'enrichir substantiellement l'analyse du comportement hydro-mécanique des argilites, en permettant en particulier d'identifier les modes de déformation et d'endommagement au cours de succions contrôlées et de chargement mécanique.**
Bornert *et al.* [BOR 08] proposent une synthèse de nos travaux du point de vue de l'application des mesures *DIC* pour le suivi des déformations au cours de la sollicitation mécanique. Sont en particulier discutées la quantification des incertitudes et la taille de la base de mesure couplée à la notion de Volume Elémentaire Représentatif.

# Perspectives

Au niveau des évaluations des champs de déformations déterminés de façon concomitante à l'application d'un chargement (hydrique et mécanique) par *DIC*, des améliorations immédiates des dispositifs utilisés pourraient être opérées telles que :

- le **suivi en continu des évolutions au cours des succions** : en particulier, des prises d'images de façon régulière dans le temps (toutes les demi-journées par exemple pour des durées totales de succion de l'ordre de 21 jours) permettraient d'évaluer correctement les déformations locales et ainsi de s'affranchir des évolutions trop importantes des surfaces comme cela a été notre cas pour la succion à 98% RH à l'échelle Micro en particulier, empêchant alors de réaliser l'appariement des images lors de la corrélation. Idéalement, des mesures d'émission acoustique et de célérité ultra-sonore en parallèle avec des mesures de déformation apporteraient des indications sur des phénomènes survenant dans le volume de l'éprouvette, non systématiquement accessibles depuis les surfaces observées.
- le **suivi de zones plus grandes à l'échelle Micro DIC** : sans modifications majeures du système optique que nous avons utilisé (champs de 1,5×1,5 $mm^2$ avec une représentation physique d'un pixel de 0,75 µm), il pourrait être envisagé de déplacer le banc optique à l'aide de platines micrométriques pilotées de façon à couvrir plusieurs champs contigus tout en réalisant des observations à l'échelle de la microstructure. Les difficultés techniques sont de piloter précisément les déplacements et de réaliser automatiquement la mise au point sur chaque champ.
- l'**amélioration de la résolution d'imagerie à l'échelle de la microstructure** : lors du suivi optique en Micro DIC sous chargement mécanique, un pixel représente 0,75 µm avec l'emploi d'un objectif de microscope ×10. Moyennant des améliorations du montage (fixation montage optique/éprouvette, vibrations parasites…), il pourrait être envisagé d'utiliser des objectifs de grandissement supérieur. De plus, réaliser des essais de compression uniaxiale dans la chambre d'un microscope électronique à balayage de type environnemental, permettrait d'augmenter d'un ou deux ordres de grandeur la résolution optique des images. L'intérêt de la chambre dite environnementale est de limiter les modifications de l'état de saturation et de la microstructure de la roche. Cependant, des développements techniques sont à réaliser. A ce jour et à notre connaissance, de tels développements sont en cours à l'*INERIS* à Senlis [SOR 07] et sont prochainement envisagés au *LMS* qui vient de se doter d'un *MEB* de cette technologie (*QUANTA 600* de marque *FEI*) et qui devrait être équipé à moyen terme de platines d'essai *in situ*.
- l'**accès à des informations hors plan** : des techniques de stéréo-corrélation qui, par le biais de deux caméras observant la même zone avec un angle fixe, permettrait de renseigner sur les déplacements hors plan. De plus, la stéréo-corrélation pourrait être utile pour compenser les incertitudes liées aux mouvements hors plan de l'échantillon, qui s'accompagnent de variations de grandissement, variations qui pourraient être de l'ordre de grandeur des déformations que nous cherchons à mesurer (comme ce fut le cas pour quantifier les déformations *hydriques* au cours des succions).

Au delà des mesures de champs (déformations aux différentes échelles) et des mesures d'émission acoustique, il pourrait être intéressant de suivre d'autres paramètres permettant de quantifier les évolutions de la roche sous sollicitation. Par exemple, des mesures en continu de célérités ultra-sonores brutes ou traitées en terme d'écart à la linéarité de propagation comme le propose Luong [LUO 02], pourraient être un bon indicateur d'évolution, facile de mise en œuvre et concomitant au chargement.

Les investigations mécaniques menées dans nos travaux se sont focalisées sur la réponse à un chargement uniaxial instantané. Dans le futur, une démarche similaire pourrait être étendue à des chargements mécaniques plus complexes, intégrant des couplages entre transferts hydriques, effets différés et application d'un confinement.

Moyennant quelques adaptations, il pourrait être mis en œuvre du suivi des champs de déformation sur une éprouvette sollicitée simultanément sous un chargement uniaxial de fluage et sous environnement hydrique imposé par palier à l'identique des succions que nous avons menées. Les mécanismes de déformation différée se superposent alors aux déformations *hydriques*. Les quantités d'eau échangées ainsi que les cinétiques de transfert devraient être affectées par le chargement mécanique.
Afin d'appréhender le comportement mécanique de la roche *in situ* dans le massif (état triaxial des contraintes), il pourrait aussi être envisagé de réaliser ce même type d'essai en appliquant un confinement à l'éprouvette. Ceci demande un certain nombre de développements techniques non complètement résolus à ce jour. En particulier, une fenêtre d'observation à travers le confinement devrait être aménagée de façon à avoir accès à la surface de l'échantillon pour réaliser l'extensométrie optique ; le saphir pourrait être un bon candidat pour une telle fenêtre, minimisant les perturbations optiques.

Comme mentionné au cours de ce mémoire, des moyens d'investigations en *3D* sont aujourd'hui disponibles en Science des Matériaux,; il s'agit soit d'équipements spécifiques lourds tels que des synchrotrons, soit des moyens de laboratoire (micro-tomographes). Les travaux récents de N.Lenoir *et al.* [LEN 07] montrent le grand intérêt de l'investigation volumique pour la connaissance des modes de déformation et d'endommagement dans le cas de géomatériaux (en particulier l'accès à la composante de déformation hors plan, non accessible par les techniques optiques *2D* que nous avons mises en œuvre). Actuellement, la résolution des images à partir de microtomographie *RX* au synchrotron *ESRF* de Grenoble est typiquement de l'ordre de 15 µm pour une éprouvette cylindrique de diamètre 10 mm et de hauteur 20 mm ; cette résolution est moindre que celle que l'on peut obtenir par méthodes optiques à partir d'images de surface. Cependant, les essais de Lenoir réalisés sur l'argilite sous confinement montrent tout l'intérêt de la reconstruction *3D* du réseau de fissures et de l'extensométrie optique par corrélation d'images tridimensionnelles pour appréhender les caractères localisés ou diffus des déformations et de l'endommagement.
Ces moyens d'investigation volumique sous chargement constituent un apport considérable et novateur pour identifier les mécanismes en jeu, permettant ainsi de lever un certain nombre de verrous actuels.

**Finalement, les investigations multi-échelles *2D* et *3D* couplées aux investigations plus classiques en Mécanique des Roches sont des voies qui nous paraissent essentielles pour comprendre les mécanismes locaux régissant les comportements macroscopiques à l'échelle d'un laboratoire de recherche (éprouvette décimétrique) et à l'échelle supérieure d'un site grandeur nature de galeries souterraines (échelle hecto à kilo-métrique).**

"

# Références

# Références

**[ALL 94] Allais, L., Bornert, M., Bretheau, T., Caldemaison, D.** - 1994 - *Experimental characterization of the local strain field in a heterogeneous elastoplastic material* - Acta Metall. Mater., 42 (11): 3865-3880.

**[AND 01] ANDRA** - 2001 - *Référentiel Géologique du site de l'Est* - Rapport A RP A DS 99 005/B.

**[AND 05] ANDRA** - 2005 - *Dossier 2005 Argile : Tome : évolution phénoménologique du stockage géologique* - 520 p.

**[BAU 98] Bauer-Plaindoux, C., Tessier, D., Ghoreychi, M.** - 1998 - *Propriétés mécaniques des roches argileuses carbonatées : importance de la relation calcite-argile*. Comptes Rendus de l'Académie des Sciences (Earth and Planetary Science), 326: 231-237.

**[BAR 94] Baroghel-Bouny, V.** - 1994 - *Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons. Méthodes, analyse, interprétation* - Presses du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées N° 502 503. ISBN 2-7208-5030-1.

**[BEA 96] Beall, J.L., Gordon, I.T., Gournay, J.P., Kirkland, B.L., White, J.V.** - 1996 - *Analysis of porosity in lower Ismay phylloid algal packstone using high-resolution computed tomography* – American Association of Petroleum Geologists – Annual Meeting - Abstracts 13.

**[BEAU 02] Beauchamp, J.** - 2002 - *Altération des roches - cours de pédologie* - Université de Picardie Jules Verne.

**[BEL 70] Belikov, B.P., Aleksandrov, K.S., Ryzhova, T.V.** – 1970 – *Elastic properties of rock-forming minerals and rocks* – Nauka, Moscow, 276 p.

**[BER 79] Bérest, P., Bergues, J., Nguyen Minh, D.** - 1979 - *Comportement des roches au cours de la rupture : application à l'interprétation d'essais des tubes épais* - Revue Française de Géotechnique, 9: 5-12.

**[BERG 99] Bergues, J., Nguyen Minh, D.** - 1999 - *Comportement différé des argilites de l'Est: Influence du degré de saturation, écrouissage, extension, relaxation* - Rapport LMS ANDRA D RP 0 LMS 99-001/A.

**[BIL 95] Billiotte, J., Audigier, M., Daupley, X., Boisson, J.Y.** - 1995 - *Determination of hydraulic and hydromechanical characteristics of argillaceaous rocks - In* OECD/NEA Workshop on the determination of hydraulic and hydrochemical characteristics of argillaceous rocks, Nottingham, UK.

**[BIS 59] Bishop, A.** - 1959 - *The principle of effective stress* - Teknisk Ukeblad, 39: 859-863.

**[BIS 63] Bishop, A., Blight, G.** - 1963 - *Some aspects of effective stress in saturated and partly saturated soils* - Geotechnique, 13: 177-197.

**[BOE 76] Boehler, J.P.** - 1976 - *Contributions théoriques et expérimentales à l'étude des milieux plastiques anisotropes* - Thèse de Doctorat ès Sciences de Grenoble.

**[BOL 56] Bolt, G.** - 1956 - *Physico-chemical analysis of the compressibility of pure clays* - Geotechnique, 6: 86-93.

**[BOR 01] Bornert, M.** - 2001 - *Macro-et méso-hétérogénéités dans une argilite* –Rapport ANDRA B RP 0 LMS 2001-01 / A.

**[BOR 03] Bornert, M.** - 2003 - *CorrelManuV user guide* - web site http://www.lms.polytechnique.fr/users/bornert/CMV_14.

**[BOR 05] Bornert, M., Chaix, J.M., Doumalin, P., Dupré, J.C., Fournel, T., Jeulin, D., Maire, E., Moreaud, M., Moulinec, H.** - 2005 - *Mesure tridimensionnelle de champs cinématiques par imagerie volumique pour l'analyse des matériaux et des structures* - Instrumentation, Mesure, Métrologie, 4(3-4): 43-88.

**[BOR 08] Bornert, M., Valès, F., Gharbi, H., Nguyen Minh, D.** - 2008 - *Multiscale full-field strain measurements for miromechanical investigations of the hydromechanical behaviour of clayey rocks* - Communication Photomechanics 08 et publication acceptée dans Strain.

**[BOUC 00] Bouchet, A., Meunier, A., Sardini, P.** - 2000 - *Minéraux argileux : structure cristalline, identification par diffraction de rayons X*. Bull. Centre Rech. Elf Explor. Prod., Pau, Mém 23, 136 p.

**[BOUD 00] Boudry, C.** - 2000 - *Cours sur les images numériques* - URFIST de Paris - http://www.ext.upmc.fr/urfist/image_numerique/home_image.htm.

**[BOU 89] Bouilleau, M., Larrose, P., Bertrand, L.** - 1989 - *Conditionnement des carottes de formations argileuses. Trois techniques de conservation sous confinement* - Rapport ANDRA 621 RP BRG 90.004.

**[BRA 66] Brace, W.F., Paulding, B., Scholz, C.H.** - 1966 - *Dilatancy in the fracture of crystalline rocks* - J. of Geophys. Res., 71: 3939-3954.

**[BRG 97] BRGM** - 1997 - *Base de données WebMinéral* 1.0 - http://webmineral.brgm.fr.

**[BRUC 89] Bruck, H., McNeill, S., Sutton, M., Peters, W.** - 1989 - *Digital Image Correlation using Newton-Raphson. Method of partial differential correction* - Experimental Mechanics, 29: 261-267.

**[BRU 38] Brunauer, S., Emmet, P.H., Teller, E.** - 1938 - J. Am. Chem. Soc., 60: 309.

**[BUR 05] Burlion, N.** - 2005 - *Techniques d'essais et caractérisation expérimentale. In* Comportement mécanique du béton - *Ed.* Reynouard, J.M., Pijaudier-Cabot, G. - Lavoisier - Hermès. pp. 65-128.

**[CAB 01] Cabrera Nunez, J., Beaucaire, C., Bruno, G., De Windt, L., Genty, A., Ramambasoa, N., Rejeb, A., Savoye, S., Volant**, **P.** - 2001 - *Projet Tournemire : synthèse des programmes de recherche 1995/1999* - Rapport IPSN.

**[CAI 82] Caillère, S.**, **Hénin, S., Rautureau, M.** - 1982 - *Minéralogie des argiles : Tome 1 : Structure et propriétés physico-chimiques - Tome 2 : Classification et Nomenclature* - INRA Actualités scientifiques et agronomiques.

**[CHA 01] Charpentier, D., Cathelineau, M., Mosser-Ruck, R., Bruno, G.** – 2001 – *Evolution minéralogique des argilites en zone sous-saturée oxydée : exemples des parois du tunnel de Tournemire (Aveyron, France)* – C.R. Acad. Sci. Paris, Sciences de la Terre et des planètes / Earth and Planetary Sciences, 332: 601-607.

**[CHAN 04] Chang, S.H., Lee, C.I.** - 2004 - *Estimation of cracking and damage mechanisms in rock under triaxial compression by moment tensor analysis of acoustic emission* - Int. J. Rock Mech. Min. Sci., 41: 1069-1086.

**[CHAT 98] Chateau, X., Dormieux, L.** - 1998 - *Approche micromécanique du comportement d'un milieu poreux non saturé* - Comptes Rendus de l'Académie des Sciences (Mechanics-Physics-Astronomy), 326: 533-538.

**[CHE 95] Chenu, C., Tessier, D.** - 1995 - *Low temperature scanning electron microscopy of clay and organic constituents and their relevance to soil microstructures* - Scanning Microscopy, 9(4): 989-1010.

**[CHI 00] Chiarelli, A.S.** – 2000 – *Etude expérimentale et modélisation du comportement mécanique de l'argilite de l'Est - Influence de la profondeur et de la teneur en eau* - Thèse Université de Lille.

**[COU 91] Coussy, O.** - 1991 - *Mécanique des milieux poreux - Ed.* Technip, Paris - 437 p.

**[DAU 97] Daupley, X.** - 1997 - *Etude du potentiel de l'eau interstitielle d'une roche argileuse et des relations entre ses propriétés hydriques et mécaniques : application aux argilites du Toarcien de la région de Tournemire (Aveyron)* - Thèse Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

**[DEL 87] Delage, P., Suraj de Silva, G.P.R., De Laure, E.** - 1987 - *Un nouvel appareil triaxial pour les sols non saturés - In* Proceedings of the 9th European Conference Soil Mechanics and Foundation Engineering - Dublin, Balkema, Dordrecht, Netherland - 1: 26-28.

**[DEL 00] Delage, P., Cui, Y.J.** – 2000 – *L'eau dans les sols non saturés* – Techniques de l'Ingénieur – C301.

**[DEN 97] Denison, C., Carlson, W.D., Katcham, R.A**. - 1997 – *Three-dimensional quantitative textural analysis of metamorphic rocks using high-resolution computed X-ray tomography: part I, Methods and techniques* – Journal of Metamorphic Geology, 15(1):29-44.

**[DES 84] Desrues, J.** - 1984 - *Localisation de la déformation dans les matériaux granulaires* – Thèse d'Etat, INP Grenoble.

**[DES 95] Desrues, J.** - 1995 - *Analyse stéréophotogrammétrique de la fissuration progressive - In* Photomécanique 95, *Eds* Berthaud,Y., Paraskevas, D., Taroni, M. - *Editions* Eyrolles, Paris, pp. 149-162.

**[DIL 02] Dill-Langer, G., Ringger, T., Höfflin, L., Aicher, S.** - 2002. *Location of acoustic emission sources in timber loaded parallel to grain - In* Proceedings of the 13th International Symposium on Nondestructive Testing of Wood. *Ed*. Frank C. Beall – Forest Products Society, Madison, Wisconsin - pp.179-186.

**[DON 04] Donald, J.A., Butt, S.D., Iakovlev, S.** - 2004 - *Adaptation of a triaxial cell for ultrasonic P-wave attenuation, velocity and acoustic emission measurements* - Int. J. Rock Mech. Min. Sci., 41: 1001-1011.

**[DOR 95] Dormieux, L., Barboux, P., Coussy, O., Dangla, P.** - 1995 - *A macroscopic model of the swelling phenomenon of saturated clay* - European Journal of Mechanics of Solids, 14(6): 981-1004.

**[DOU 00] Doumalin, P**. - 2000 - *Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques - Application aux études micromécaniques par microscopie à électronique balayage* - Thèse Ecole Polytechnique.

**[EBE 97] Eberhardt, E., Stead, D., Stimpson, B., Read, R.S.** - 1997 - *Changes in acoustic event properties with progressive fracture damage* - Int. J. Rock Mech. Min. Sci., 34(3-4) Paper No. 071B.

**[ERM 01] ERM** - 2001 - *Construction d'un modèle conceptuel d'organisation de la porosité et de la minéralogie dans les argilites du site de Bure* - Rapport ANDRA D RP O ER 01-018.

**[FAB 05] Fabre, G.** - 2005 - *Fluage et endommagement des roches argileuses - Evolution de la microstructure et modélisation phénoménologique* – Thèse de l'Université Joseph Fourier (Grenoble).

**[FAB 06] Fabre, G., Pellet, F.** - 2006 - *Creep and time-dependent damage in argillaceous rocks* - Int. J. Rock Mech. Min. Sci., 43 (6): 950-960.

**[FOU 88] Foucault, A.**, **Raoult, J.F.** - 1988 - *Dictionnaire de géologie* - Masson.

**[FRA 05] François, D.** - 2005 - *Endommagement et rupture des matériaux* - EDP Sciences/Matériaux/Métallurgie - 232 p.

**[FRE 02] Freissmuth, H.** - 2002 - *Influence de l'eau sur le comportement mécanique des roches argileuses* - Thèse Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

**[GAS 02] Gasc-Barbier, M**. – 2002 - *Etude des mécanismes de déformation de roches argileuses profondes : apport de la microstructure et des analyses pétrophysiques* - Thèse Paris VI.

**[GAS 05] Gasc-Barbier, M., Chanchole, S.** - 2005 - *De l'utilisation d'échantillons humides en porosimétrie au mercure* - Revue Française de Géotechnique, 111: 77-83.

**[GAU 04] Gaucher, E., Robelin, C., Matray, J.M., Négrel, G., Gros, Y., Heitz, J.F., Vinsot, A., Rebours, H., Cassagnabère, A., Bouchet, A.** - 2004 - *ANDRA underground research laboratory: interpretation of the mineralogical and geochemical data acquired in the Callovian-Oxfordian formation by investigative drilling* - Physics and Chemistry of the Earth, 29: 55-77.

**[GHA 98] Ghassemi, A., Diek, A., Roegiers, J.C.** - 1998 - *A solution for stress distribution around an inclined borehole in shale* - Int. J. Rock Mech. Min. Sci., 35(4/5): 538-540.

**[GRA 04] Gratier, J.P., Jenatton, L.,Tisserand, D., Guignet, R.** - 2004 - *Indenter studies of the swelling, creep and pressure solution of Bure argillite* - Applied Clay Science, 26: 459-472.

**[GRE 03] Greef (de), V**. - 2003 – *Mesure de perméabilité des argilites du Callovo-Oxfordien saines et endommagées* – Rapport Andra C.RP.0LMS.03.0003.

**[GRG 01] Grgic, D**. - 2001 - *Comportement à court et long terme des mines de fer abandonnées en Lorraine* – Thèse INPL.

**[GUI 68] Guillemot, J.** - 1968 - *Eléments de géologie* – Publications IFP – Les argiles – Cours ENS Lyon.

**[HAÏ 95] Haïed, A**. - 1995 - *Etude expérimentale de la rupture en mode localisé dans un grès* - Thèse Université de Lille.

**[HIL 88] Hillel, J.** - 1988 - *L'eau et le sol. Principes et processus physiques* - Academia, Louvain-la-Neuve - 288 p.

**[HOM 00] Homand, F., Duffaut, P.** - 2000 - *Manuel de Mécanique des Roches* - Presses de l'Ecole des Mines, Paris - 265 p.

**[HOR 96] Horseman, S. T., McEwen, T. J.** - 1996 - *Thermal constraints on disposal of heat-emitting waste in argillaceous rocks* - Engineering Geology, 41: 5-16.

**[HUR 06] Huret, E.** - 2006- *Analyse cyclostratigraphique des variations de la susceptibilité magnétique des argilites callovo-oxfordiennes de l'Est du Bassin de Paris : application à la recherche de hiatus sédimentaires* - Thèse Université Pierre et Marie Curie, Paris.

**[ISR 92] Israelachvili, J.** - 1992 - *Intermolecular and Surface Forces* - Academic Press, London.

**[JER 04] Jerz, J. K., Rimstidt, J.D.** - 2004 - *Pyrite oxidation in moist air* - Geochimica et Cosmochimica Acta, 68(4): 701-714.

**[LEN 06] Lenoir, N.** - 2006 - *Comportement mécanique et rupture dans les roches argileuses étudiées par microtomographie à rayons X* - Thèse Université Joseph Fourier, Grenoble.

**[LEN 07] Lenoir, N., Bornert, M., Desrues, J., Bésuelle, P., Viggiani, G.** - 2007 - *Volumetric digital image correlation applied to X-ray micro tomography images from triaxial compression tests on argillaceous rock* - Strain, 43(3): 193-205.
**[LOC 92] Lockner, D.A., Byerlee, J.D.** - 1992 - *Fault growth and acoustic missions in confined granite* - Appl. Mech. Rev., 45(3): 165-173.
**[LOU 07] Louis, L., Wong, T.F., Baud, P.** - 2007 - *Imaging strain localization by X-ray radiography and digital image correlation: deformation bands in Rothbatch sandtone* - Journal of Structural Geology, 29: 129-140.
**[LUO 02] Luong, M.P., Eytard, J.C.** - 2002 - *Nondestructive evaluation of material instability of a deep argillaceous rock - In* Hydromechanical and Thermohydromechanical Behaviour of Deep Argillaceous Rock - *Eds* Hoteit, Su, Tijani, Shao - pp. 67-76.
**[MAN 66] Mandel, J.** - 1966 - *Cours de mécanique des milieux continus* - Gauthier-Villars.
**[MAR 79] Marshall, T.J., Holmes, J.W.** - 1979 - *Soil Physics* - Cambridge University Press - 344 p.
**[MEI 01] Meille, S.** - 2001 - *Etude du comportement mécanique du plâtre pris en relation avec sa microstructure* – Thèse INSA de Lyon.
**[MET 92] Metz, F., Knöfel, D.** - 1992 - *Systematic mercury porosimetry investigations on sandstones* - Materials and structures, 25: 127-136.
**[MIL 64] Millot, G**. - 1964 - *Géologie des argiles* - Masson, Paris.
**[MON 02] Montes-Hernandez, G.** - 2002 - *Etude expérimentale de la sorption et du gonflement des argiles par microscopie électronique à balayage environnementale (ESEM) et l'analyse digitale d'images* - Thèse Université Louis Pasteur, Strasbourg.
**[NAK 77] Nakamura, Y.** - 1977 - *Detection and analysis of acoustic emission signals - In* Proceedings First Conference on Acoustic Emission/Microseismic Activity in Geologic Structures and Materials - The Pennsylvania State University, June 9-11, 1975 - *Eds*. Reginald Hargy, H.Jr., Leighton, F.W. - Trans tech Publications - pp.445-457.
**[NIA 97] Niandou, H., Shao, J.F., Henry, J.P., Fourmaintraux, D.** - 1997 - *Laboratory investigation of the mechanical behaviour of Tournemire shale* - Int. J. Rock Mech. Min. Sci., 34: 3-16.
**[PAS 66] Pascal, P.** - 1966 - *Traité de Chimie minérale* - Masson, Paris.
**[PAT 78] Paterson, M.S.** - 1978 - *Experimental rock deformation-the brittle field* - Berlin Heidelberg New-York : Springer-Verlag, p. 254.
**[PEN 72] Peng, S.S., Johnson, A.M.** - 1972 - *Crack growth and faulting in cylindrical specimens of Chemsford granite* - International Journal of Rocks Mechanics and Mining Sciences, 9: 37-86.
**[PHA 06] Pham, Q.T.** - 2006 - *Effets de la désaturation et de la resaturation sur l'argilite dans les ouvrages souterrains* - Thèse Ecole Polytechnique.
**[OLP 63] Olphen (Van), H.** - 1963 - *An introduction to clay colloid chemistry for clay technologists, geologists and soils scientists* - Second edition John Wiley and sons, New York.
**[OHT 92] Ohtsu, M.** - 1992 - *Rate process analysis of acoustic elision activity in core test of concrete* - Concr. Libr. JSCE, 20: 143-153.
**[OHT 03] Ohtsu, M., Yoshiara, T., Uchida, M., Saeki, H., Iwata, S.** - 2003 - *Estimation of concrete properties by elastic-wave method - In* Proceedings of International Symposium: Non-destructive testing in civil engineering.
**[RAC 05] Racine, A.** - 2005 - *Influence de l'orientation des hydrures sur les modes de déformation, d'endommagement et de rupture du Zircaloy-4 hydrure* - Thèse Ecole Polytechnique.
**[RAM 01] Ramambasoa, N.** - 2001 - *Etude du comportement hydromécanique des argilites. Application au site de Tournemire* - Thèse Ecole Polytechnique.
**[RAM 93] Ramamurthy, T.** -– 1993 – *Strength and modulus responses of anisotropic ro*cks – *In* Comprehensive rock engineering - *Ed* Hudson J.A. - pp. 3313-329.
**[RAM 04] Ramamurthy, T.** - 2004 - *A geo-engineering classification for rocks and rock masses* - International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 41: 89-101.
**[RAP 82] Rapinat, M.** - 1982 - *L'eau* - Collections Que sais-je ? N°266, Presses universitaires Françaises.
**[RAS 97] Rasband, W.S.** - 1997 - *ImageJ* - U. S. National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA, http://rsb.info.nih.gov/ij/, 1997-2006.

**[REJ 99] Rejeb, A.** - 1999 - *Mechanical characterisation of the argillaceous Tournemire site (France)* - *In* Proceedings of the international conference on rock engineering techniques for site characterisation, Bangalore/India/december 6-8, 1999. *Eds* Prakash C. Jha & R.N. Gupta, Oxford.
**[REJ 06] Rejeb, A., Cabrera, J.** - 2006 - *Time-dependent evolution of the excavation damaged zone in the argillaceous Tournemire site (France)* - *In* Proceeding of the GeoProc 2006, HoHai University, Nanjing, China. *Eds* Weiya Xu, pp.65-74.
**[REY 80] Reymond, M.C.** - 1980 - *Acoustic emission in rocks and concrete under laboratory conditions* - *In* Second conference on acoustic emission/microseismic activity in geologic structures and materials - The Pennsylvania State University, November 13-15, 1978 - *Eds*. Reginald Hardy, H.Jr., Leighton, F.W. - Trans. Tech. Publications, Clausthal, Germany - pp. 27-34.
**[ROU 03] Rousset-Tournier, B., Mazerolle, F., Geraud, Y., Jeanette, D.** - 2003 - *Rock drying tests monitored by X-ray computed tomography, the effect of saturation methods on drying behaviour. Applications of X-ray Computed Tomography in Geosciences* - Geological Society - London - Special publications, 215: 117-125.
**[RUD 75] Rudnicki, J.W., Rice, J.R.** - 1975 - *Conditions for localization of deformation in pressure-sensitive dilatant materials* - J. Mech. Phys. Solids, 23: 371-394.
**[SCH 93] Schmitt, L., Forsans, T., Santarelli, F.J.** - 1993 - *Shale testing and capillarity phenomena* - International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 31(5): 411-427.
**[SCHO 68] Scholz, C.H.** – 1968 – *Experimental study of the fracturing process in brittle rock* – J. Geophys. Res., 73(4):1447-1454.
**[SCHR 00] Schreier, H.W., Braasch, J., Sutton, M.A.** - 2000 - *On systematic errors in digital image correlation* - Optical Engineering, 39 (11): 2915-2921.
**[SHA 04] Al-Shayea, N.A.** - 2004 - *Effects of testing methods and conditions on the elastic properties of limestone rock* - Engineering Geology, 74: 139-156.
**[SOB 78] Sobolev, G., Spetzer, H.A., Salov, B.** - 1978 - *Precursors to failure in rocks while undergoing anelastic deformations* - Journal of Geophysical Research, 83(B4): 1775-1784.
**[SOR 07] Sorgi, C., De Gennaro, V.** - 2007 - *Analyse microstructurale au MEB environnemental d'une craie soumise à chargement hydrique et mécanique - C.R. Geoscience* 339: 468-481.
**[SUT 83] Sutton, M.A., Wolters, W.J., Peters, W.H., Ranson, W.F., McNeill, S.R.** - 1983 - *Determination of displacements using an improved digital correlation method* - Image and Vision Computing, 1(3): 133-139.
**[SUT 86] Sutton, M.A., Cheng, M., McNeill, S.R., Chao, Y.J., Peters, W.H.** - 1986 - *Application of an optimized digital image correlation method to planar deformation analysis* - Image and Vision Computing, 4(3): 143-150.
**[TAY 88] Taylor, R.K.** - 1988 - *Coal measures mudrocks : composition, classification and weathering processes* - Q.J. Eng.Geol. and HydroG., 21: 85-99.
**[TES 84] Tessier, D.** - 1984 – *Etude expérimentale de l'organisation des matériaux argileux : hydratation, gonflement et structuration au cours de la dessiccation et de la réhumectation* – Thèse Paris VII.
**[THO 95] Thomas, J.J.** – 1995 - *Contrôle non destructif des matériaux et des structures par analyse dynamique non linéaire* - Thèse Ecole Polytechnique.
**[TIL 92] Tillard, D.** – 1992 – *Etude de la rupture dans les Géomatériaux cohésifs. Application à la marne de Beaucaire* - Thèse Université Joseph Fourier, Grenoble.
**[VAL 01] Valès, F**. - 2001 - *Parties expérimentales de l'approche géo-micromécanique des argiles de Meuse/Haute-Marne : analyses microstructurales* – Rapport ANDRA B RP 0 LMS 2001-02 / A.
**[VAL 03] Valès, F., Bergues, J., Nguyen Minh, D.** - 2003 - *Comportement différé sur tube épais et essais en extension* - Rapport ANDRA B RP 0 LMS 2003-01 / A.
**[VAL 04][1] 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 argilite (France)* - Applied Clay Science, 26: 197-207.
**[VEL 95] Velde, B.** - 1995 - Cours ENS, Paris.

[1] Cette publication est disponible dans l'*Annexe F*.

**[VIG 94] Viggiani, C., Finno, R.J., Harris, W.W.** - 1994 - *Experimental observations of strain localisation in plane strain compression of stiff clay* - *In* Localisation and bifurcation theory for soils and rocks, *Eds* Chambon, R., Desrues, J., Vardoulakis, I., Balkema, Rotterdam, pp. 189-198.
**[VIN 98] Vincké, O., Longuemarre, P., Boutéca, M., Deflandre, J.** - 1998 - *Investigation of the poromechanical behavior of shales in the elastic domain* - *In* Eurock98 - SPE/ISRM Rock mechanics in petroleum engineering.
**[WAK 05] Wakim, J.** - 2005 - *Influence des solutions aqueuses sur le comportement mécanique des roches argileuses* - Thèse de l'Ecole des Mines, Paris.
**[WON 82] Wong, T.F.** - 1982 - *Micromechanics of faulting in westerly granite* - Int. J. Rock Mech. Min. Sci., 19: 49-64.
**[WRI 01] Wright, H.** - 2001 - *Rôle de la minéralogie, de la texture et de la structure dans la déformation et la rupture des argilites de l'Est* - Thèse ENPC.
**[WU 00] Wu, K., Chen, B., Yao, W.** - 2000 - *Study on the AE characteristics of fracture process of mortar, concrete and steel-fiber-reinforced concrete beams* - Cement and Concrete Research, 30: 1495-1500.
**[XU 05] Xu, X.H., Ma, S.P., Xia, M.F., Ke, F.J., Bai, Y.L.** - 2005 - *Synchronous multi-scale observations on rock damage and rupture* - Theoretical and Applied Fracture Mechanics, 44: 146-156.
**[ZHA 07] Zhang, C.L., Rothfuchs, T., Su, K., Hoteit, N. - 2007 –** *Experimental study of the thermo-hydro-mechanical behavior of indurated clays* - Physics and Chemistry of the Earth, 32: 957-965.

# Annexes

# ANNEXES

**ANNEXE A - ORIGINES ET ALTERATIONS POSSIBLES DE CERTAINES PHASES CONSTITUTIVES DES ARGILITES. ..... 2**

**A1 – Processus de genèse des argiles ..... 2**

**A2 – Altération des sulfures de fer ..... 3**

**ANNEXE B - DONNEES GEOLOGIQUES DU SITE DE BURE (ANDRA) ..... 4**

**ANNEXE C - PLAN DE CAROTTAGE ..... 6**

**ANNEXE D – TRANSFERTS HYDRIQUES ..... 7**

**D1 – Essais de validation du banc de succion ..... 7**

**D2 – Extensométrie optique à l'échelle Méso DIC lors des transferts hydriques ..... 8**

**ANNEXE E - ESSAIS MECANIQUES ..... 11**

**E1 - Artefacts lors du calcul du champ des déformations par corrélation d'images, sous chargement mécanique ..... 11**

**E2 – Orientation $\theta = 90°$ ..... 15**

**E3 - Anisotropie ..... 19**

**ANNEXE F - PROPRIETES HYDRO-MECANIQUES DE L'ARGILITE DE TOURNEMIRE ..... 27**

# Annexe A - Origines et altérations possibles de certaines phases constitutives des argilites.

## A1 – Processus de genèse des argiles

Trois processus principaux [GUI 68] sont à l'origine géologique des argiles :

- l'**héritage détritique** : les minéraux argileux sont qualifiés "d'hérités" ou d'origine détritique lorsque suite à la perte de cohérence de la roche-mère sous l'action de dégradations, des minéraux morcelés sont libérés intacts en raison de leur stabilité chimique. Si au contraire ils sont instables, on parle alors de transformation. Le caractère de stabilité peut évoluer dans le temps en fonction de l'évolution des conditions du milieu.

roche-mère —(libération par dégradation)→ argiles

Mais, il est cependant assez rare que les minéraux argileux n'aient réellement subi aucune modification.

Nous donnons à titre d'illustrations, quelques exemples de transformations liées à des évolutions du milieu :

- L'**illite** et la **chlorite** sont des minéraux détritiques communs. Elles sont stables dans les altérations à caractère surtout physique, dans les sols soumis à un faible drainage et à des actions chimiques discrètes, dans les sédiments en eau alcaline. Mais elles sont vulnérables dans les milieux acides, lessivés en eau douce et débarrassés de leurs cations.
- Les **inter-stratifiés** sont des minéraux qui apparaissent au cours de l'altération. Cette dégradation va se poursuivre si ces minéraux sont hérités par un milieu dégradant, agressif et lessivant. Au contraire, cette évolution va s'interrompre si le milieu devient alcalin : ils auront tendance à reconstituer les micas et les chlorites d'origine.
- La **montmorillonite** (smectite) est un minéral aux origines possibles multiples. Du côté des transformations, elle se détruit rapidement dès que les lessivages provoquent les désaturations suffisantes en cations et en silice. Du côté des transformations et de la diagenèse, elle a une nette tendance à fixer des ions potassium ou magnésium et à engendrer des réseaux micacés ou chloritiques.
- La **glauconie**, minéral associé aux milieux marins, ne résiste pas aux actions pédologiques un peu lessivantes et donne des oxydes de fer et des inter-stratifiés divers.

- la **transformation** : les minéraux formés auparavant subissent des réarrangements de leur réseau silicaté, sans destruction complète de leur organisation précédente. Ils évoluent ainsi vers un nouvel état d'équilibre avec les conditions locales du milieu dans lequel ils sont inclus. La transformation principale est la dégradation, allant dans le sens de l'altération, qui fait apparaître une structure cristalline moins régulière avec une perte de substances. Le phénomène inverse est appelé aggradation et se rencontre dans les systèmes sédimentaires (car impliquant souvent des augmentations de température et de pression).

silicates ⇄ argiles (dégradation →, aggradation ← (si T et P augmentent))

- la **néogenèse** ou néoformation : il s'agit d'une réorganisation complète de la structure cristalline. Elle intervient quand une argile est formée à partir de certains silicates comme les amphiboles et les feldspaths.

certains silicates (amphiboles, feldspaths) —(altération complète par hydrolyse)→ argiles néoformées (apport d'ions ↘, exportation ions ↗)

# A2 – Altération des sulfures de fer

Nous détaillons les réactions chimiques d'altération des sulfures de fer, susceptibles de se produire au cours des succions. En effet, dans les enceintes étanches de succion, les éprouvettes sont en présence de vapeur d'eau et d'oxygène sur des périodes de temps de plusieurs semaines ou années selon les configurations d'essai.
Trois voies différentes d'oxydation de la pyrite [GRG 01] sont classiquement répertoriées :

- Oxydation aqueuse par l'oxygène atmosphérique ou dissous :
  En présence d'oxygène libre et de vapeur d'eau, la pyrite s'oxyde spontanément en sulfate ferreux et en acide sulfurique selon la réaction exothermique suivante :

  **Équation A.1** $FeS_2 + 7/2\ O_2 + H_2O \rightarrow Fe^{2+} + 2\ SO_4^{2-} + 2\ H^+ +$ chaleur

  Les ions ferreux $Fe^{2+}$ issus de cette réaction sont oxydés pour former des sulfates ferriques en particulier avec une activité bactérienne selon :
  **Équation A.2** $Fe^{2+} + ½\ O_2 + 2\ H^+ \xrightarrow{bact.} Fe^{3+} + H_2O$
  Le $Fe^{3+}$ ainsi produit peut réagir avec la pyrite et accélérer la réaction de celle-ci.

- Oxydation électrochimique :
  $Fe^{3+}$ en solution est un oxydant qui réagit selon les deux réactions chimiques suivantes aboutissant à la formation de sulfate ferreux et de soufre :
  **Équation A.3** $FeS_2 + 14\ Fe^{3+} + 8\ H_2O \rightarrow 15\ Fe^{2+} + 2\ SO_4^{2-} + 16\ H^+$
  **Équation A.4** $FeS_2 + 2\ Fe^{3+} \rightarrow 3\ Fe^{2+} + 2\ S$

- Oxydation bactérienne :
  En phase aqueuse, le soufre formé par Équation A.4 s'oxyde en sulfate et forme de l'acide sulfurique sous l'effet de l'activité bactérienne selon le réaction :
  **Équation A.5** $2\ S + 3\ O_2 + 2\ H_2O \rightarrow 4\ H^+ + 2\ SO_4^{2-}$ ou $2\ H_2SO_4$
  L'ion $Fe^{3+}$ issus de l'Équation A.2 peut s'hydrolyser à partir du sulfate ferreux pour former des hydroxydes ferriques et de l'acide sulfurique selon la réaction :
  **Équation A.6** $2\ (Fe^{3+})_2(SO_4^{2-})_3 + 8\ H_2O \rightarrow 4\ FeO\text{-}OH + 6\ H_2SO_4$

L'activité des bactéries et l'oxydation sont favorisées par des environnements chauds, humides et oxygénés. Au sein du matériau réel, les cinétiques propres aux réactions des équations précédentes écrites dans un cas général, sont directement liées aux mécanismes de transport à petite échelle.
Dans les matériaux argileux, le transport est lié à la diffusion à travers la porosité. Ainsi dans le cas d'une saturation complète, le processus devient négligeable puisque la cinétique est contrôlée par la vitesse de diffusion de l'oxygène dissous dans l'eau interstitielle qui est faible [TAY 88]. Ainsi la réaction de l'Équation A.1 a lieu en surface dans des zones non saturées. Les réactions d'oxydation de la pyrite selon les Équation A.1 et Équation A.2 sont plus rapides que les réactions des Équation A.3 et Équation A.4, d'oxydation de la pyrite par $Fe^{3+}$. Le processus conduit globalement à la formation d'acide sulfurique en excès et à une diminution de *pH*, ce qui inhibe l'oxydation chimique mais favorise l'activité bactérienne donc la réaction de l'Équation A.5. Jerz *et al.* [JER 04] ont observé et quantifié ces deux mécanismes couplés (oxydation initiale de la pyrite puis inhibition par création de sulfate de fer et acide sulfurique) à partir d'observations de réaction dans la chambre d'un microscopie électronique à balayage de type Environnemental.

Dans la roche, les carbonates (notamment la calcite) jouent un rôle tampon en neutralisant l'acidité ainsi créée par l'oxydation des sulfures de fer, entraînant leur dissolution et la création de produits d'altération tels que le gypse selon la réaction :
**Équation A.7** $4\ FeS_2 + 4CaCO_3 + 9\ O_2 \rightarrow 4\ CaSO_4 + Fe_2O_3 + 4\ CO_2$
De plus, les ions $Fe^{3+}$ formés selon l'Équation A.2 peuvent réagir en présence d'ions sulfate (créés par la plupart des réactions précédentes) et de potassium, pour former de la jarosite sous condition de *pH* acide, selon :
**Équation A.8** $3\ Fe^{3+} + K^+ + 2\ SO_4^{2-} + 6\ H_2O \rightarrow KFe_3(SO_4)_2(OH)_6 + 6\ H^+$

# Annexe B - Données géologiques du site de Bure (ANDRA)

Plusieurs sondages de reconnaissance ont été effectués sur site depuis 1994 (*HTM102, EST103, MSE101, EST104, EST205*). Les profondeurs données ci-après correspondent au forage *EST103* (forage situé à l'aplomb du puits d'accès principal du laboratoire).

Le Callovo-Oxfordien, de 422 m à 552 m de profondeur, se situe entre deux couches de calcaire. Il peut être divisé en trois séquences sédimentaires correspondant à des cycles de dépôts de sédiments marins auxquels il est possible de rattacher les faciès lithologiques suivants (*cf.* Figure B.1) [AND 01 - Chapitre 1] :

- séquence inférieure (552/520 m) : il s'agit d'argilites silteuses très homogènes avec présence de calcaires bioclastiques. On note une importante présence de pyrite (grains micrométriques, pyrytosphères de la dizaine de microns, agrégée en amas dans les organismes), de matière organique et une zone pauvre en carbonates (vers le sommet, le milieu devient plus oxygéné et plus carbonaté).
- séquence médiane (520/440 m) : cette séquence est subdivisée en trois zones que nous allons expliciter car il s'agit des profondeurs dans lesquelles le laboratoire sera implanté ; les dénominations évoluent d'argilite silteuse à argilite silto-carbonatée du mur vers le toit :
  - 520/475 m : à 495m, la roche atteint son argilosité maximale de l'ordre de 55 à 60% , cette phase argileuse reste très importante de 495 à 475 m (phase d'aggradation séquentielle).
  - 475/459 m : cette zone d'argilite silto carbonatée présente une légère baisse de la phase argileuse et un enrichissement en carbonates par rapport à la zone précédente. On note un appauvrissement en fossiles.
  - 459/440 m : on note une diminution importante de la phase argileuse et un enrichissement notable en quartz et en carbonates, d'où la désignation de siltite argilo-carbonatée.
- séquence supérieure (440/422 m) : il s'agit de siltite carbonatée avec des taux de carbonates (calcite, dolomite ...) parfois importants.

Un autre découpage basé sur l'étude des propriétés physiques et mécaniques, et sur des diagraphies différées, a été proposé pour rendre compte du zonage géomécanique (zones *A* à *E*) en se voulant plus proche du découpage lithologique réel (Tableau B.1).

**Tableau B.1 – Découpage en zones géomécaniques. [AND 01]**

| zone géomécanique | profondeur (m) | remarques |
|---|---|---|
| *A* | 422/459 | variations minéralogiques importantes et rapides |
| *B* | 459/475 | argilosité et porosité plus fortes que en A |
| *C* | 475/514 | argilosité et porosité maximales |
| *C1* | 477/493 | |
| *C2* | 493/515 | |
| *D* | 514/520 | chute de l'argilosité et de la porosité |
| *E* | 520/552 | |

Le Tableau B.2 donne quelques valeurs moyennes de paramètres physiques et mécaniques caractéristiques pour les différentes couches du zonage géomécanique.

**Tableau B.2 – Paramètres caractéristiques selon les zones. [AND 01]**

| zone | profondeur m | masse volumique kg/m$^3$ | $w_i$ % | $CaCO_3$ % | $V_P$* m/s | $R_c$ MPa |
|---|---|---|---|---|---|---|
| *A1* | 430 | 2 270 | 6,5 | 38 | 3 660 | 34,2 |
| *A2* | 450 | 2 250 | 6,9 | 30 | 2 990 | 27,4 |
| *B* | 470 | 2 260 | 7,1 | 33 | 2 700 | 24,9 |
| *C1* | 490 | 2 230 | 8 | 29 | 2 410 | 19,3 |
| *C2* | 508 | 2 280 | 6,8 | 34 | 2 460 | 24 |
| *D, E* | 536 | 2 300 | 5,6 | 32 | 3 220 | 24,2 |

***la célérité est mesurée perpendiculairement à la stratification.**

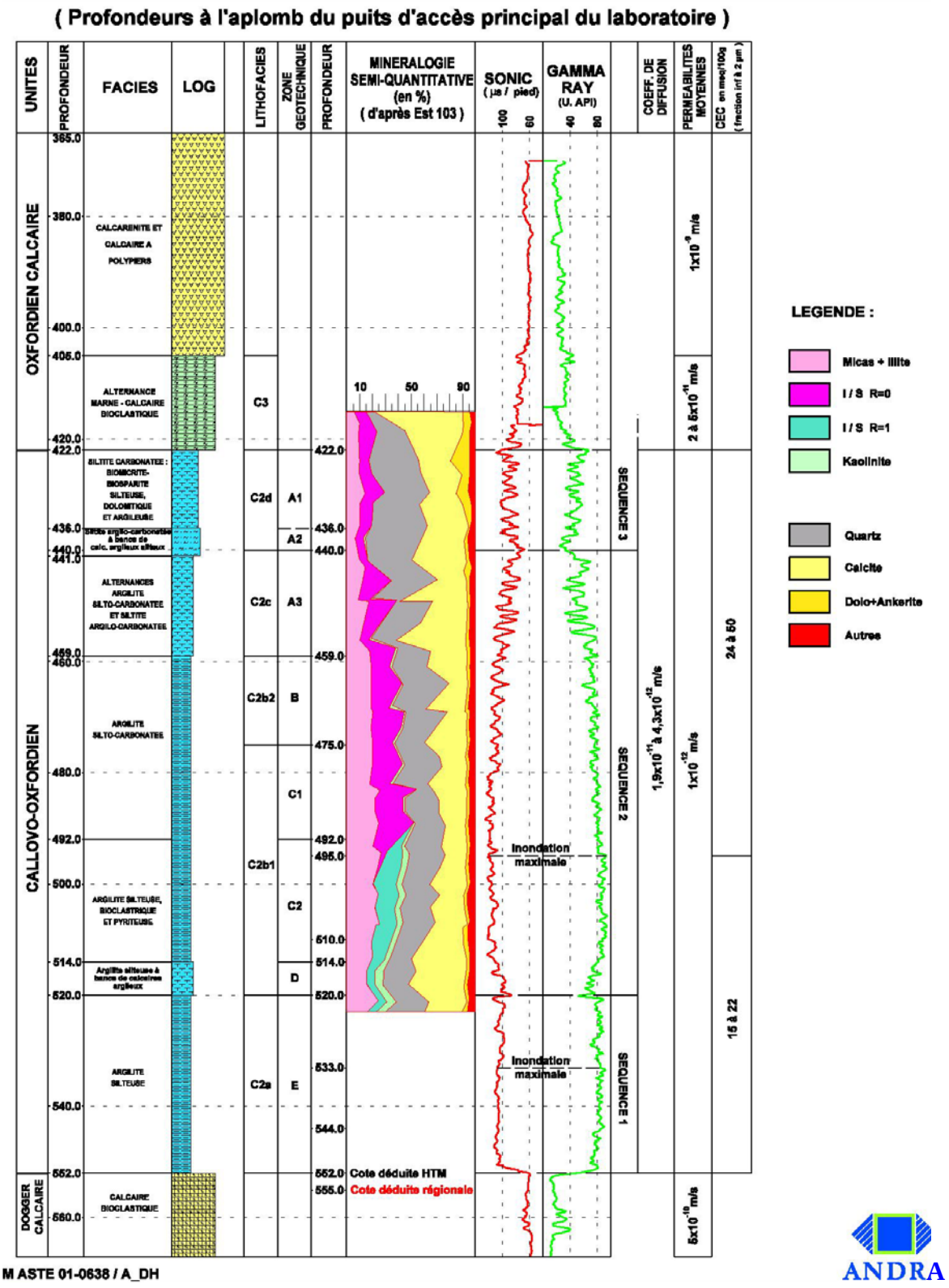



**Figure B.1 – Faciès lithologiques du Callovo-Oxfordien argileux. [AND 01]**

# Annexe C - Plan de carottage

La Figure C.1 fournit les plans de carottage des éprouvettes extraites des cinq cellules fournies par l'ANDRA pour réaliser partiellement les essais présentés dans nos travaux.

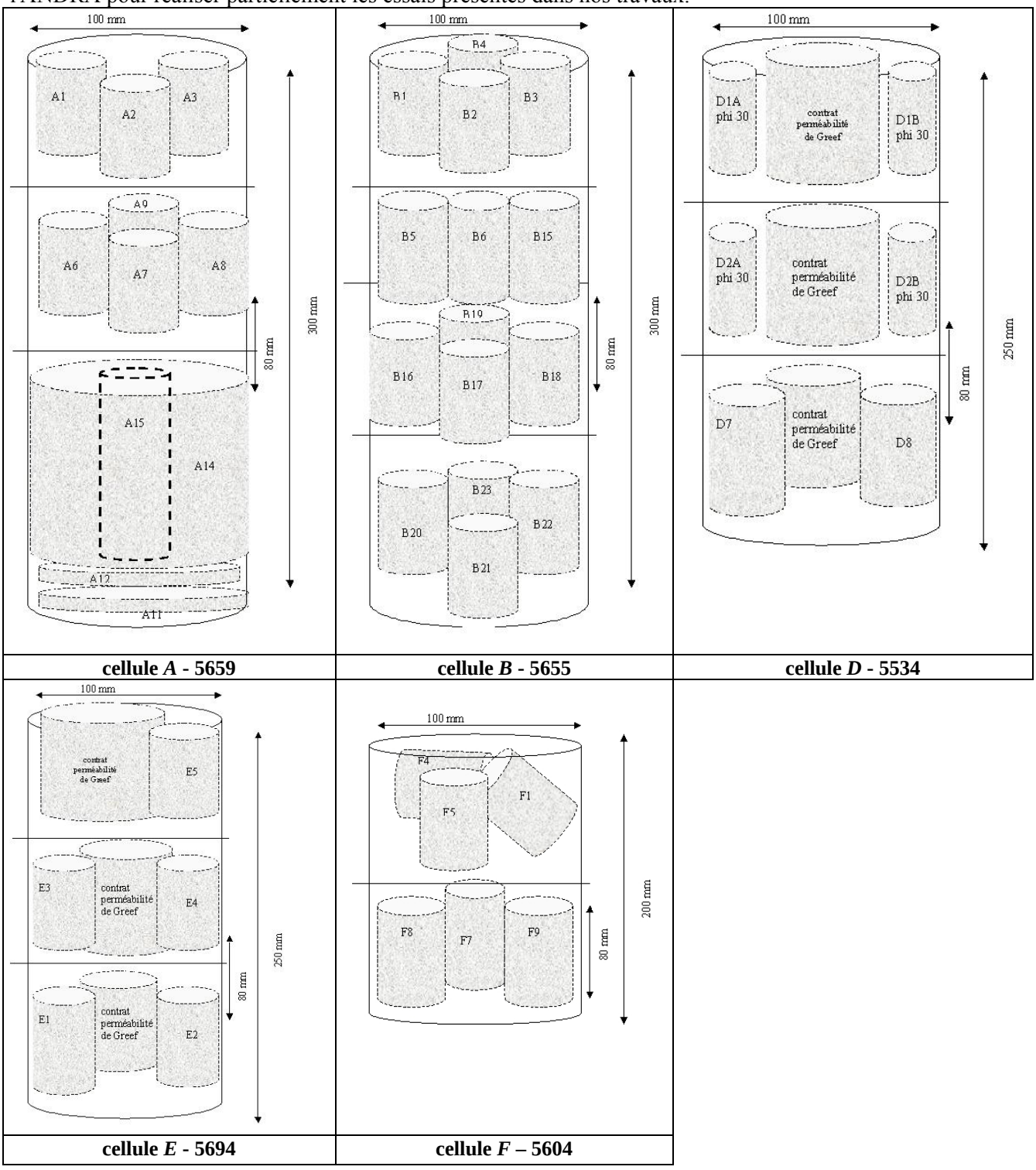



**Figure C.1 - Plans de carottage - sondage *EST 205*.**

# Annexe D – Transferts hydriques

## D1 – Essais de validation du banc de succion

Afin de qualifier le banc de test en termes de dérive de la chaîne d'acquisition et des capteurs de masse en particulier, nous réalisons des mesures sur des masses mortes (de l'ordre de grandeur des masses des éprouvettes testées) sur une durée proche de 3 mois comme l'illustre la Figure D.1. La dérive maximale est de l'ordre de 0,3 g en 100 jours, ce qui est de l'ordre de 0,1g pour les durées les plus longues des succions (typiquement un mois).
Au cours des différentes succions, les masses d'eau échangées étant au minimum de 5 grammes, nous pouvons donc négliger la dérive des capteurs de masse.

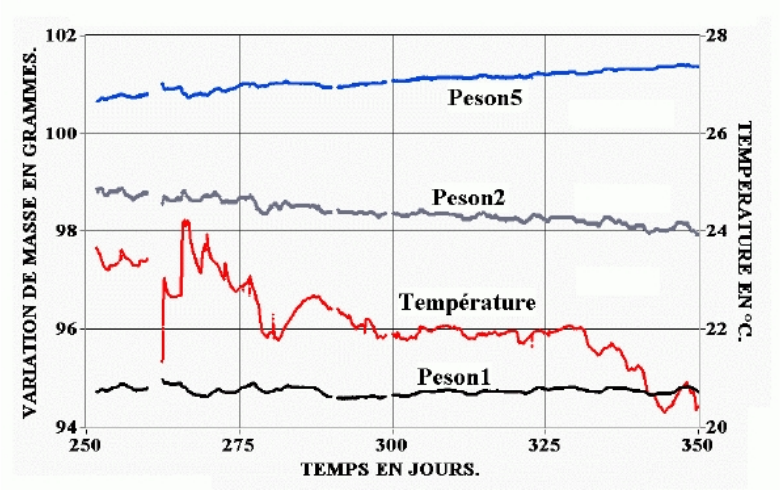



**Figure D.1 – Evolution des masses et des déformations sur des masses mortes en fonction du temps.**

## D2 – Extensométrie optique à l'échelle Méso DIC lors des transferts hydriques

Dans le cas de mesure par extensométrie optique à l'échelle Méso DIC dans le cas de déformations dues au transfert hydrique, des erreurs de calcul des déformations sont inhérentes à des difficultés de repositionnement géométrique lors des acquisitions d'images *ante* et *post* succion. (*cf. §* 11.1.3.3). La Figure D.2 l'illustre sur le cas d'une éprouvette soumise à une succion de 98% RH.

Comme expliqué au *§* 6.1.3.1, nous positionnons un réglet de façon coplanaire au méplat observé, dans le but d'estimer les erreurs selon l'axe 1. Les déformations latérales $\varepsilon_1$ mesurées sur le réglet métallique montrent un gradient continu et régulier entre les zones de gauche et de droite d'amplitude de l'ordre de 0,75% (Figure D.3-a). Le réglet ne subissant pas de variations géométriques entre les images avant et après succion, nous pouvons considérer que les déformations mesurées sur celui-ci correspondent à des variations de grandissement. Ces variations de grandissement sont dues à un mauvais repositionnement qui introduit des variations sur l'angle $\beta_V$ qui se traduisent par des variations locales de positionnement en *z* (Figure D.3-b).
La relation liant la taille d'un objet, la distance objectif-objet et le grandissement (Figure D.3-b) peut s'écrire selon :

**Équation D.1** $$\frac{dh}{h}=\frac{dz}{z}=dg$$

Ainsi à partir des mesures des déformations latérales sur le réglet, nous pouvons estimer les décalages en *z* selon les zones extrêmes :

- à gauche, $dg = 0{,}48\%$ soit $dz = dg \times z = 0{,}43$ mm
- à droite, $dg = -0{,}30\%$ soit $dz = dg \times z = -0{,}27$ mm

La variation d'angle $\Delta\beta_v$ de rotation du méplat de 15 mm entre les positions avant et après succion peut être estimée selon $\Delta\beta_V = \frac{dz\ gauche\ + dz\ droite}{longueur} = \frac{0{,}43+0{,}27}{13} \approx 3°$

Ceci signifie que les erreurs cumulées pour les positionnements angulaires avant et après succion sont de l'ordre de 3°. L'exemple de la Figure D.3 est le cas le plus défavorable que nous ayons rencontré. En effet, pour les autres éprouvettes, le gradient de déformation donc l'erreur angulaire sont moindres. Ceci peut être dû à un meilleur positionnement ou à des erreurs angulaires qui se compensent sur les positionnements avant et après succion.
Ainsi, pour le cas le plus défavorable (éprouvette 98% RH de la Figure D.3), nous voyons que le gradient des déformations $\varepsilon_1$ sur le réglet ("*non déformable*") sont du même ordre de grandeur que le gradient des déformations $\varepsilon_1$ sur la surface de l'éprouvette qui a subi des déformations lors de la succion. Ceci montre que la méthode utilisée (le montage en particulier) n'est pas adaptée pour ce type de mesure.
Toutefois, nous regardons les niveaux des déformations dans la zone autour du point I défini dans la Figure D.3-c. Autour de ce point, il n'y a pas ou peu d'erreur de grandissement. La position géométrique du point I se fait à partir des mesures de déformation $\varepsilon_1$ sur le réglet en identifiant la zone où ces déformations sont nulles. Sur les cartographies des méplats des éprouvettes de succion, nous extrayons les niveaux de déformation autour de la position latérale du point I du réglet, comme cela est réalisé sur la Figure D.2. Par exemple, dans le cas de l'éprouvette à 98% RH, nous estimons que les déformations $\varepsilon_1$ sont de l'ordre de +0,10%.
Cette même démarche est faite pour les différentes succions à partir des images des réglets de chaque éprouvette.

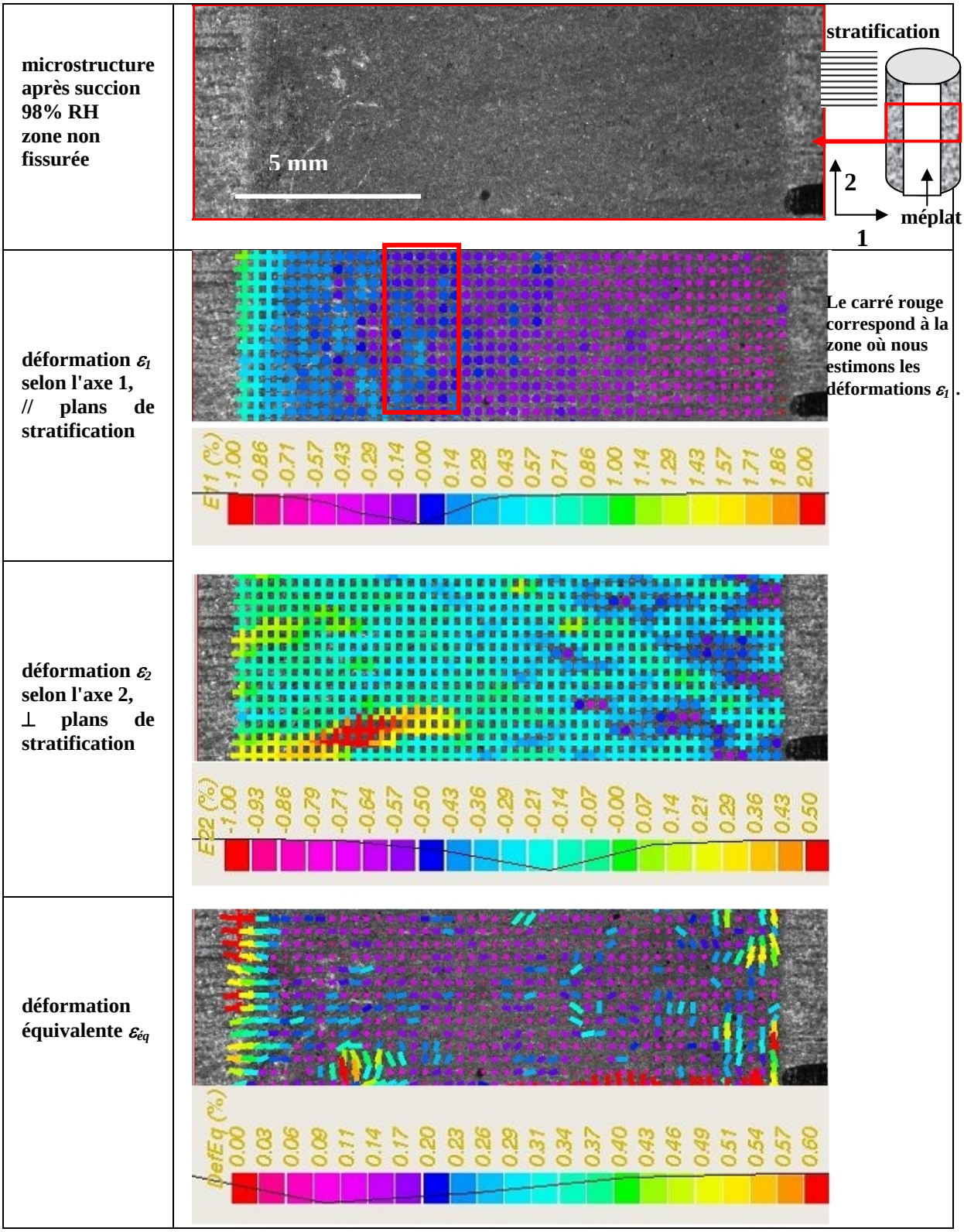
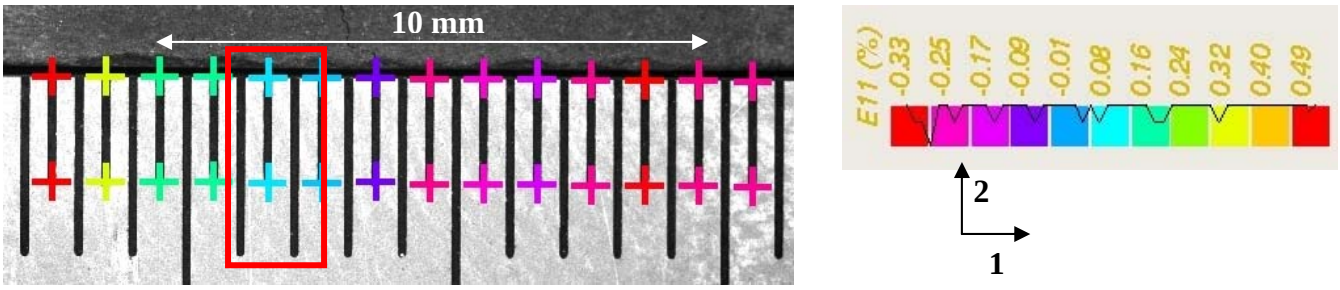
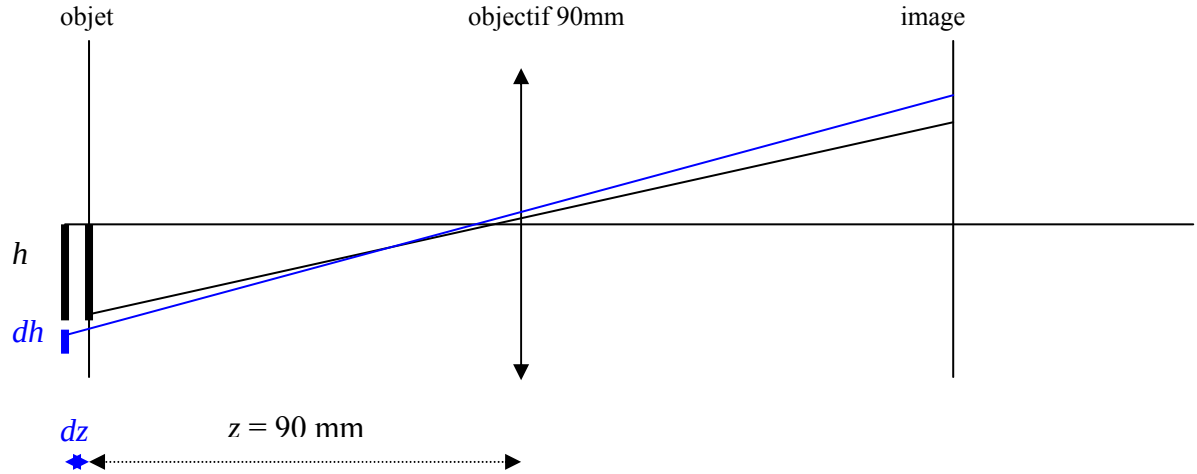



**Figure D.2 - Déformations selon les axes 1 et 2 et déformation équivalente (cas 98% RH - détails sur méplat de l'éprouvette *B16*).**

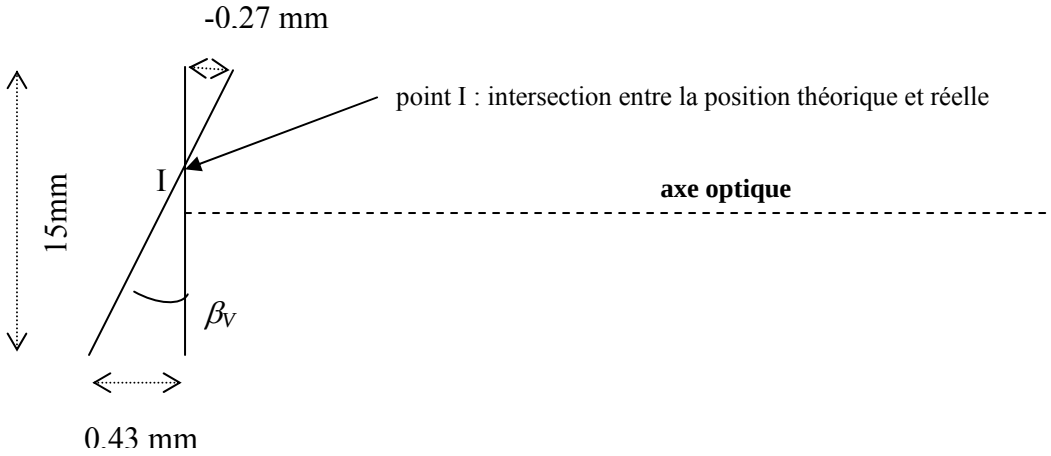



**Le carré rouge correspond à la zone dans laquelle les déformations $\varepsilon_1$ sont proches de 0.**

**(a) Déformations latérales selon l'axe 1 obtenues sur des points du réglet à partir d'images prises avant et après la succion.**




**(b) Schéma optique (vue de dessus).**




**(c) Position théorique et réelle du méplat observé par rapport à l'axe optique (vue de dessus).**

**Figure D.3 - Erreurs de positionnement de la surface observée vis-à-vis de l'axe optique et conséquences sur les mesures de déformation (cas de l'éprouvette *B16*).**

# Annexe E - Essais mécaniques

## E1 - Artefacts lors du calcul du champ des déformations par corrélation d'images, sous chargement mécanique

### Importance du méplat en Macro DIC

Lors de l'acquisition des images à l'échelle Macro sur le méplat poli (d'une largeur de l'ordre de 15 mm), des artefacts peuvent survenir au niveau de la partie arrondie de l'éprouvette si la corrélation est effectuée plus largement que sur la surface plane du méplat. Il s'agit en particulier d'erreurs de grandissement associables à des petites rotations lors de la mise en place initiale et qui induisent des "*fausses*" déformations comme l'illustre la Figure E.1. Ce phénomène est d'autant plus important que les niveaux de déformation sont faibles (l'impact de la forme circulaire est visible sur les deux images de gauche dont le niveau moyen des déformations au centre est inférieur à 0,1% et ne l'est plus pour l'image de droite relative à des déformations plus élevées).

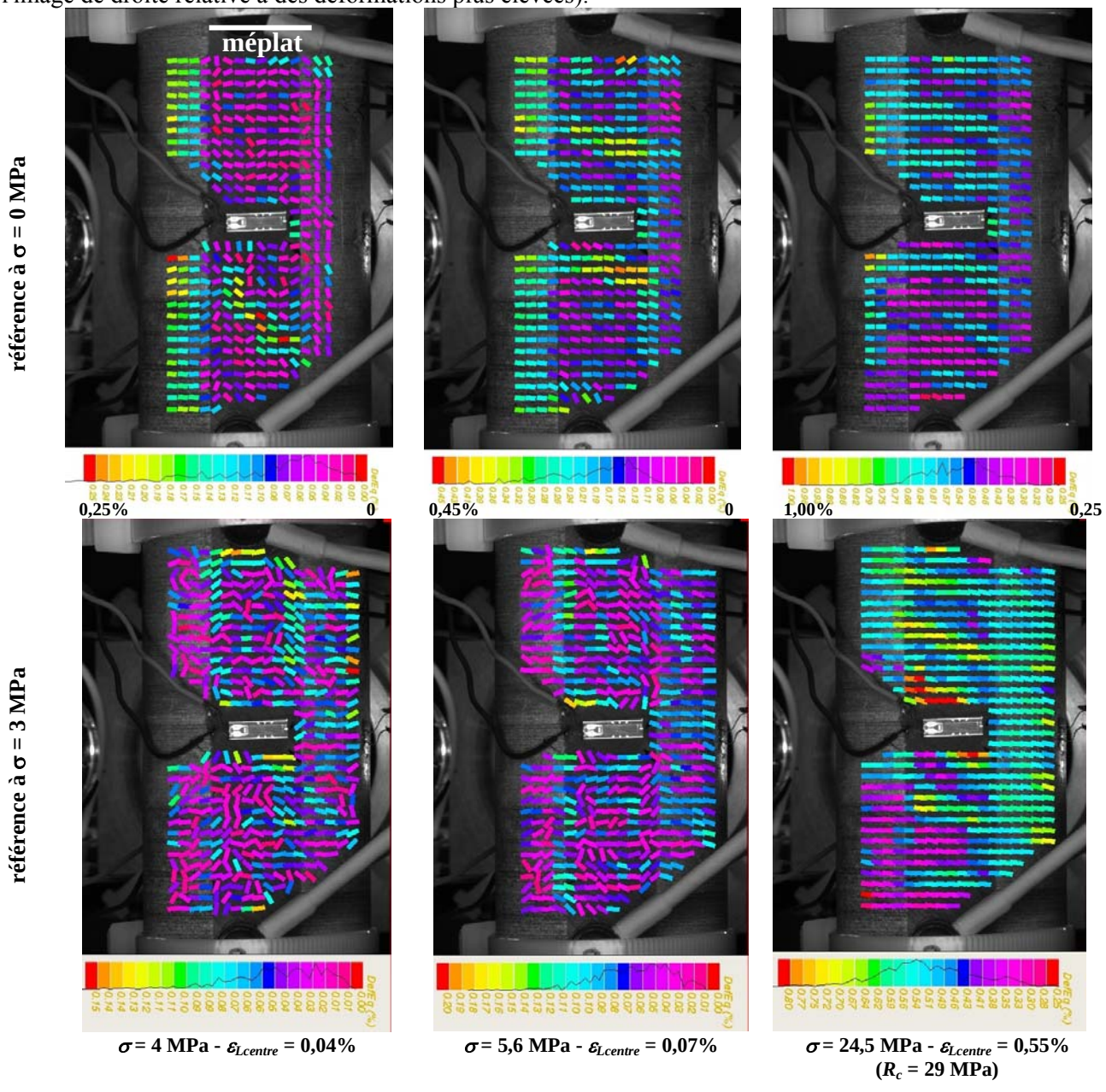
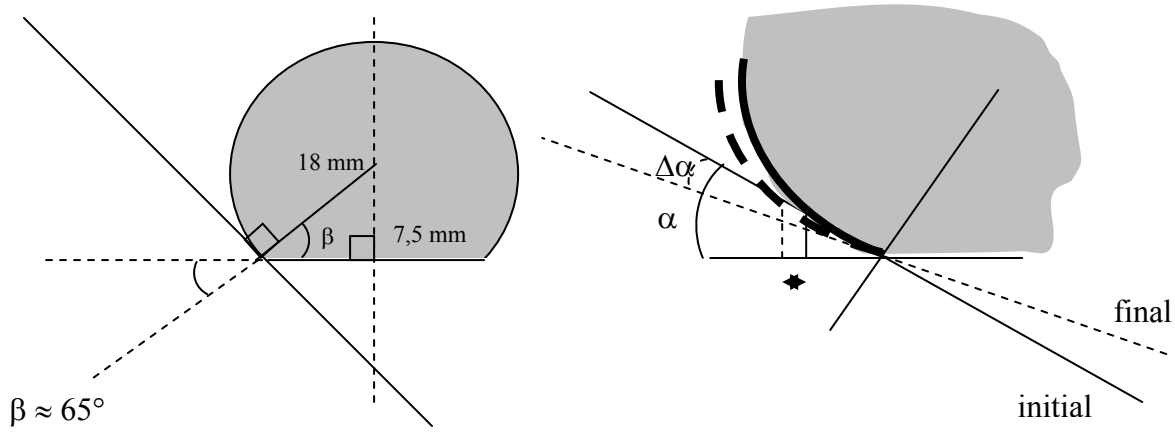



**Figure E.1 - Exemples d'erreurs du calcul des déformations dues à la géométrie de l'éprouvette.**

Les erreurs liées à la projection plane effectuée par la caméra sur le plan du méplat peuvent être quantifiées :




**section de l'éprouvette cylindrique circulaire avec méplat de 15 mm.**

**effet d'une rotation faible sur la visualisation de la surface hors méplat.**

**Figure E.2 - Influence d'une petite rotation de l'éprouvette sur le calcul des champs de déplacement.**

projection plane sur le plan du méplat :

position initiale : $\cos\alpha$

position finale : $\cos(\alpha+\Delta\alpha)$

De façon simplifiée, les déformations apparentes peuvent s'exprimer selon :

$$\varepsilon_{apparent}=\frac{\cos(\alpha+\Delta\alpha)-\cos\alpha}{\cos\alpha}=\frac{\cos\alpha.\cos\Delta\alpha-\sin\Delta\alpha.\sin\alpha-\cos\alpha}{\cos\alpha}\approx-\Delta\alpha.\tan\alpha$$

avec $\cos\Delta\alpha \approx 1$ , $\sin\Delta\alpha \approx \Delta\alpha$ et $\alpha \approx 25°$

Si $\varepsilon_{apparent}$ est de l'ordre de 0,1%, $\Delta\alpha$ est de l'ordre de 0,3°.

$\varepsilon_{apparent}$ est de l'ordre de 0,25%, $\Delta\alpha$ est de l'ordre de 0,05°.

Ainsi une très faible rotation peut entraîner des déformations apparentes importantes.

Ceci démontre aussi la nécessité d'un méplat plan pour réaliser la corrélation d'images à l'échelle Macro en particulier pour les niveaux faibles de déformation. La profondeur de champ importante à cette échelle nous avait initialement laissé penser que le méplat n'était pas indispensable.

## Effets de moiré :

Un certain nombre d'erreurs sont systématiques ou aléatoires lors des approximations effectuées dans le cas d'une translation sub-pixel, ce qui n'est pas lors de translations entières de pixel.
Dans l'approche sub-pixel, les erreurs aléatoires sont liées à des bruits d'origines diverses de la chaîne globale d'acquisition des images et à des marquages de contraste (naturels ou rajoutés) qui peuvent être eux aussi aléatoires. Les erreurs systématiques sont par contre liées aux approximations du calcul. Pour plus de détails, on pourra se reporter aux travaux de P.Doumalin [DOU 00]. Du point de vue de l'utilisateur, l'optimisation sub-pixel peut dans le cas de faibles déformations introduire un biais par une sur-estimation ou au contraire une sous-estimation du déplacement et ainsi des déformations comme l'illustre la Figure E.3 sur laquelle est reportée une courbe en forme de *S* reliant le déplacement réel et le déplacement estimé par corrélation.

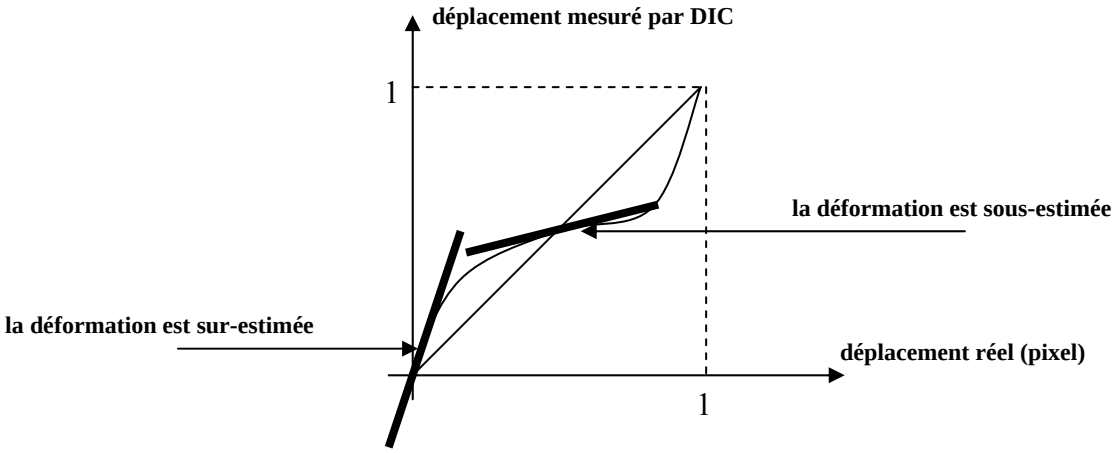
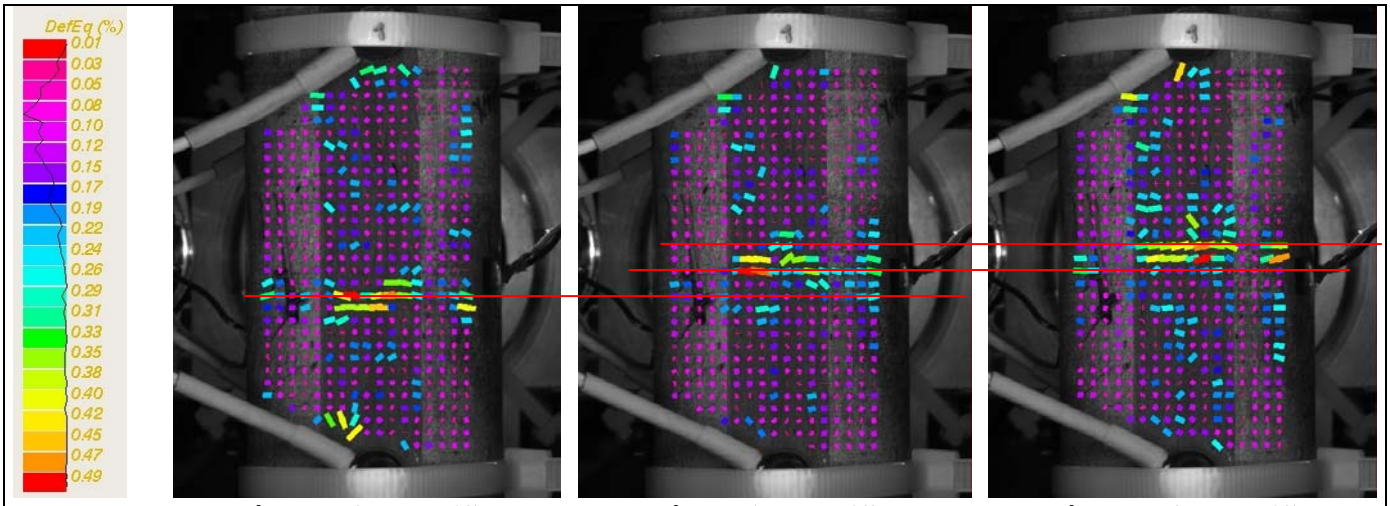



**Figure E3 - Estimation des déplacements par une approche sub-pixel.**

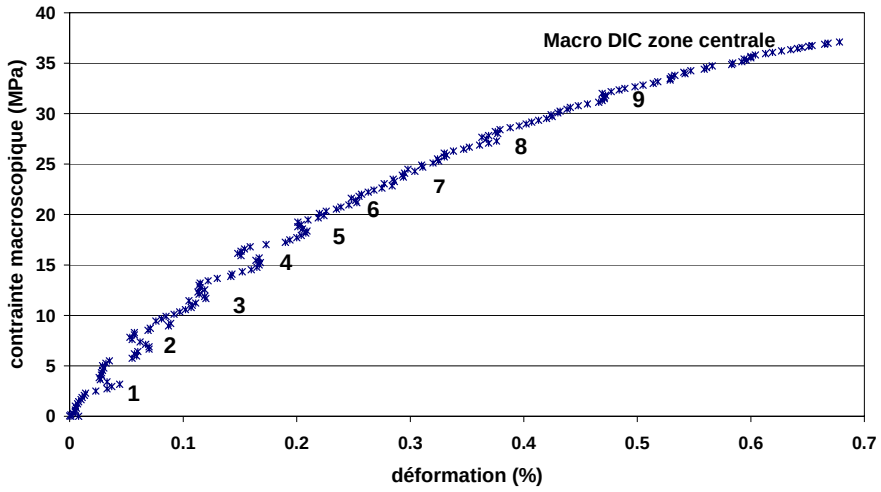
En terme de représentation sous forme de cartographie du champ des déformations, un effet de moiré est visible pour les faibles déformations et est repérable par des zones apparentes de déformation localisé, zones qui se déplacent lorsque l'on fait défiler les différentes images *déformées* (Figure E.4-a). Le pas de ce déplacement est lié aux résidus d'approximation du calcul des déplacements mesurés par *DIC*. Sur les représentations $\sigma_{macroscopique}$-$\varepsilon_{local}$, ce phénomène est visible par des oscillations sur les déformations, le nombre de ces oscillations peut être estimé comme illustré sur la Figure E.4-b, à partir des déformations maximales et du système optique (représentation physique d'un pixel).

Pour limiter cet effet de moiré, il est possible de réaliser plusieurs optimisations sub-pixel successives, ce qui améliore ainsi le résidus.




**étape n-1 ($\varepsilon_{L\ centre}$ = %)** **étape n ($\varepsilon_{L\ centre}$ = %)** **étape n+1 ($\varepsilon_{L\ centre}$ = %)**

**(a) effet de moiré sur cartographies successives (déplacement de la bande de "*fausses déformations locales*" correspondant au résidus de l'optimisation sub-pixel).**




**(b) $\sigma_{macroscopique}$-$\varepsilon_{local}$,**

nombre d'oscillation :
la déformation maximale est de 0,7% pour une hauteur d'éprouvette de 72 mm, soit un déplacement global de 500 µm.
un pixel de la caméra représente physiquement 55 µm.
ainsi, l'optimisation sub-pixel "*passe*" par la courbe en *S*, un nombre de fois égal à 500/55 ≈ 9 qui correspond au nombre d'oscillations visibles sur la courbe.

**Figure E.4 - Exemples d'erreurs liées à l'optimisation sub-pixel.**

## E2 – Orientation $\theta = 90°$

**déformations mesurées par jauges de déformation**

Les courbes $\sigma$–$\varepsilon$ établies à partir des jauges de déformation sont reportées sur la Figure E.5 pour chaque humidité ; les courbes $\varepsilon_{volumique}$-$\varepsilon_{axiale}$ sont données en Figure E.6.

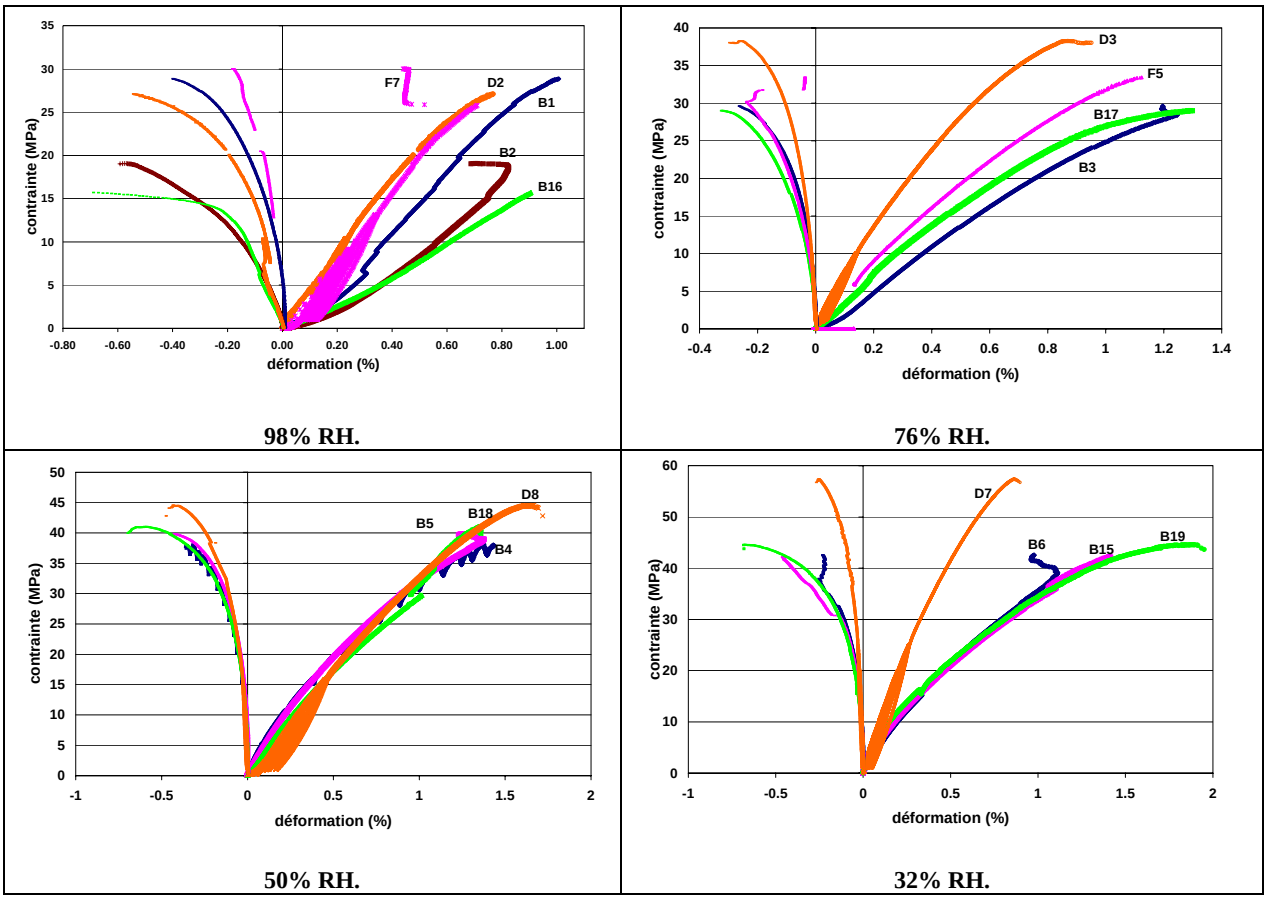



**Figure E.5 - Courbes σ–ε établies à partir des jauges.**

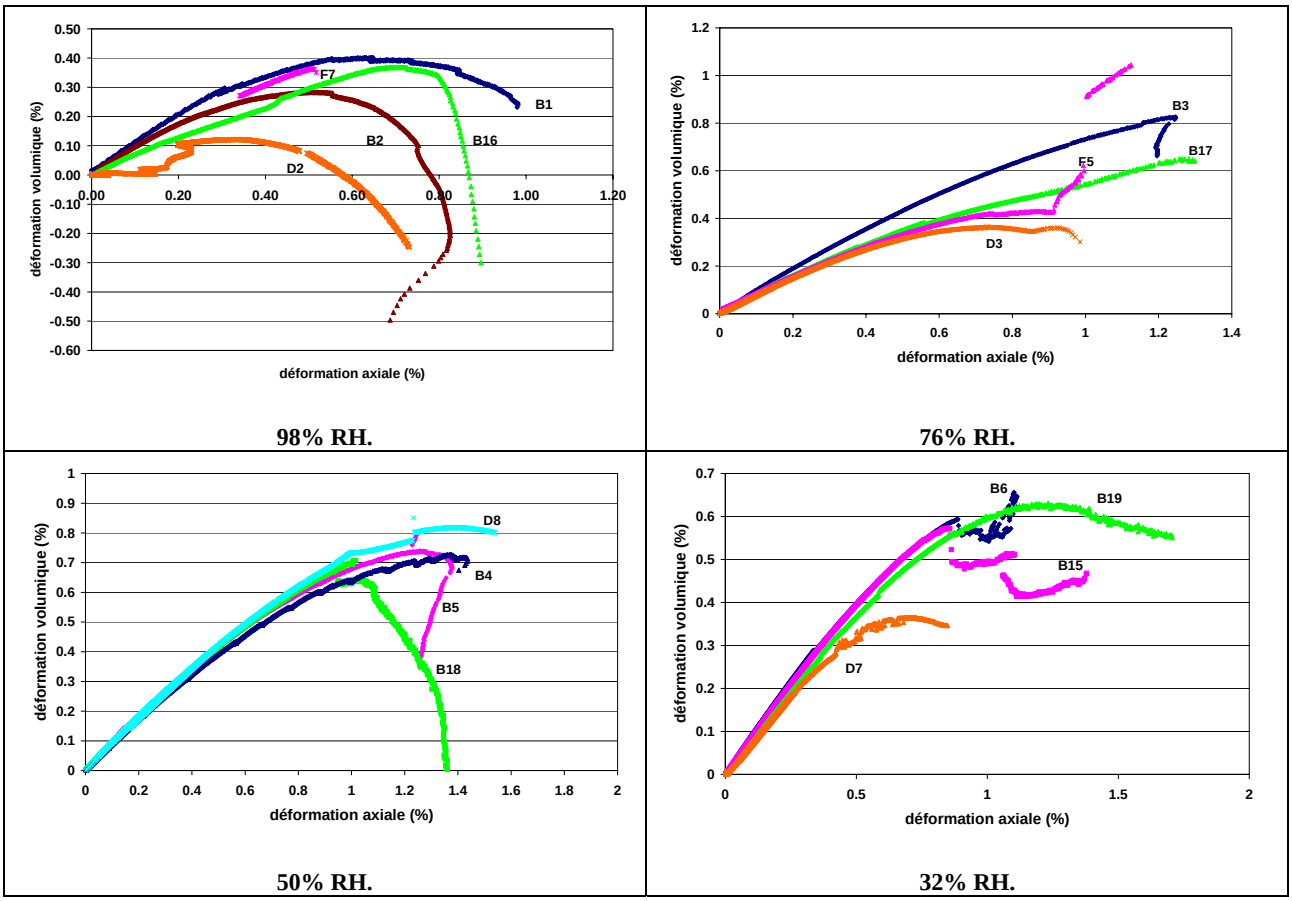
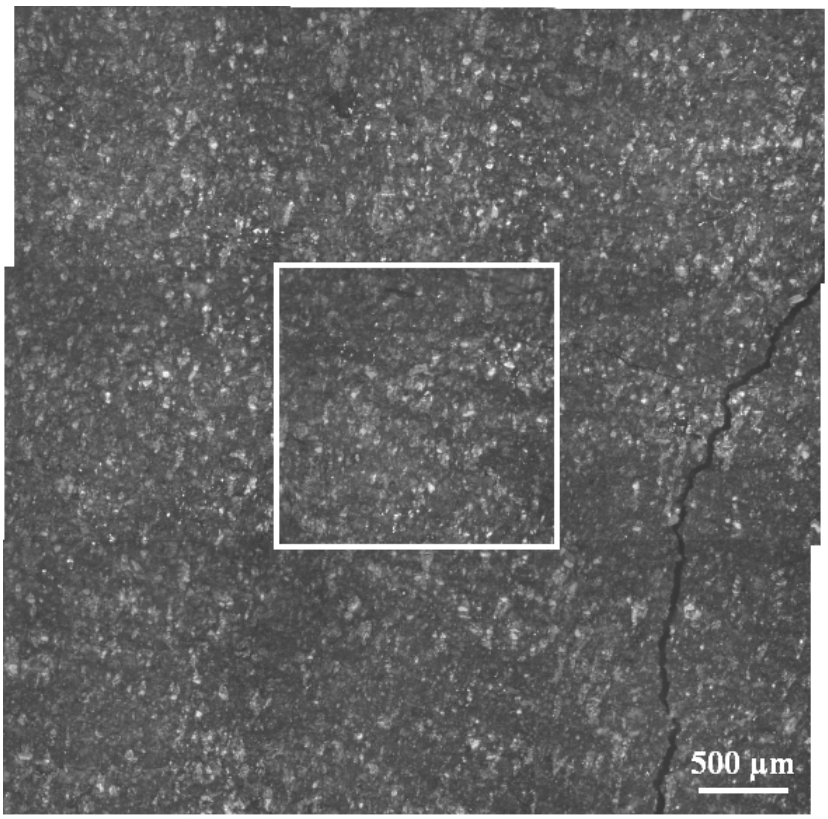


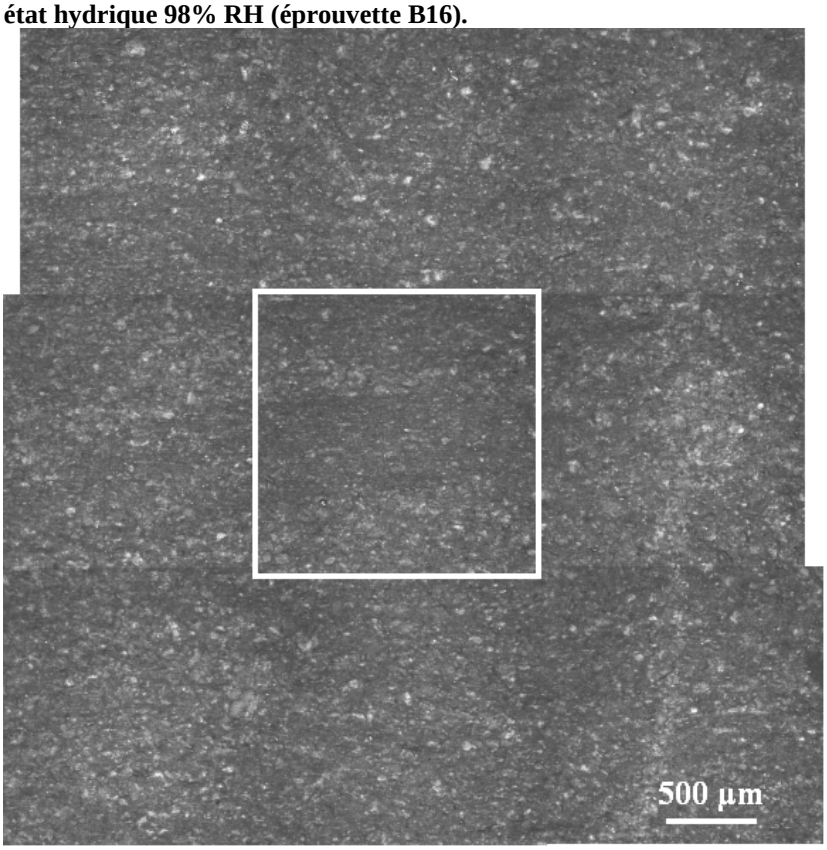

**Figure E.6 - Courbes $\varepsilon_{volumique}$-$\varepsilon_{axiale}$ établies à partir des jauges.**

**champ suivi en Micro DIC**

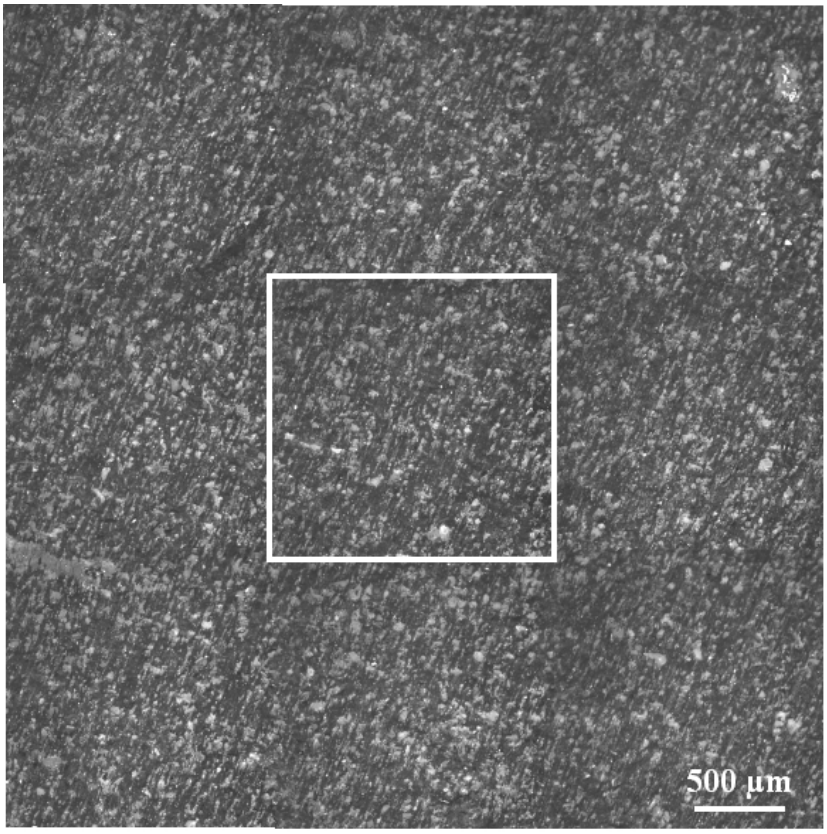
Les Figures suivantes présentent la microstructure des champs contigus au champ (central entourant en blanc) suivi en Micro DIC lors des essais de compression.



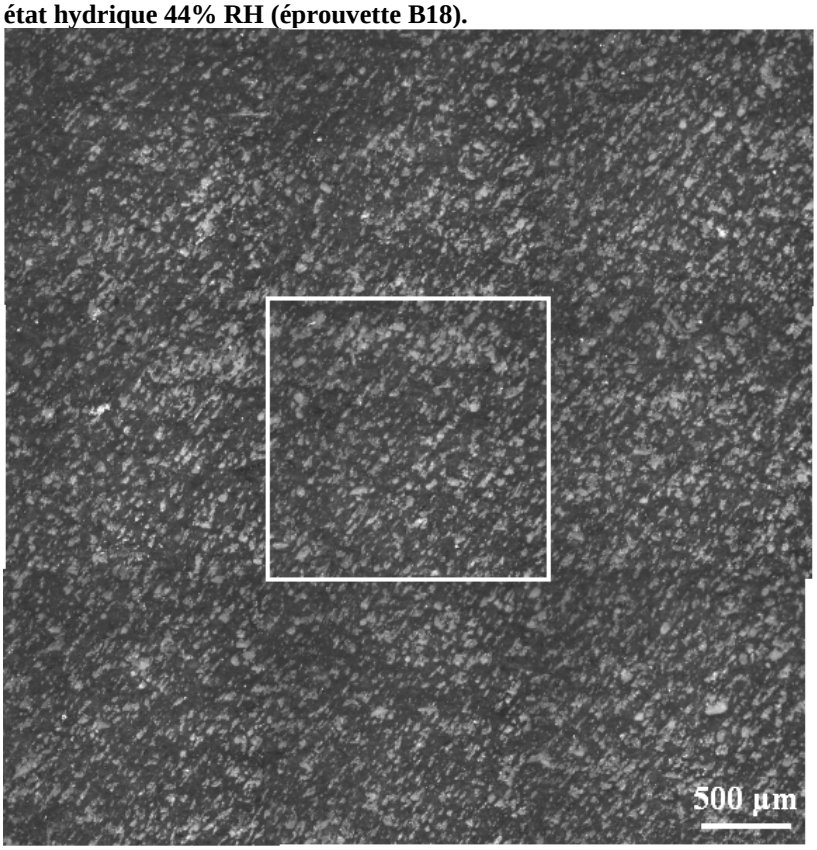

**état hydrique 98% RH (éprouvette B16).**




**état hydrique 76% RH (éprouvette B17).**




**état hydrique 44% RH (éprouvette B18).**

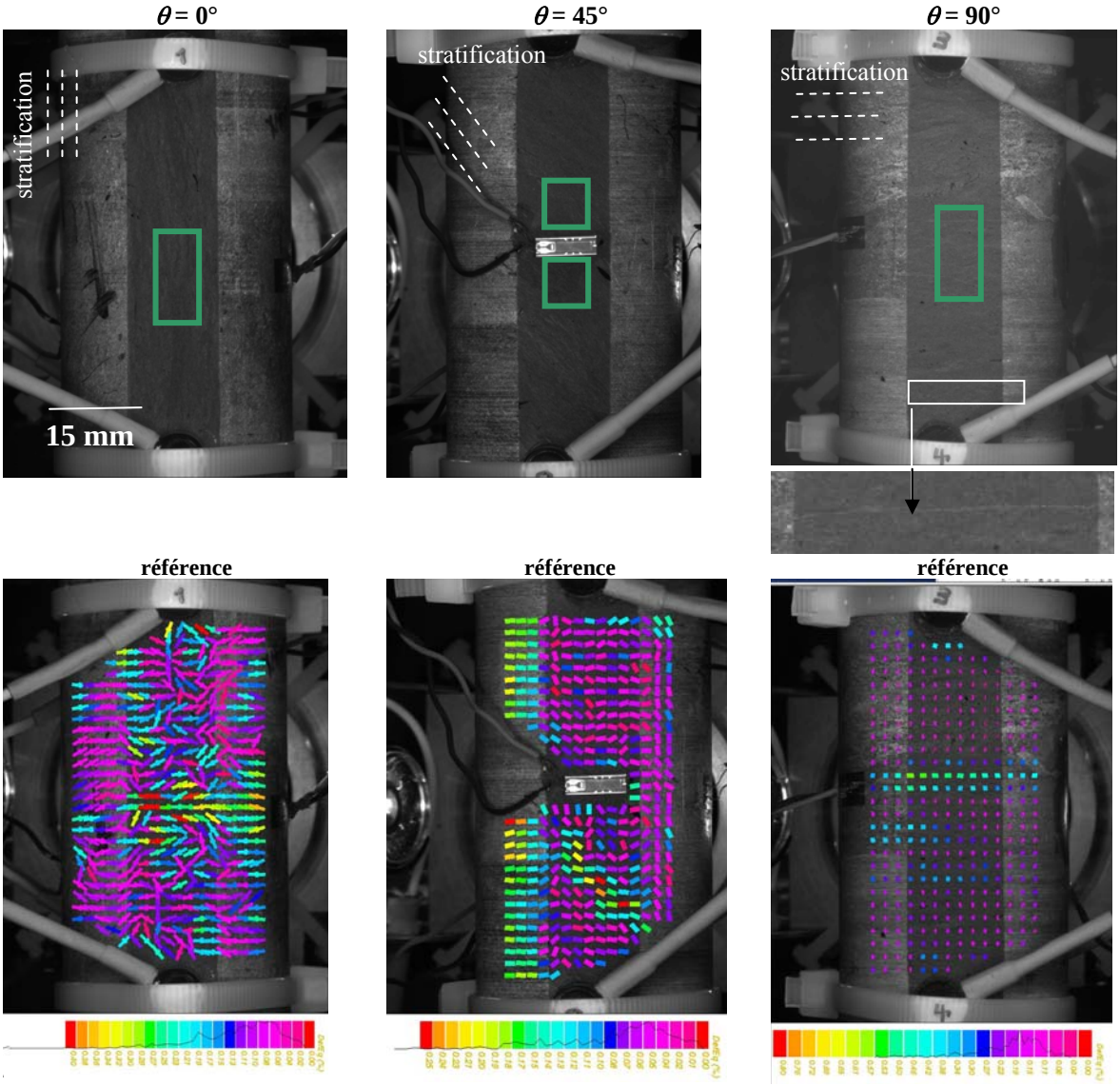



**état hydrique 32% RH (éprouvette B19).**

## E3 - Anisotropie

Sont données par la suite les cartographies de déformation équivalente établies à 76% RH pour les trois angles $\theta = 0$, 45 et 90°, aux échelles Macro DIC (Figure E.7) et Micro DIC (Figure E.8).

### Cartographies des déformations Macro DIC



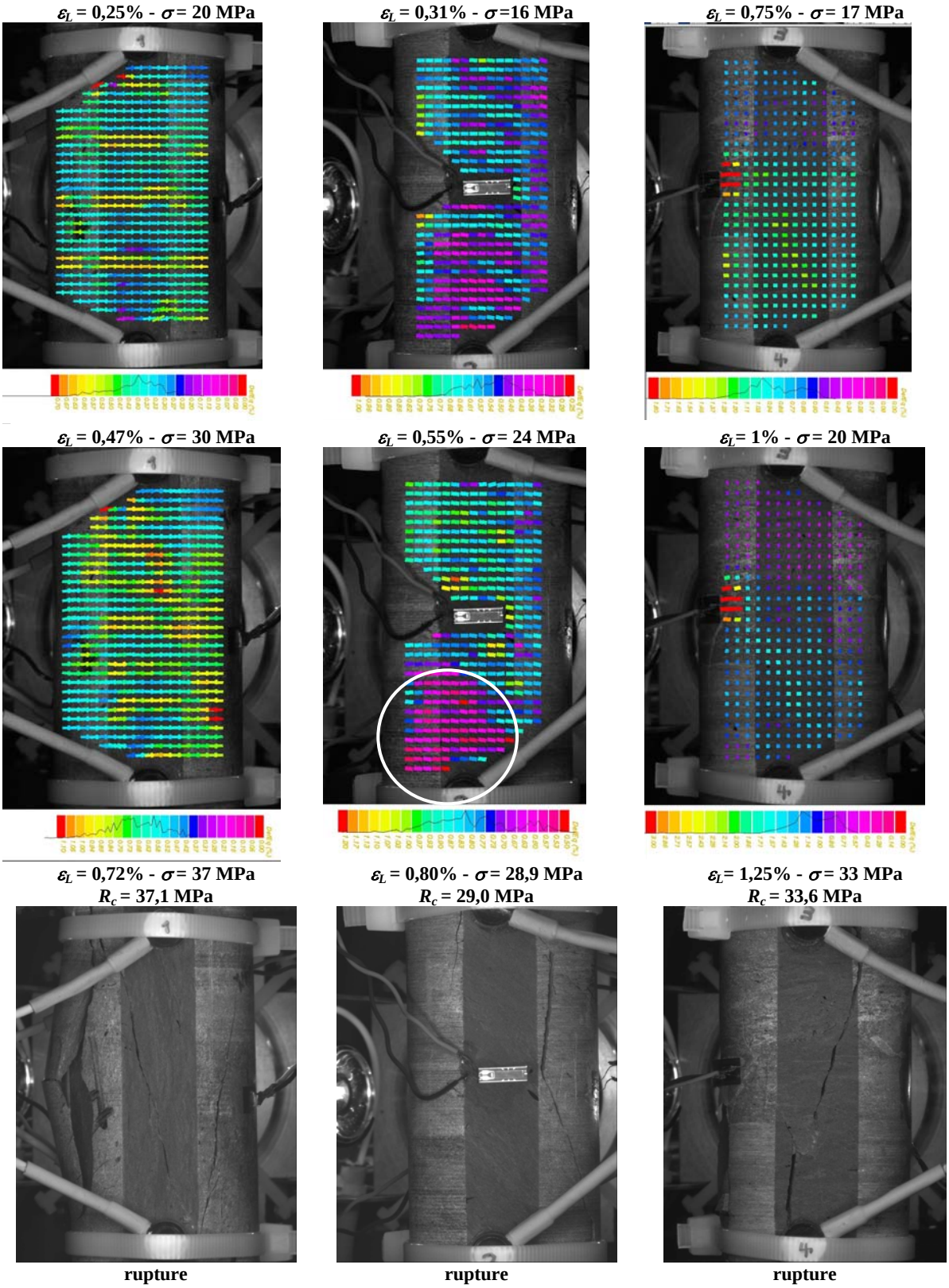
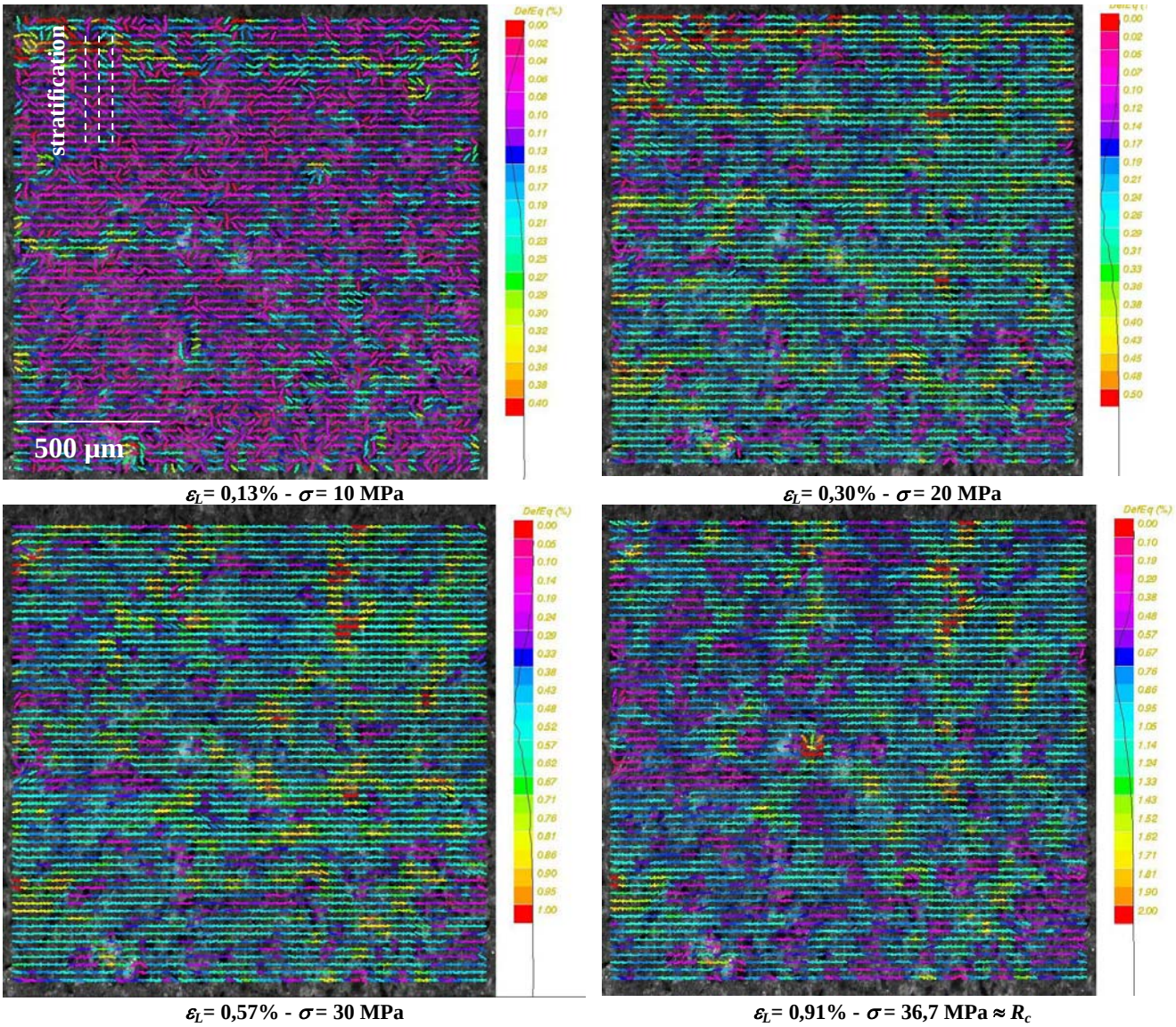



**Figure E.7 – Cartographies des déformations et fractographies pour les trois directions à l'état hydrique 76% RH.**

**La déformation axiale $\varepsilon_L$ mentionnée correspond aux données Macro DIC de la zone centrale verte et que la contrainte $\sigma$ est la contrainte macroscopique uniaxiale.**

## Cartographies des déformations Micro DIC




$\varepsilon_L$ = 0,13% - $\sigma$ = 10 MPa

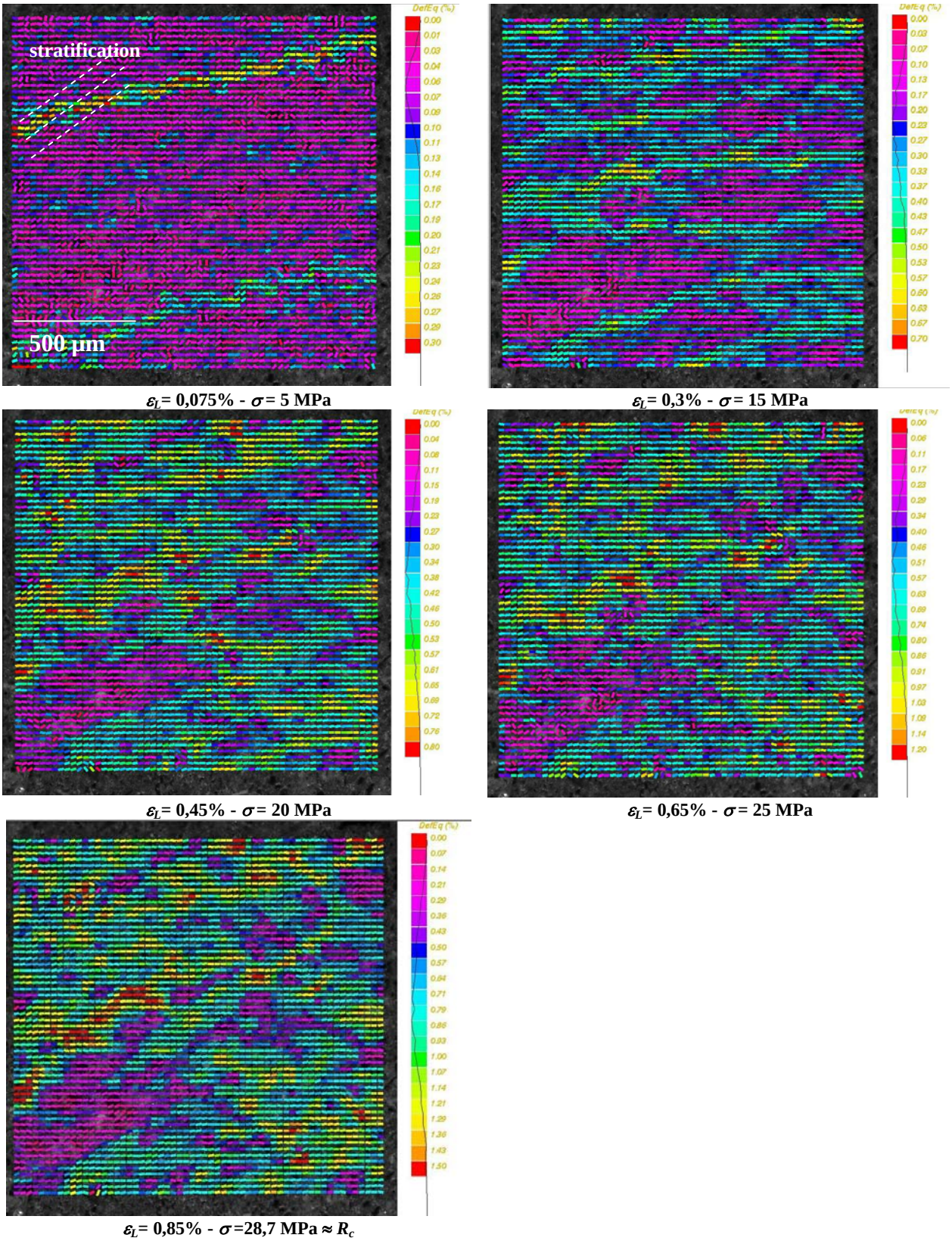
$\varepsilon_L$ = 0,30% - $\sigma$ = 20 MPa

$\varepsilon_L$ = 0,57% - $\sigma$ = 30 MPa

$\varepsilon_L$ = 0,91% - $\sigma$ = 36,7 MPa ≈ $R_c$

**Figure E.8-a – Orientation $\theta = 0°$ : cartographies ($\varepsilon_{équivalent}$) à différents stades de chargement.**

**La déformation axiale $\varepsilon_L$ mentionnée correspond au champ global en Micro DIC (soit de taille 1,5×1,5 mm$^2$) et que la contrainte $\sigma$ est la contrainte macroscopique uniaxiale.**




$\varepsilon_L$= 0,075% - $\sigma$= 5 MPa

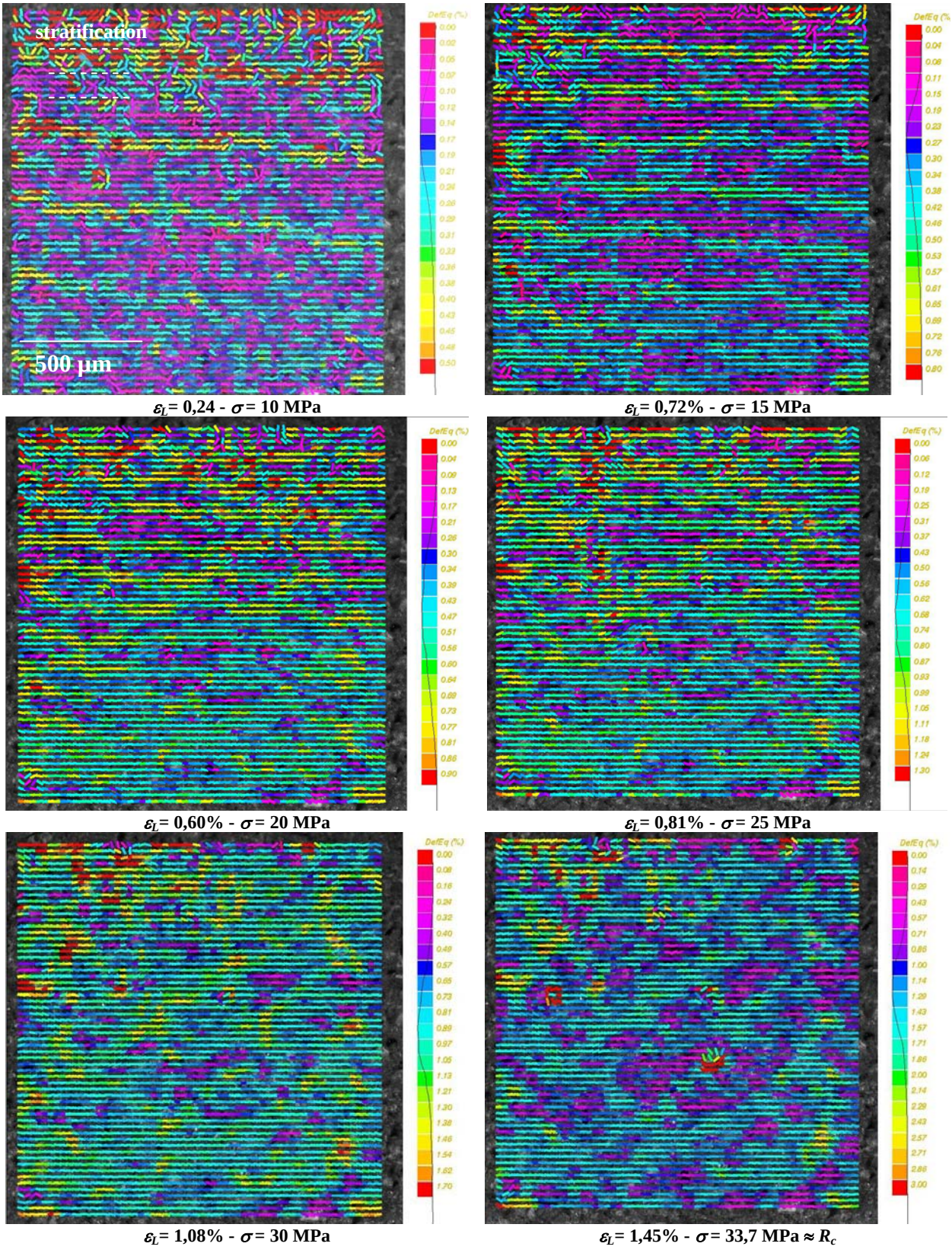
$\varepsilon_L$= 0,3% - $\sigma$= 15 MPa

$\varepsilon_L$= 0,45% - $\sigma$= 20 MPa

$\varepsilon_L$= 0,65% - $\sigma$= 25 MPa

$\varepsilon_L$= 0,85% - $\sigma$=28,7 MPa ≈ $R_c$

**Figure E.8-b – Orientation $\theta$= 45° : cartographies ($\varepsilon_{équivalent}$) à différents stades de chargement.**




$\varepsilon_L$ = 0,24 - $\sigma$ = 10 MPa

$\varepsilon_L$ = 0,72% - $\sigma$ = 15 MPa

$\varepsilon_L$ = 0,60% - $\sigma$ = 20 MPa

$\varepsilon_L$ = 0,81% - $\sigma$ = 25 MPa

$\varepsilon_L$ = 1,08% - $\sigma$ = 30 MPa

$\varepsilon_L$ = 1,45% - $\sigma$ = 33,7 MPa ≈ $R_c$

**Figure E.8-c – Orientation $\theta = 90°$ : cartographies ($\varepsilon_{équivalent}$) à différents stades de chargement.**

La Figure E.9 mentionne les zones d'intérêt choisies à prédominance de phases argileuses et de carbonates/quartz. A partir de ces zones, sont extraites les déformations locales reportées sur les courbes $\sigma_{macroscopique}$ - $\varepsilon_{locale}$.

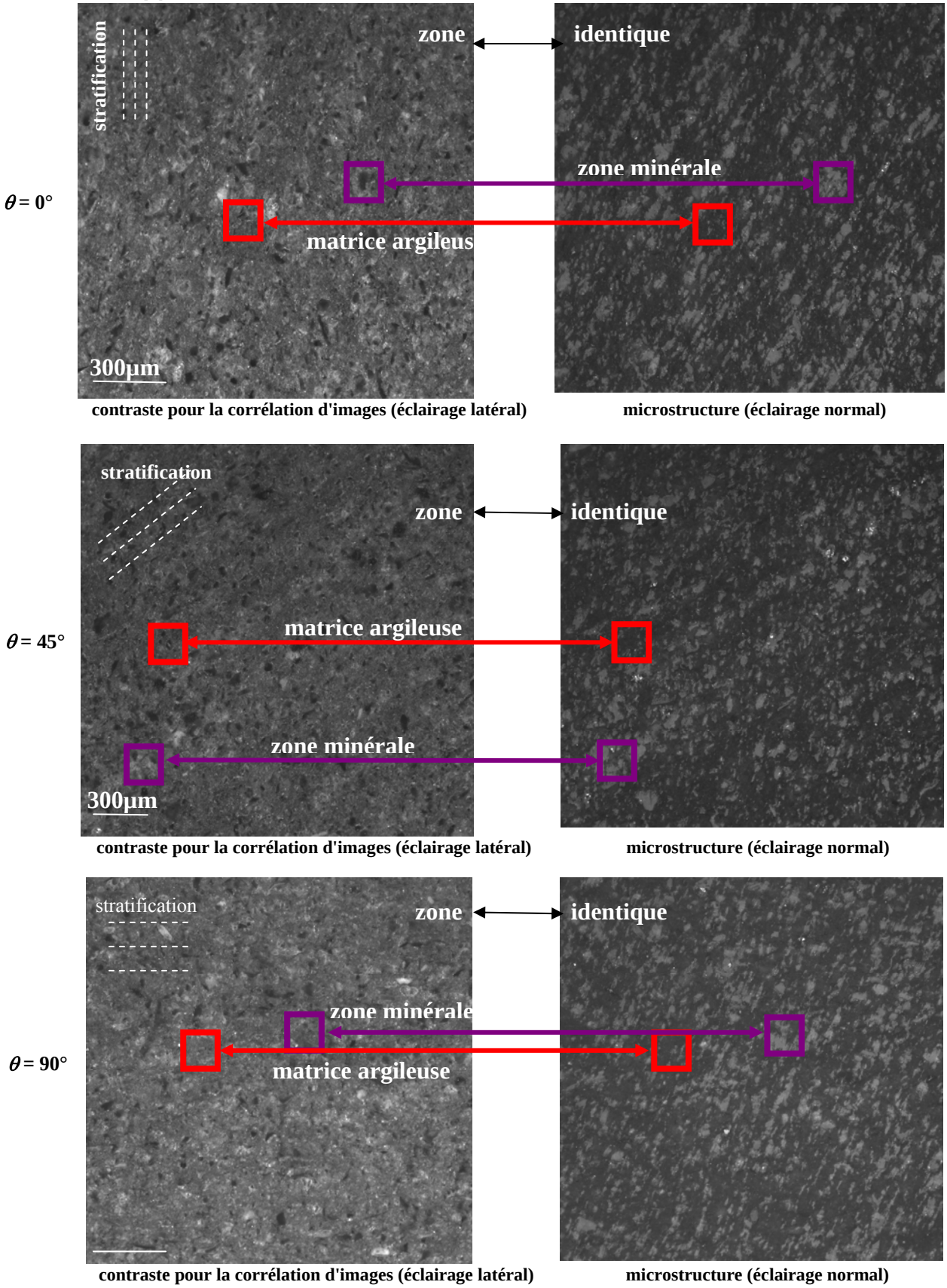
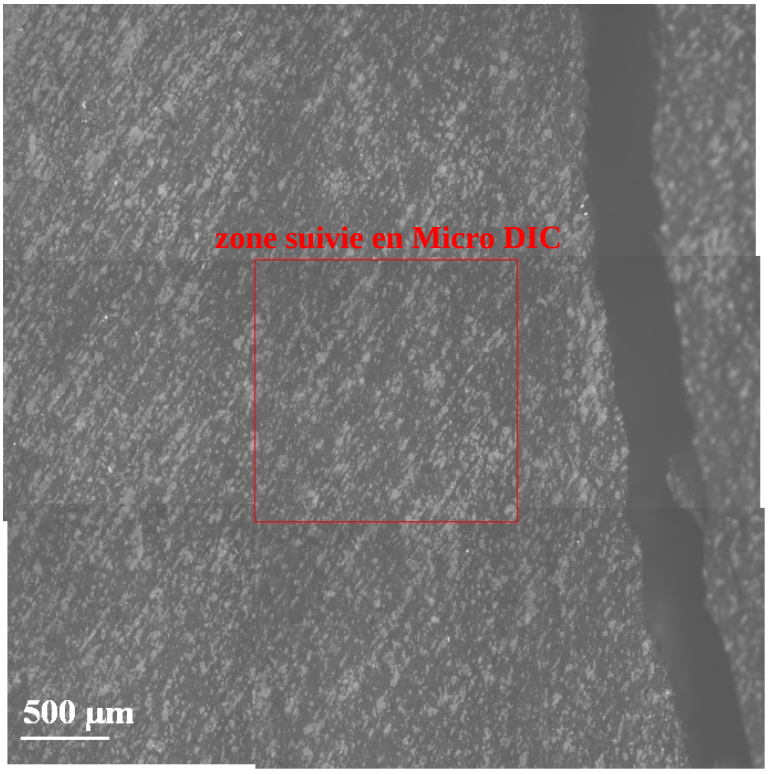



**Figure E.9 – Zones choisies en fonction de leur phase minéralogique dominante.**

Les Figures E.10 et E.11 montrent la fissuration lors de la rupture finale à l'échelle Micro dans le cas d'échantillons ayant suivi une succion à 76% RH et orientés respectivement selon $\theta = 0°$ et $\theta = 90°$.



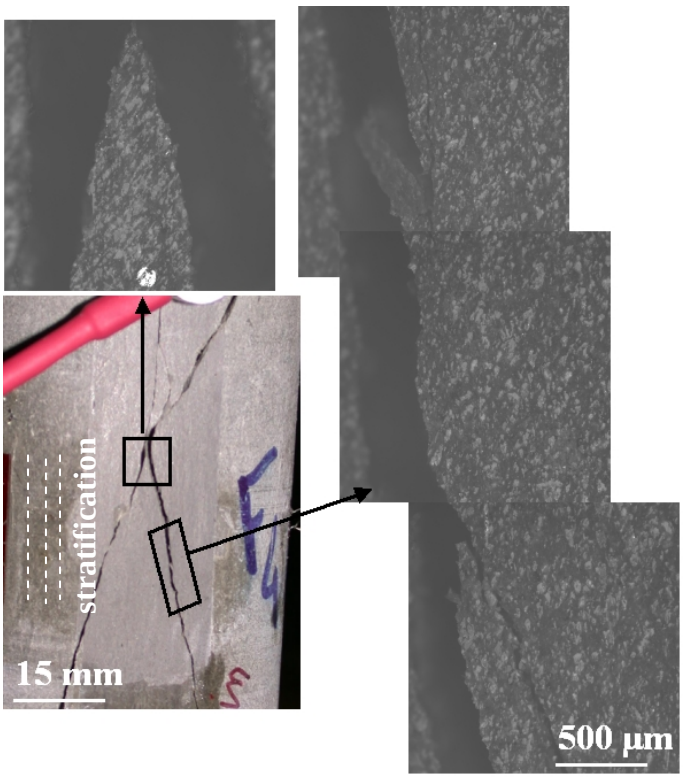




**Figure E.10 - Détails de la rupture à l'échelle Micro pour l'éprouvette orientée selon $\theta = 0°$ à 76% RH (F4).**

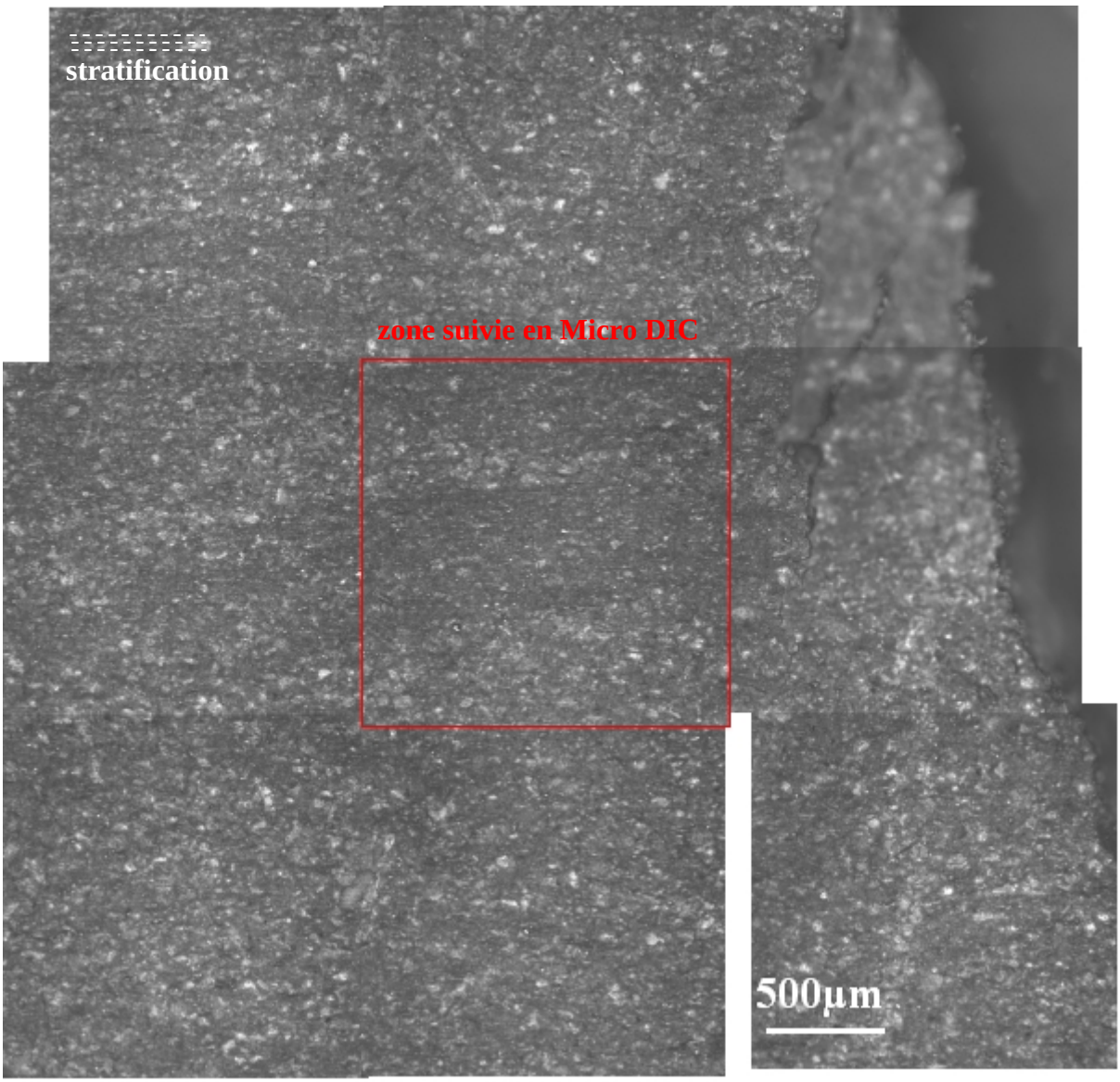



**Figure E.11 - Détails de la rupture à l'échelle Micro pour l'éprouvette orientée selon $\theta$ = 90° à 76% RH (B17).**

# Annexe F - Propriétés hydro-mécaniques de l'argilite de Tournemire

Par la suite, nous présentons des travaux que nous avons menés sur l'argilite de Tournemire et qui concernaient les propriétés hydro-mécaniques abordées à une échelle macroscopique. Ils ont permis de mettre au point les dispositifs de succion par vapeur d'eau, instrumentés en mesure de masse et de déformations.

ELSEVIER

Available online at www.sciencedirect.com
SCIENCE DIRECT®

Applied Clay Science 26 (2004) 197–207

Applied CLAY Science

www.elsevier.com/locate/clay

## Experimental study of the influence of the degree of saturation on physical and mechanical properties in Tournemire shale (France)

F. Valès[a,*], D. Nguyen Minh[a], H. Gharbi[a], A. Rejeb[b]

[a] *LMS Ecole Polytechnique, 91128 Palaiseau Cedex, France*
[b] *Institute of Radioprotection and Nuclear Safety, Fontenay aux Roses, France*

Received 9 December 2002; received in revised form 1 October 2003; accepted 3 October 2003
Available online 2 April 2004

**Abstract**

In addition to direct mechanical perturbations, an excavation influences rock conditions (mechanical, hydraulic and chemical properties). The internal fluids could be drastically modified and, in particular, the presence of water in the rock with regard to hydration and desiccation. The aim of the present study is to investigate the influence between the degree of saturation and the physical/mechanical properties for Tournemire shale rock. Anisotropy effects are also studied to identify hydromechanical behaviour. The different degrees of saturation are imposed by controlled suctions with continuous measurement of physical parameters such as weight and deformations. The volume variations (swelling or shrinkage behaviour) would result principally from the opening or closing of the inter-layers space. Uniaxial and triaxial compressive tests are carried out in order to attempt to establish a relationship between different mechanical parameters (elastic and failure data) and the sample saturation. The mechanical behaviour is sensitive to the saturation state of the shale with an important part of the stratification and its relative orientation to the mechanical stress.
© 2004 Elsevier B.V. All rights reserved.

*Keywords:* Shale; Hydromechanical behaviour; Imposed suction; Anisotropy; Saturation/de-saturation

### 1. Introduction

One of the major objectives of the hydromechanical behaviour studies of nuclear-waste storage in deep geological formations is to assess their stability and performance under variable hygrometry atmospheres. These perturbations can induce opening of new cracks in the disposal site, and loss of confinement properties of the geological barrier.

In 1988, the Institute of Radioprotection and Nuclear Safety (IRSN), a state agency in charge of safety assessment in the field of nuclear activities, selected the Tournemire site (Aveyron, France) to study the confining properties of argillaceous media. A 100-year-old railway tunnel gives access to a layer of Toarcian shales and marls. The tunnel is about 2 km long and 250 m deep; the shale layer in which the tunnel is dug out, is 250 m thick and lies between two limestone layers (Fig. 1) (Rejeb, 1999) (Cabrera Nunez et al., 2001).

In 1996, two lateral 30-m-long drifts were excavated from the central part of the tunnel. Different cracks could be observed in the drifts: (i) fractures at the wall of the gallery induced by decompression of the rock,

* Corresponding author. Tel.: +33-1-69-33-33-36; fax: +33-1-69-33-30-26.
*E-mail address:* vales@lms.polytechnique.fr (F. Valès).

0169-1317/$ - see front matter © 2004 Elsevier B.V. All rights reserved.
doi:10.1016/j.clay.2003.12.032

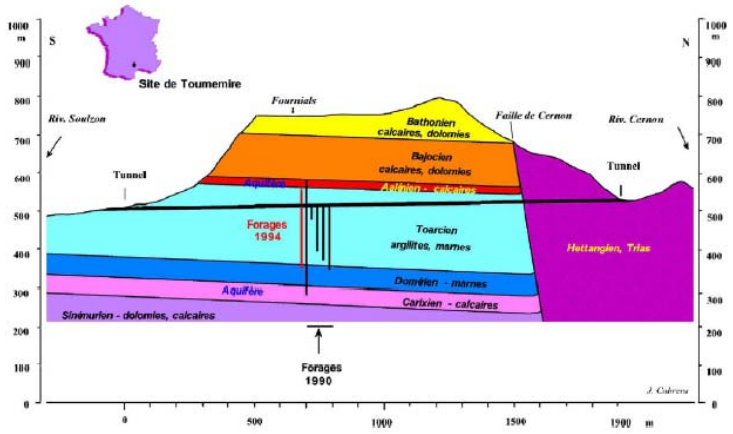



Fig. 1. Geological cross-section of the Tournemire site (Cabrera Nunez et al., 2001).

(ii) existing tectonic fractures in the rock mass, (iii) a set of regularly spaced (20 cm) horizontal cracks, developed shortly after excavation on the front faces, parallel to the bedding planes. Opening and closing of the cracks can be observed; they are governed by the de-saturation and re-saturation of the argillaceous medium due to the seasonal variations of temperature and humidity in the gallery. Cracks open in dry atmosphere (40% RH, during winter) and close in water-saturated atmosphere (superior than 70% RH, during summer) in direct correlation with hydration/de-hydration of the rock. Daupley (1997) carried out an experimental characterization of shale behaviour under moisture and mechanical stress. In particular, the influence of the water potential variations on the shale behaviour was investigated (moisture transfer, relationship between the water content and the suction, and between the water content and the specific volume).

To understand the effects of the humidity conditions on shale rocks (Bergues and Nguyen Minh, 1999), the Laboratoire de Mécanique des Solides (LMS) conducted an experimental program to determine the effects of water saturation on the physical and mechanical properties of Tournemire shales. The correlation between the water in the material and the mechanical properties are required as input data to an hydromechanical (HM) model. Recently, Ramambasoa (2001) proposed a theoretical approach of the HM coupling based on use of the chemical potential as state variable describing the non-solid phases.

The aim of this work is to provide physical and mechanical data as a function of water saturation. To obtain different water saturations (from quasi-dry to quasi-saturated atmospheres), shale samples were put in equilibrium with atmospheres whose relative humidity was controlled. During these saturation or de-saturation steps, the changes in physical parameters (weight, length, local strains) are recorded. This measurement provides an evaluation of the kinetics of the mass transfer process. Furthermore, for the different saturation states, a mechanical characterization (compressive tests with and without confinement) is performed.

## 2. General description of Tournemire shale

The indurated argillaceaous rocks, or shales, of the Tournemire site are well-compacted rocks. The mineralogy of this argillaceous rock (Cabrera Nunez et al., 2001) is characterized by a predominant clay fraction (40–50%) made up of 15–20% of mixed layer illite/smectite, 15–25% of illite, 15–25% of kaolinite and smectite. Calcite is the predominant carbonate (10–30%); dolomite is present in small proportions. Quartz occurs as grains (10–20%). In the initial state (i.e. at the sample receipt at the laboratory), the degree of saturation is assumed to be close to 0.90–0.95 with a native water content close to 3.5–4%. The rock is not completely saturated, perhaps due to desiccation during the after sampling storage period. The total porosity is between 6.50% and 7.10% (Cabrera Nunez et al., 2001).

Tournemire shale shows thinly bedded clay minerals with a typical anisotropic texture (Rejeb, 1999; Cabrera Nunez et al., 2001). Subsequently, as illustrated schematically in Fig. 2, a coordinate system $(x,y,z)$ can be attached to the stratified structure of the shale (the $z$-axis is normal to the bedding planes which are defined by the two axes $x,y$). The angle $\theta$ is defined as the angle between the bedding plane $(x,y)$ and the vertical axis.

To investigate the effect of anisotropy, three sampling directions ($\theta = 0°$, 45° and 90°) are used.

Tectonic fracturing and excavation-induced fractures are both present in the medium. The mechanical and hydrological environment could have important influence on the local composition and microstructure (newly formed porosity, fractures partially sealed by calcite, for example) (Charpentier et al., 2003). For this study, samples were bored in an area remote from the identified fractures to provide data of non-disturbed medium. In order to avoid changes in the water content, samples were bored with air, wrapped up with aluminium tight paper and paraffin, and stored at 5 °C before testing.



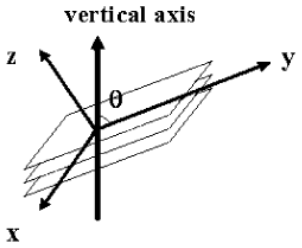



Fig. 2. Coordinate system associated to the shale bedding structure.

## 3. Principle

To obtain different degrees of water saturation, standard methods used in soil engineering were used during this testing program (Delage et al., 1998; Cuisinier and Masrouri, 2003; Al-Shayea, 2001). Rock samples are put in a tight box whose humidity is controlled; no mechanical loading is applied. The relative humidity imposes, using specific saline solutions, a suction pressure to the rock as given by Kelvin relationship:

$$s = \rho_w RTM^{-1} \ln(H/100)$$

where $s$ is the suction (Pa), $\rho_w$ the water density (kg/m$^3$), $R$ the universal gas constant (J/mol/K), $T$ the absolute temperature (K) and $H$ the relative humidity (% RH). Some examples of relative humidity and corresponding suction values are given in Table 1.

Different saline solutions were selected to cover the range of relative humidity measured over a year in the existing gallery.

During these suctions, different parameters are recorded continuously (see Fig. 3): weight, global deformations recorded with high-resolution Linear Variable Differential Transformer (LVDT) sensor, and local deformations measured with strain gauges (see Fig. 4).

When weight and strain evolutions are stabilized, the sample is assumed to be in equilibrium with the controlled humidity atmosphere. Then, mechanical

Table 1
Controlled suctions and saturations

| Relative humidity (% RH) | Initial State | 98 | 76 | 50 | 36 | <5 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Suction (MPa) | – | 2.8 | 38.4 | 97.0 | 142.9 | >419 |
| $w$ (%) | 3.42 | 3.52 | 2.98 | 2.07 | 1.64 | 0.60 |
| $S$ | 0.90 | 0.95 | 0.85 | 0.60 | 0.45 | 0.20 |

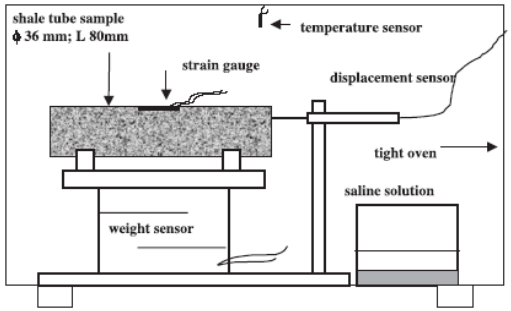



Fig. 3. Experimental saturation device.

tests are performed to obtain the requested parameters (elastic parameters and rock strength). Five suctions are conducted at different relative humidity steps (98% RH, 76% RH, 50% RH, 36% RH and close to 0% RH).

During the de-saturation/re-saturation tests and the mechanical characterization, deformations are important parameters; they allow to identify and quantify shrinkage or swelling, and to determinate the mechanical behaviour. One strain gauge is put in the axial direction of the sample (or axial stress direction) to measure longitudinal deformation ($L$). Because of the transverse isotropic structure, two strain gauges are necessary to determine transverse deformations (in the planes perpendicular ($T$) and parallel ($T'$) to the plane of isotropy) for the directions $\theta = 0°$ and 45° (for $\theta = 90°$, the axial stress is normal the plane of isotropy so only one transverse strain gauge is necessary, whatever its location is). Fig. 4 illustrates the position of the gauges depending of the drilling direction.

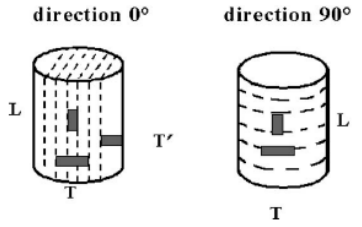



Fig. 4. Positions of the strain gauges (the dotted lines indicate the natural stratification; the gauges are mentioned by $L$, $T$, $T'$).

For each sample, the water content ($w$) and the degree of saturation ($S$) are estimated. All the results of physical and mechanical measurements are presented as a function of the degree of saturation.

## 4. Influence of saturation on physical properties

De-saturations are conducted with increasing suction (from 2.8 to close to 400 MPa)—i.e. by decreasing the relative humidity from 98% RH to close to 0% RH. Table 1 gives the water content $w$ and degree of saturation $S$ obtained after the different suctions. The three directions provide very similar results when weight loss or gain are concerned, so the values given in Table 1 are averaged without distinction with regard to sample orientation.

During each suction, the sample instrumentation allows continuous estimates of weight changes and deformation. The data give information on the correlation between the loss/gain of mass and shrinkage/swelling. This method provides information on transfer kinetics, but the obtained data depend on the geometry of the sample.



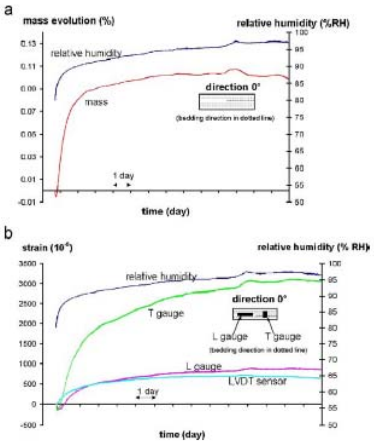



Fig. 5. Saturation at 98% RH: weight and strain evolutions versus time for a sample drilled at direction $\theta = 0°$. (a) Weight evolution during 98% RH saturation. (b) Strains evolution during 98% RH saturation.

Fig. 5 gives the evolution of weight and strains ($L$ and $T$) for a sample drilled parallel to the bedding plane ($\theta = 0°$ direction) from its initial state to 98% RH step. The evolution of the relative humidity is recorded; the increase in relative humidity at the beginning of the test is due to the opening of the tight box when samples are set. In Fig. 5a, the sample mass increases (by close to 0.1%) over 5 days; this gain is in accordance with the estimation of $S$ at the initial state (close to 0.95); swelling is observed (see Fig. 5b): the gauge and the global displacement sensor in the bedding plane give identical strains (no scale effect) lower than the strain in the perpendicular plane (ratio 3).

This qualitative result suggests that the swelling could be due to opening of inter-layers. It can be inferred from these observations, that these inter-layer spaces may also represent privileged paths for moisture diffusion and water transfer.

Fig. 6 summarises the evolution of physical parameters for the other saturations with drier atmospheres.

- From weight and strain evolutions, the initial degree of saturation of the rock can be estimated close to $S = 0.90$.
- The loss of weight is inversely proportional to the degree of saturation (refer to Fig. 6a). For the three directions, curves are parallel, with a shift due to an initial de-saturation of the rock samples

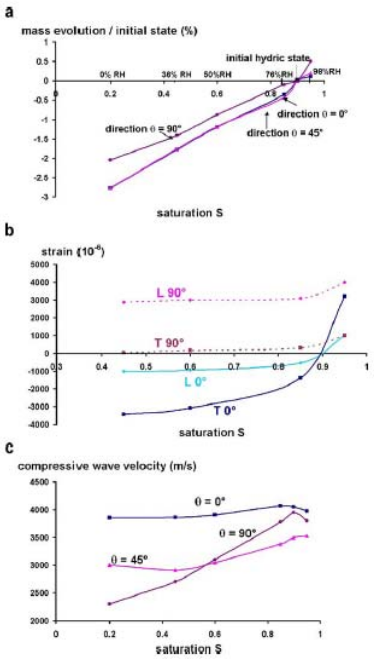



Fig. 6. Physical parameters evolutions versus the degree of saturation for all samples. (a) Weight evolution versus saturation. (b) Strains evolution versus saturation. (c) Compressive wave velocity evolution versus saturation.

in the direction $\theta = 90°$. In the driest atmosphere (with silica gel at relative humidity close to 0% RH), water is still present in the rock ($S$ is close to 0.2). This suggests that two kinds of water are present in the rock: the first one, with low bonding energy, located in the "macro-connected" pores; and a second one adsorbed in the thin clayed layers or in small non-connected pores. Imposed vapour saturations act to regulate the low bonding water, but only drastic methods, like placing samples in an oven for the measurement of water content, can regulate the second type of water. This operation would damage the material with micro-cracking.

- Together with the weight loss or gain, Fig. 6b illustrates the evolution of strain gauge measurements (axial and transverse to the sample geometry) versus the degree of saturation after different suctions were imposed, for $\theta = 0°$ and 90°. The first saturation step, from native state to 98% RH (corresponding to $S = 0.95$), shows important inter-layer swelling aperture (for $\theta = 0°$ and 90°, gauges indicate inter-layer deformation values close to $4 \times 10^{-3}$). During the decrease of $S$ (from 0.95 to 0.45), for direction $\theta = 0°$, a significant shrinkage is observed in the direction perpendicular to the bedding (close to $6 \times 10^{-3}$); this shrinkage is less important in the bedding plane (close to $2 \times 10^{-3}$). However, for the de-saturation of the sample in the direction $\theta = 90°$, the shrinkage (in the layer plane and perpendicular) is small ($1 \times 10^{-3}$) and quite insignificant for humidity below 76% RH. We cannot, at this time, provide a satisfactory explanation for this non-symmetric behaviour, but the constitutive heterogeneity of this rock could play important role in this phenomenon.
- For saturations lower than 76% RH, deformations are quite insignificant. The humidity of 76% RH induces air penetration inside the pores with no deformation of the rock structure. For higher relative humidity, only water fills up the pores and the important global deformations are due to the deformation of the pores and a water transfer without air penetration.
- Another rock property was used: the velocity of compressive waves. This parameter is very sensitive to the texture of the material, particularly to the bedding orientation and to the presence of water or air in the pores. Fig. 6c shows the velocity of the compressive waves in the samples as a function of the degree of saturation. For the samples drilled parallel to the bedding, the velocity is quite constant (close to 4000 m/s), and does not depend on $S$. This result is consistent with what expected, as the wave is propagated through the dense layer and not through the inter-layers space, where, depending of $S$, the water is more-or-less present. For directions $\theta = 45°$ and 90°, during its travel through the sample, the wave crosses both the inter-layers space and water. We note in these two directions an increase of velocity with suction. Water increases sample density and makes wave propagation easier.

## 5. Influence of saturation on mechanical properties

Uniaxial and triaxial compressive tests with loading–unloading cycles are performed on cylindrical samples of diameter 36 mm and height 72 mm. Strain gauges are put on the sample (see Fig. 4) according to the bedding position. The displacement rate is 0.2 mm/min. For the triaxial configuration, the confining pressure is 2.5 MPa. For compressive tests, samples are protected by a membrane to mitigate air exchanges which could modify the degree of saturation by water transfer. We assumed that the degree of saturation does not evolve during the test (test duration is close to 30 min). The water content of each sample is measured when the mechanical test is over; it is quite similar to the estimation of $w$ made at the end of the imposed suction, providing some credit to the non-de-saturation hypothesis during the test.

Due to the limited number of samples, uniaxial compressive tests are conducted on three samples (the given values are averaged) and triaxial compressive tests on one sample.

The elastic behaviour of this rock can be qualified as transversely isotropic (as described by the generalized Hooke's law) (Rejeb, 1999; Cabrera Nunez et al., 2001; Niandou et al., 1997). The constitutive law of linear elastic, transversely isotropic medium, in the local coordinate system $(x,y,z)$ defined by Fig. 2, is as follows:

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ \varepsilon_z \\ \gamma_{yz} \\ \gamma_{zx} \\ \gamma_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_1} & -\frac{\nu_1}{E_1} & -\frac{\nu_2}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_1}{E_1} & \frac{1}{E_1} & -\frac{\nu_2}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_2}{E_2} & -\frac{\nu_2}{E_2} & \frac{1}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{2(1+\nu_1)}{E_1} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_z \\ \tau_{yz} \\ \tau_{zx} \\ \tau_{xy} \end{bmatrix}$$

Five independent elastic parameters have to be identified: the Young moduli $E_1$, $E_2$ (respectively in the direction of the isotropic plane $(x,y)$ for $E_1$; and in $z$ direction, normal to the isotropic plane, for $E_2$); the Poisson's ratios $\nu_1$, $\nu_2$ ($\nu_1$ characterizes the transverse strain expansion in the plane of isotropy due to compressive stress in this plane; $\nu_2$ characterizes the same strain expansion in this plane of anisotropy due to compressive stress in the direction normal to it); the shear modulus $G_2$ for the plane normal to the plane of isotropy. The method (strain gauges location and relations of coordinate transformation) used to determinate the whole elastic coefficients is described in details in Niandou et al. (1997).

The Young moduli $E_1$ and $E_2$ are estimated in the first linear part of the $\sigma-\varepsilon$ curve during the monotonous loading. The shear modulus $G_2$ is deduced from the test performed in the out-of-axis orientation $\theta = 45°$. The cohesion $C$ and the friction angle $\phi$ are deduced from the representation of the two tests (performed at confining pressures equal to 0 and 2.5 MPa) in Mohr plane.

For the initial water content (close to the natural condition), the determination of the mechanical parameters from the triaxial tests gives the following values: $E_1 = 20{,}550$ MPa, $E_2 = 4500$ MPa, $G_2 = 6500$ MPa, $\nu_1 = 0.40$ and $\nu_2 = 0.23$ (these values are consistent with earlier results; Rejeb, 1999; Cabrera Nunez et al., 2001; Niandou et al., 1997). For all degrees of saturation, the Young moduli values during triaxial tests are higher than during uniaxial tests; the confinement stiffens the rock sample.

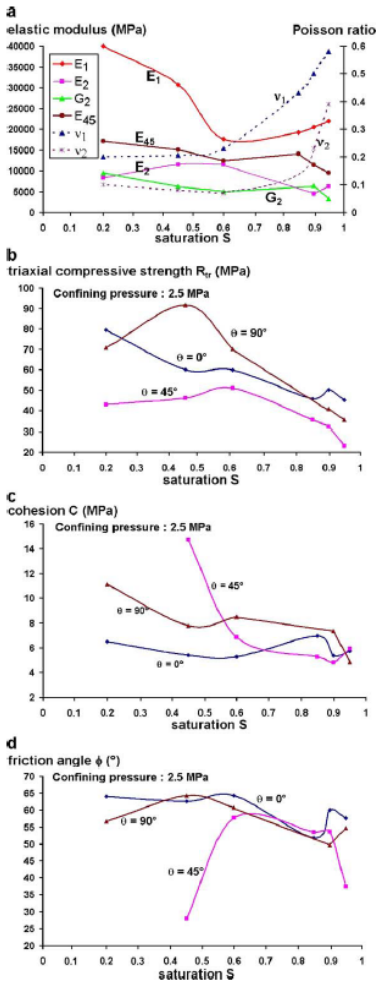


Fig. 7 illustrates the evolutions of mechanical parameters (elastic coefficients; triaxial compressive strength, $R_u$; cohesion, $C$; friction angle, $\phi$) as a function of the degree of saturation $S$ for the triaxial tests. Some general trends appear and suggest the following comments.

- For modulus $E_1$, values are quite constant (close to 20,000 MPa) for the range of saturation between 0.95 and 0.5; for lower values of saturation, modulus $E_1$ increases with suction. For the other elastic moduli $E_2$, $E_{45°}$ and $G_2$, there is a quite linear correlation between the modulus and the degree of saturation; the modulus is divided by two when the saturation decreases. The Poisson's ratios decrease with suction.
- For all directions, there is an important decrease in triaxial compressive strength with the degree of saturation (refer to Fig. 7b). (This trend should be confirmed by other triaxial tests, but is similar for the results obtained for the uniaxial tests.) Values for compressive strength are close to 20–40 MPa for saturated samples and reach 70–90 MPa for the driest samples.
- The axial strain when compressive strength is reached, is not sensitive to the degree of saturation in the case of the $\theta = 0°$ direction, and in the case of other directions, there is a significant increase in maximum axial strain when increases the degree of saturation.
- The cohesion and friction angle (Fig. 7c and d) seem to be not correlated to the degree of saturation. For the samples drilled in the bedding plane direction, or $\theta = 0°$, the properties do not depend on the presence of water. For the other two directions ($\theta = 45°$ and 90°), the cohesion and friction angle increase when drier states are considered.

The testing curves are given in Fig. 8 for the triaxial configuration in the case of the $\theta = 0°$ and 90° directions. Anisotropy has the important following influences on mechanical behaviour:

- When the stress direction is parallel to the bedding, or $\theta = 0°$, (see Fig. 8a), for all suctions (except for the highest suction), strength and axial strain are quite constant (respectively, average values are



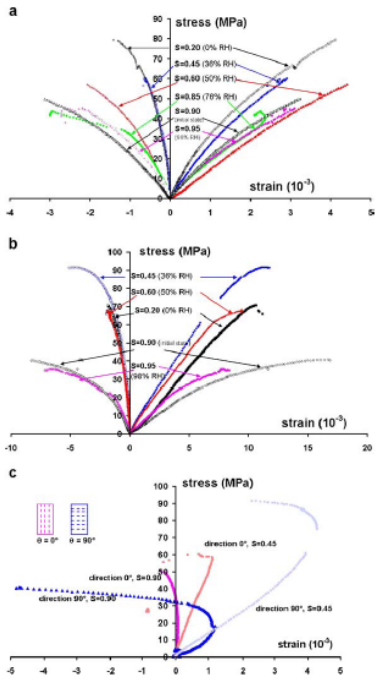




Fig. 8. Testing stress–strain curves (triaxial test with 2.5 MPa confining). (a) Direction $\theta=0°$. (b) Direction $\theta=90°$. (c) Volume deformations for two degrees of saturation for samples drilled in perpendicular directions ($\theta=0°$ and 90°).

close to 50 MPa for strength, and $3\times10^{-3}$ for axial strain). Only strains from transversal ($T$) gauges are dependent on $S$ (the presence of water should allows the inter-layers movement like sliding).

Fig. 7. Evolution of mechanical parameters versus the degree of saturation. (a) Elastic parameters versus saturation. (b) Triaxial compressive strength versus saturation. (c) Cohesion versus saturation. (d) Friction angle versus saturation.



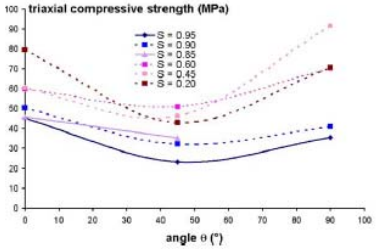



Fig. 9. Variation of triaxial compressive strength versus loading orientation $\theta$.

- When the stress direction is perpendicular to the bedding, or $\theta=90°$, (see Fig. 8b), strains are larger than they were in the precedent configuration (longitudinal ($L$) strains larger than $10^{-2}$). Indeed, a certain ductility is observed when saturation is above 0.80, with low strength (30–40 MPa) and with important longitudinal ($L$) (close to $1.5\times10^{-2}$) and transversal ($T$) strains; for drier states, brittle behaviour becomes predominant with higher strength values and lower deformations (especially for transverse ($T$) gauges), the sample stiffens. The important longitudinal deformation for the $\theta=90°$ and 45° orientations are in accordance with the observed shear fractures pattern (see Fig. 10).
- The volumetric deformations during mechanical loading are sensitive to the degree of saturation and to the bedding direction. Fig. 8c shows volumetric deformations for the $\theta=0°$ and 90° directions to the bedding, for two degrees of saturation ($S=0.90$ and $S=0.45$). Volumetric deformations are a linear function of stress when low degrees of saturation are considered; the dilatancy threshold is high. For quasi-saturated state, volumetric deformations are a nonlinear function of dilatancy (especially for direction $\theta=90°$). This increase of volume is more important when the deviatoric stress is applied perpendicularly to the bedding ($\theta=90°$ direction) and in presence of water. The dilatancy could originate in modifications of the rock organization through microfracturing and clayed grains or layer sliding in the presence of water. This dilatancy property is in accordance with the evolution of elastic moduli.

The as-measured triaxial compressive strength can also be presented as a function of the loading orientation $\theta$ for the different degrees of saturation (see Fig. 9). This representation allows to classify the anisotropy based on the curve shape as described by Ramamurthy (1993); for our case, the three values of $\theta$ give good trends. For a given degree of saturation, the failure stress depends strongly on the loading orientation. For every saturation, the curves present similar shape with two maximum values for $\theta=0°$ and 90°, and a minimum value around $\theta=45°$. More precisely, the degree of saturation seems to influence the relative position of the two maximum values. For high degrees of saturation ($S>0.85$), the $\theta=0°$ strength is higher than for the $\theta=90°$ strength; the curve shape belongs to the shoulder type. For drier states ($S<0.60$) (except for the driest value), this curve would be close to the U type.

An analysis of fractures observed on tested samples has been carried out for the triaxial tests. Fig. 10 gives a schematic representation of the main failure modes in function of loading orientation and degree of saturation.

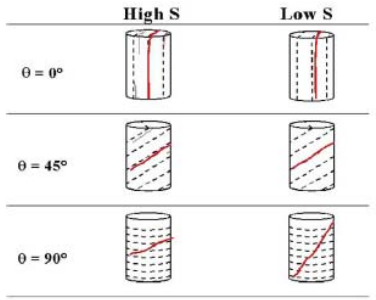



Fig. 10. Schematization of main failure mode for two different degrees of saturation (the bedding planes are in dotted line and the failure is drawn in continuous line).

The fracture angle is strongly depending on the loading orientation. With less influence, the presence of water has effects on the apparition of secondary cracks and on the angle between the fracture and the direction of the axial stress. As described in Niandou et al. (1997), two different failure modes occur in extension and shearing with a high dependency on the loading orientation.

For $\theta = 0°$ and 45° loading orientations, failure occurs in the bedding plane with two different modes. For loading orientation in the bedding plane ($\theta = 0°$), the failure is extensive, with several parallel cracks when water is present. For the $\theta = 45°$ loading orientation, the failure angle is close to $\theta$; failure is related to sliding of the bedding planes. For these two configurations, the presence of water allows the development of several cracks parallel to the main fracture. For $\theta = 90°$, the failure is mainly due to shear bands in the shale matrix. The angle between these bands and the bedding planes increases with suction.

## 6. Conclusions

The Tournemire shale with its bedding texture exhibits the characteristic behaviour of anisotropic rocks. Due to its 40% clay content, the properties of this shale is also dependent on moisture environment, which can be intrinsically characterized by its degree of saturation.

In this work, it is shown that these bedding planes are principally subject to moisture and water action when humidity environment changes. Thus these bedding planes seem to play a major role in the physical and mechanical properties of the rock.

Indeed, the volume variations, subsequent to gain or loss of water, would mainly result from opening or closing of the inter-layers space.

For the same reason, the velocities of compressive waves are sensitive to the presence of water, and to the wave direction; velocity increases with suctions except for direction parallel to the stratification.

The mechanical behaviour of the rock is also sensitive to its saturation state. In drier atmosphere, the elastic moduli, the compressive strengths and the cohesion are higher, while the Poisson's ratio is lower. With higher suction, the mechanical behaviour becomes brittle, especially for the direction perpendicular to the bedding. Anisotropy significantly influences the properties and the water dependence. Here again, it can be inferred that most mechanical changes occur along the inter-layers space, which becomes softer when water content increases. The anisotropic behaviour would result from interaction between matrix and joints deformation, which depends on loading orientation.

*Nomenclature*

| | |
|---|---|
| $\theta$ | angle between the bedding plane and the vertical axis |
| $s$ | suction (MPa) |
| $H$ | relative humidity (% RH) |
| $w$ | water content (%) |
| $S$ | degree of saturation |
| $\varepsilon$ | strain |
| $L$, $T$, $T'$ | strain gauges |
| $\sigma$ | stress |
| $E_1$, $E_2$ | Young moduli |
| $G_2$ | shear modulus |
| $\nu_1$, $\nu_2$ | Poisson's ratios |
| $R_w$ | triaxial compressive strength |
| $C$ | cohesion |
| $\phi$ | friction angle |

## Acknowledgements

The authors wish to thank IRSN for providing financial assistance during this experimental program. They also thank Professor P. Bérest for his suggestions.

## References

Al-Shayea, N., 2001. The combined effect of clay and moisture content on the behavior of remolded unsaturated soils. Engineering Geology 62, 319–342.

Bergues, J., Nguyen Minh, D., 1999. Comportement différé des argilites de l'Est: Influence du degré de saturation, écrouissage, extension, relaxation. Rapport LMS ANDRA no. D RP 0 LMS 99-001/A. (unpublished).

Cabrera Nunez, J., Beaucaire, C., Bruno, G., De Windt, L., Genty, A., Ramambasoa, N., Rejeb, A., Savoye, S., Volant, P., 2001. Projet Tournemire: synthèse des programmes de recherche 1995/1999. Rapport IPSN, 202 pp.

Charpentier, D., Tessier, D., Cathelineau, M., 2003. Shale microstructure evolution due to tunnel excavation after 100 years and impact of tectonic paleo-fracturing. Case of Tournemire, France. Engineering Geology 70, 55–69.

Cuisinier, O., Masrouri, F., 2003. Hydromechanical behaviour of a compacted swelling soil under very high suctions. Comptes Rendus de l'Academie des Sciences. Mecanique 331, 203–210.

Daupley, X., 1997. Etude du potentiel de l'eau interstitielle d'une roche argileuse et des relations entre ses propriétés hydriques et mécaniques. Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

Delage, P., Howat, M.D., Cui, Y.J., 1998. The relationship between suction and swelling properties in a heavily compacted unsaturated soils. Engineering Geology 50, 31–48.

Niandou, H., Shao, J.F., Henry, J.P., Fourmaintraux, D., 1997. Laboratory investigation of the Mechanical Behaviour of Tournemire Shale. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences 34, 3–16.

Ramambasoa, N., 2001. Etude du comportement hydromécanique des argilites: Application au site de Tournemire. Thèse de l'Ecole polytechnique.

Ramamurthy, T., 1993. Strength and modulus responses of anisotropic rocks. In: Hudson, J.A. (Ed.), Comprehensive Rock Engineering. Fundamentals, vol. 1. Pergamon, Oxford, pp. 313–329.

Rejeb, A., 1999. Mechanical characterisation of the argillaceous Tournemire site (France). In: Jha, P.C., Gupta, R.N. (Eds.). Proceedings of the International Conference on Rock Engineering Techniques for Site Characterisation, Bangalore/India/December 6–8, 1999. Oxford.