HAL
open science

Etude expérimentale du comportement thermo-hydro-mécanique de l'argilite du Callovo-Oxfordien

Mehrdokht Mohajerani

To cite this version:

Mehrdokht Mohajerani. Etude expérimentale du comportement thermo-hydro-mécanique de l'argilite du Callovo-Oxfordien. Autre. Université Paris-Est, 2011. Français. NNT : 2011PEST1104 . pastel-00647890

HAL Id: pastel-00647890

https://pastel.hal.science/pastel-00647890

Submitted on 3 Dec 2011

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.

THESE

Pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université Paris-Est

Discipline : Géotechnique

Présentée par

Mehrdokht MOHAJERANI

Soutenue à Champs- sur-Marne le 29 Mars 2011

Intitulée

Etude expérimentale du comportement thermo-hydro-mécanique de l'argilite du Callovo-Oxfordien

devant le jury composé de :

M. Jacques DESRUES	Université Joseph Fourier	Président
M. Tomasz HUECKEL	Duke University	Rapporteur
M. Jianfu SHAO	Université de Lille	Rapporteur
M. Behrouz GATMIRI	ANDRA	Examinateur
M. Jean SULEM	Ecole des Ponts ParisTech	Examinateur
M. Anh-Minh TANG	Ecole des Ponts ParisTech	Examinateur
M. Pierre DELAGE	Ecole des Ponts ParisTech	Directeur de thèse

à Mohammad
à mes parents
à ma grand-mère
à mes sœurs

Remerciements

Ce travail de recherche a été réalisé au sein de l'équipe Géotechnique du Laboratoire Navier de l'Ecole des Ponts ParisTech (CERMES) dans le cadre du projet GL Géomécanique de l'ANDRA, avec l'aide des personnes à qui je souhaite présenter ma gratitude.

J'adresse tous mes remerciements à Monsieur Jacques Desrues, Directeur de recherche à l'Université de Joseph Fourier, qui a présidé le jury de thèse, à Monsieur Tomasz Hueckel, Professeur à l'Université de Duke (Duke University), et à Monsieur Jianfu Shao, Professeur à l'Université de Lille, qui m'ont fait l'honneur d'accepter d'être rapporteurs de ma thèse.

Je tiens à remercier Monsieur Pierre Delage, Directeur de recherche à l'Ecole des Ponts ParisTech, qui m'a encadrée tout au long de cette thèse et qui m'a fait partager ses brillantes intuitions. Qu'il soit aussi remercié pour sa gentillesse, sa disponibilité et pour ses nombreux encouragements qu'il m'a prodiguée.

J'adresse ma profonde gratitude et mes vifs remerciements à Monsieur Jean Sulem, Directeur de recherche à l'Ecole des Ponts ParisTech, qui m'a non seulement initiée à la Recherche et à la théorie de géomécanique lorsque j'étais une de ses élèves en Master de Recherche, mais il m'a aussi donné de nombreux conseils précieux pour bien avancer pendant la thèse.

J'exprime ma profonde gratitude à Monsieur Anh-Minh Tang, Chargé de recherche à l'Ecole des Ponts ParisTech, pour tous ses expériences, ses connaissances scientifiques et ses conseils qu'il m'a apportés au long de la réalisation de cette thèse.

Je remercie également Monsieur Behrouz Gatmiri, Responsable du projet GL Géomecanique de l'ANDRA, pour ses conseils enrichissants au long de l'avancement du projet.

Ce travail expérimental n'aurait pas été possible sans l'aide constante d'une équipe technique performante. Je remercie particulièrement Emmanuel De Laure pour l'aide précieuse qu'il m'a apportée tout au long de la thèse. Je remercie également Xavier Boulay, Hocine Delmi, Alain Jeandillou, Jérémy Thiriat, Thomas Clapies, Baptiste Chabot qui m'ont aidée dans différentes parties du travail expérimental.

Je remercie tous mes amis au CERMES et ailleurs pour leur encouragement, leur soutien et tous les moments très agréables que j'ai eus avec eux.

Enfin, je termine en remerciant spécialement mon époux, Mohammad, pour son amour, pour son soutien et pour son enthousiasme permanent envers les progrès de mes recherches.

J'adresse également toute ma gratitude à mes parents et mes sœurs pour leurs encouragements et leurs soutiens permanents.

Résumé

Durant les différentes phases du stockage profond des déchets radio-actifs exothermiques (excavation, exploitation) jusqu'à la fermeture définitive, la roche hôte sera soumise à des sollicitations mécaniques, hydriques et thermiques couplées. Afin de connaître et de modéliser le comportement à court et long terme des dispositifs de stockage, une investigation approfondie du comportement de la roche est nécessaire afin de compléter les données existantes. C'est dans ce but que cette étude du comportement thermo-hydro-mécanique de la formation argileuse du Callovo-Oxfordien (COx) considérée par l'ANDRA comme roche hôte potentielle, a été développée.

Dans un premier temps le comportement en compression–gonflement de l'argilite du COx a été étudié par la réalisation d'un programme d'essais oedométriques haute pression. Les résultats, interprétés en termes de couplage endommagement-gonflement, ont montré que l'ampleur du gonflement était liée à la densité de fissuration engendrée lors de la compression. Dans un second temps, le comportement hydromécanique et thermo-hydro-mécanique de l'argilite saturée sous une contrainte moyenne proche de l'in-situ a été étudié à l'aide de cellules à faible chemin de drainage (10 mm), dont une cellule isotrope et une cellule triaxiale à cylindre creux avec mesures locales d'un type nouveau. Ces appareils ont permis de résoudre deux problèmes difficiles typiques des argilites de très faible perméabilité : i) une saturation préalable correcte, attestée par de bonnes valeurs du coefficient de Skempton et ii) de bonnes conditions de drainage. Les paramètres caractéristiques du comportement de l'argilite à température ambiante (coefficients de Skempton et de Biot, compressibilité drainée et non-drainée) ont été déterminés à partir d'essais de compression isotrope qui ont également confirmé l'isotropie transverse du matériau. La cohérence des paramètres obtenus a été vérifiée dans un cadre poro-élastique saturé.

Deux aspects du comportement thermo-hydro-mécanique de l'argilite du COx ont été étudiés à l'aide d'essais de chauffage et de compression volumique en température (80°C) : les effets de la température sur le comportement intrinsèque de l'argilite et le phénomène de pressurisation thermique. Un essai de chauffage drainé sous contrainte in-situ a mis en évidence, apparemment pour la première fois, un comportement plastique contractant de l'argilite (comme les argiles normalement consolidées), non pris en compte dans les modélisations thermo-élastiques actuelles des systèmes de stockage profond. Un autre élément nouveau et important observé est l'augmentation de la compressibilité avec la température, à la différence des argiles.

L'étude de la pressurisation thermique (engendrée par la faible perméabilité de l'argilite et la forte différence entre les coefficients de dilatation thermique de l'eau et de la phase solide), a été réalisée à l'aide d'essais de chauffage non drainés, suite à une analyse détaillée des effets perturbateurs du système de mesure lors de variations de pression et de température (peut-être à considérer également dans les mesures in-situ). Le coefficient de pressurisation thermique s'est révélé être très sensible aux variations de température et de contrainte, il diminue de 0,14 à 0,1 MPa/°C entre 25 et 80°C. La nature des différentes réponses hydro-mécaniques et thermo-hydro-mécaniques obtenues au cours de ce travail permettront une interprétation et une modélisation plus précises du comportement du massif d'argilite autour des galeries, dans des zones qui sont pour la plupart saturées, sauf à proximité immédiate des galeries (quelques décimètres).

Mots clés : argilite, saturation, drainage, compression oedométrique, gonflement, endommagement, compression isotrope, cellule triaxiale à cylindre creux, comportement thermo-hydro-mécanique, pressurisation thermique.

Abstract

During the different phases of the exothermic radioactive waste deep disposal (excavation, operation) and after permanent closure, the host rock is submitted to various coupled mechanical, hydraulic and thermal phenomena. Hence, a thorough investigation of the thermo-hydro-mechanical behaviour of the rock is necessary to complete existing data and to better understand and model the short and long term behaviour of the Callovo-Oxfordian (COx) clay formation in Bure (Meuse/Haute-Marne - M/HM), considered by ANDRA as a potential host rock in France.

In this work, the compression – swelling behaviour of the COx claystone was first investigated by carrying out a series of high-pressure oedometric tests. The results, interpreted in terms of coupling between damage and swelling, showed that the magnitude of swelling was linked to the density of the fissures created during compression.

In a second step, the hydromechanical and thermo-hydro-mechanical behaviour of the saturated claystone under a mean stress close to the in situ one were investigated by using two devices with short drainage path (10 mm), namely an isotropic cell and a newly designed hollow cylinder triaxial cell with local displacement measurements. These devices helped to solve two majors problems related to testing very low permeability materials: i) a satisfactory previous sample saturation (indicated by good Skempton values) and ii) satisfactory drainage conditions. Some typical constitutive parameters (Skempton and Biot's coefficients, drained and undrained compressibility coefficients) have been determined at ambient temperature through isotropic compression tests that also confirmed the transverse isotropy of the claystone. The consistency of the obtained parameters has been checked in a saturated poroelastic framework.

Two aspects of the thermo-hydro-mechanical behaviour of the COx claystone have then been investigated through different heating tests and through drained and undrained isotropic compression tests at elevated temperature (80°C): the effects of temperature on the behaviour of claystone and thermal pressurization. A drained heating test under in-situ stress conditions evidenced, probably for first time, a plastic contractant response of the claystone (like normally consolidated clays), a feature not considered in the presently conducted numerical modelling of deep disposal systems. Another new important observed feature is the increase in drained compressibility of the COx claystone with temperature, not observed in clays.

The investigation of thermal pressurization (caused by the low claystone permeability and by the significant difference in thermal expansion between water and the solid phase) has been carried out by means of undrained heating tests, after a detailed analysis of the major effects of the measurement system (which should perhaps be also analyzed when performing in-situ measurements). The thermal pressurization coefficient appeared to be quite sensitive to changes in temperature and stress, it decreased between 0.14 and 0.1 MPa/°C between 25 and 80°C.

It is believed that the different thermo-hydro-mechanical volumetric responses obtained here allow a better interpretation and modelling of the behaviour of the claystone formation around the galleries in areas that are mostly saturated, except close to the galleries (a few decimetres).

Key words: claystone, saturation, drainage, oedometric compression, swelling, damage, isotropic compression, hollow cylinder triaxial cell, thermo-hydro-mechanical behaviour, thermal pressurization

PUBLICATIONS

Articles

1. **M. Mohajerani**, P. Delage, M. Monfared, A.M. Tang, J. Sulem, B. Gatmiri. Oedometric compression and swelling behaviour of the Callovo-Oxfordian argillite, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Volume 48, Issue 4, June 2011, Pages 606-615.

2. **M. Mohajerani**, P. Delage, J. Sulem, M. Monfared, A.M. Tang, B. Gatmiri. A laboratory investigation of thermally induced pore pressures in the Callovo-Oxfordian Claystone, Submitted in International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences.

3. M. Monfared, P. Delage, J. Sulem, **M. Mohajerani**, A.M. Tang, E. De Laure. A new hollow cylinder triaxial cell to study the behavior of geo-materials with low permeability, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Volume 48, Issue 4, June 2011, Pages 637-649.

4. M. Monfared, J. Sulem, P. Delage, **M. Mohajerani**. On the THM behaviour of a sheared Boom clay sample: application of the behaviour and sealing proprties of the EDZ, accepted to be published in International Journal of Engineering Geology.

5. M. Monfared, J. Sulem, P. Delage, **M. Mohajerani**. A laboratory investigation on thermal properties of the Opalinus claystone, accepted to be published in International Journal of Rock Mechanics and Rock Engineering.

Communications

1. **M. Mohajerani**, P. Delage, M. Monfared, A.M. Tang, J. Sulem, B. Gatmiri. On the resaturation of swelling claystones. Accepted for European Conference on Unsaturated Soils (E-UNSAT2012). 20-22 June 2012 Naples (Italy).

2. **M. Mohajerani**, P. Delage, A.M. Tang, C. Schroeder. A laboratory investigation of thermally induced pore pressures in the Callovo-Oxfordian Argillite. ALERT Geomaterials , 5 Octobre 2010, Aussois (France).

3. **M. Mohajerani**, P. Delage, M. Monfared, J. Sulem, A.M. Tang, C. Schroeder. A laboratory investigation of thermally induced pore pressures in the Callovo-Oxfordian Argillite. Clays in Natural & Engineered Barriers for Radioactive Waste Confinement. 29 March -1 April Nantes 2010.

4. **M. Mohajerani**, P. Delage, M. Monfared, J. Sulem, A.M. Tang, C. Schroeder. The Compression Behaviour of the Callovo-Oxfordian argillite. Clays in Natural & Engineered Barriers for Radioactive Waste Confinement. 29 March -1 April Nantes 2010.

5. **M. Mohajerani**, P. Delage, M. Monfared, J. Sulem, A.M. Tang, E. De Laure, C. Schroeder. Some results on the thermal pressurization coefficient of the Callovo-oxfordian clay. Impact of Thermo-Hydro-Mechanical-Chemical (THMC) processes on the safety of underground radioactive waste repositories. Luxemburg 29 September -1 October 2009.

6. M. Monfared, J. Sulem, **M. Mohajerani**, P. Delage, A.M. Tang, E. De Laure. Détermination de la perméabilité de l'argile de Boom et conditions de réalisation des essais drainés. 19ème Congrès Français de Mécanique. Marseille 24-28 août 2009.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE 1

CHAPITRE 1 : CONTEXTE GENERALE ET ETUDE BIBLIOGRAPHIE

1.1. Introduction **3**

1.2. Le site de Meuse\Haute-Marne et la formation du Callovo-Oxfordien **3**

1.3. Différentes phases du stockage des déchets radioactifs **6**

1.3.1. Phase d'excavation 6

1.3.2. Phase d'installation et de stockage des déchets (galeries ouvertes) 7

1.3.3. Phase de fermeture et après fermeture à court terme 7

1.3.4. Phase après fermeture à long terme 8

1.4. Propriétés de l'argilite du Callovo-Oxfordien (site de Bure) **8**

1.4.1. Composition minéralogique 8

1.4.2. Microstructure 10

1.4.3. Propriétés physiques 12

1.4.4. Propriétés hydrauliques 15

1.4.5. Propriétés thermiques 19

1.4.6. Propriétés mécanique 21

1.4.7. Propriété poromécaniques 26

1.4.8. Comportement thermo-hydro-mécanique 30

1.5. Conclusion **43**

CHAPITRE 2 : CADRE THERMO-PORO-MECANIQUE POUR LA DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES D'UN MILIEU POREUX

2.1. Introduction **45**

2.2. Comportement thermo-mécanique **45**

2.2.1. Comportement thermo-poro-élastique 45

2.2.2. Réponse volumique sous sollicitation thermo-mécanique isotrope 46

2.2.3. Comportement volumique en condition oedométrique 56

2.3. Conclusion **57**

CHAPITRE 3 : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

3.1. Matériau étudié **58**

3.1.1. Succion initiale et état de saturation des éprouvettes 60

3.2. Dispositifs Expérimentaux **62**

3.2.1. Oedomètre Haute Pression 63

3.2.2. Cellule Isotrope à Faible Chemin de Drainage 66

3.2.3. Cellule Triaxiale à Cylindre Creux 73

3.3. Phase de saturation **91**

3.3.1. Procédure de saturation 92

3.3.2. Vérification de la qualité de saturation 93

CHAPITRE 4 : COMPORTEMENT EN COMPRESSION/GONFLEMENT OEDOMETRIQUE DE L'ARGILITE DU CALLOVO-OXFORDIEN

4.1. Introduction **97**

Oedometric compression and swelling behaviour of the Callovo-Oxfordian Argillite (Article)

CHAPITRE 5 : COMPORTEMENT THERMO-HYDRO-MECANIQUE DE L'ARGILITE DU CALLOVO-OXFORDIEN

5.1. Introduction **126**

5.2. Comportement hydro-mécanique à 25°C **127**

5.2.1. Compression isotrope drainée à 25°C, disque plein 127

5.2.2. Compression isotrope, cylindre creux 129

5.2.3. Conclusion sur le comportement hydromécanique 142

5.3. Comportement thermo-hydro-mécanique **143**

5.3.1. Essai EST28522 N°1 144

5.3.2. Essai EST28520 N°2 155

5.3.3. Comparaison de deux essais EST28522 N°1 et EST28520 N°2 162

5.3.4. Pressurisation thermique de l'argilite du Callovo-Oxfordien (Article) 165

5.3.5. Conclusion sur le comportement thermo-hydro-mécanique 190

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVE **192**

REFRENCES **196**

ANNEXE (Article)

INTRODUCTION GENERALE

Durant les différentes phases du stockage profond des déchets radio-actifs exothermiques depuis l'excavation, l'exploitation et après la fermeture permanente, la roche hôte est soumise à différentes sollicitations mécaniques, hydriques et thermiques couplées. Afin de connaître et de modéliser le comportement à court et long terme des dispositifs de stockage au sein de la formations argileuse du Callovo-Oxfordien du site de Bure (Meuse/Haute-Marne – M/H-M) considérée par l'ANDRA comme une roche hôte potentielle en France, une investigation approfondie des paramètres intrinsèques de la roche est nécessaire afin de compléter les données existantes, particulièrement rares pour les aspects thermo-hydro-mécaniques dans le cas des argilites en général et de celle du Callovo-Oxfordien en particulier. Les aspects thermo-hydro-mécaniques à considérer concernent d'une part les effets de la température sur le comportement intrinsèque de l'argilite et d'autre part le phénomène de pressurisation thermique engendré par la faible perméabilité de l'argilite et par le fait que le coefficient de dilatation thermique de l'eau est significativement plus élevé que celui de la phase solide. En diminuant la contrainte effective, la pressurisation thermique est susceptible d'engendrer des instabilités de cisaillement ou liées à la fracturation hydraulique. Une meilleure compréhension de ces aspects permettra de mieux fonder la compréhension et la modélisation des différents phénomènes intervenant dans le champ proche lors de la phase thermique du stockage.

Cette thèse, développée en relation avec les travaux du Groupement de Laboratoires Géomécanique de l'ANDRA, présente une étude de la caractérisation expérimentale du comportement thermo-hydro-mécanique des argilites du COx (Bure), basée en grande partie sur le développement, en parallèle avec le projet Européen TIMODAZ, d'une cellule triaxiale à cylindre creux (diamètre extérieur 100 mm, diamètre intérieur 60 mm) d'un type nouveau. Grâce à un chemin de drainage radial réduit à la demie épaisseur du cylindre (10 mm), cette cellule permet d'optimiser la procédure de saturation préalable de l'éprouvette (sous contraintes in-situ) et de mieux maîtriser les conditions de drainage, deux points particulièrement délicats dans l'étude du comportement hydro-mécanique et thermo-hydro-mécanique des argilites très peu poreuses et très peu perméables. En parallèle avec la mise en oeuvre de cette cellule, un programme expérimental a été entrepris à l'aide de deux autres dispositifs à faible chemins de drainage (hauteur des éprouvettes, soit 10 mm), un oedomètre haute pression et une cellule de compression isotrope thermique haute pression.

Cette thèse est composée de cinq chapitres et une annexe. Le premier chapitre présente le contexte général du stockage profond ainsi qu'une étude bibliographique sur la caractérisation géologique du site M/H-M, et les caractéristiques de l'argilite du COx. Le deuxième chapitre est consacré à la présentation du cadre thermo-hydro-mécanique choisi afin d'identifier les paramètres caractéristiques du comportement thermo-poro-mécanique ainsi que les essais de laboratoire permettant de les mesurer, avec en particulier l'analyse détaillée des effets des systèmes expérimentaux sur la détermination des paramètres caractéristiques de la roche. Le troisième chapitre est dédié au matériau étudié, à la caractérisation de son état initial et à la présentation des principes des dispositifs expérimentaux, des essais d'étalonnage de ces dispositifs et finalement à la méthode de saturation des échantillons.

Le quatrième chapitre est présenté sous la forme d'un article intitulé « Oedometric compression and swelling behaviour of the Callovo-Oxfordian Argillite » publié dans la revue « *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* » et consacré à l'étude à l'oedomètre haute pression des propriétés de compression et de gonflement de l'argilite du Callovo-Oxfordien.

Le cinquième chapitre présente l'étude expérimentale du comportement hydro-mécanique et thermo-hydro-mécanique de l'argilite du Callovo-Oxfordien saturée à l'aide de cellules de compression isotropes à faible chemin de drainage et de la cellule triaxiale à cylindre creux utilisée en conditions isotropes. Après une caractérisation hydro-mécanique non drainée et drainée à température ambiante, les aspects thermo-hydro-mécaniques étudiés concernent la réponse en chauffage drainé sous contrainte in-situ et l'effet de la température sur la compression drainée. Finalement, l'étude du phénomène de pressurisation thermique conduite à l'aide d'essais de chauffage non-drainé sur une cellule de compression isotrope spécialement adaptée est présentée sous la forme d'un manuscrit intitulé « A laboratory investigation of thermally induced pore pressures in the Callovo-Oxfordian Claystone » soumis pour publication dans la revue « *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* ».

Suite au chapitre dédié aux conclusions générales et perspectives, on présente en annexe un article intitulé « A new hollow cylinder triaxial cell to study the behaviour of geomaterials with low permeability» (Monfared M., Delage P., Sulem J., Mohajerani M., Tang A.M. and De Laure E.) publié à la revue « *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* » et qui illustre la collaboration ayant permis le développement de l'appareil à cylindre creux.

CHAPITRE 1 : CONTEXTE GENERALE ET ETUDE BIBLIOGRAPHIE

1.1. Introduction

Les roches profondes sont considérées comme barrières géologiques potentielles pour le stockage des déchets radioactifs exothermiques à haute activité et à vie longue dans plusieurs pays dont la France (argilite du Callovo-Oxfordien), la Belgique (argile de Boom), la Suisse (argilite d'Opalinus), le Canada, le Japon, l'Espagne et l'Allemagne (granite).

Afin d'éviter le relâchement des radionucléides vers la biosphère à court et à long terme, divers systèmes de confinement constitués de plusieurs barrières sont considérés : le colis de déchets, les barrières ouvragées (dans certains cas) et la barrière géologique, constituée par les formations géologiques du site. Le rôle de l'ensemble de ces barrières est de contenir les déchets radioactifs sur une très longue durée, jusqu'à ce qu'ils reviennent à un niveau de radioactivité négligeable.

1.2. Le site de Meuse\Haute-Marne et la formation du Callovo-Oxfordien

Le laboratoire de recherche souterrain de site de Meuse/Haute-Marne (Figure 1-1) de l'ANDRA situé au Nord-Est de la France est composé des galeries excavées à une profondeur de 445 m et de 490 m sous la surface au milieu d'une couche sub-horizontales (≈1°-1,5°) d'argilites du Callovo-Oxfordien (COx) qui est datée de 155 millions d'années (la limite Jurassique moyen-supérieur). Cette couche de 200m d'épaisseur est située entre deux couches de plusieurs centaines de mètres d'épaisseur de Dogger calcaire et Oxfordien calcaires (Figure 1-2).

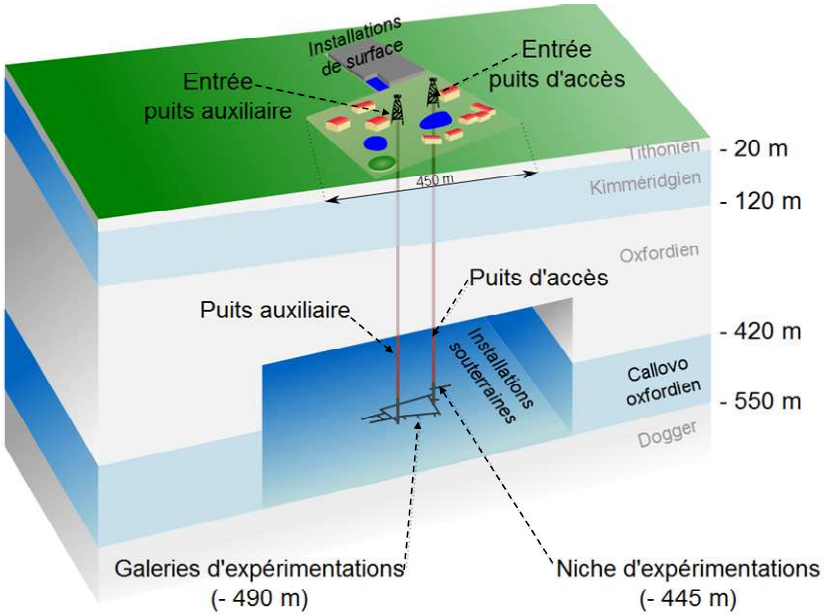


Figure 1-1 : Laboratoire de recherche souterrain du site de Meuse/Haute-Marne.

L'argilite du COx se caractérise par une très faible conductivité hydraulique qui limite le transfert de l'eau et par un faible coefficient de diffusion qui retarde considérablement le transport de solutés. L'argilite a également un faible déformabilité et une forte capacité d'absorption des radionucléides ; ces propriétés avantageuses en font une roche-hôte potentielle pour le stockage des déchets radioactifs à haute activité à grande profondeur.

A partir de l'analyse globale des propriétés physiques et des propriétés mécaniques de la formation du Callovo-Oxfordien à différente profondeur, cette formation a été divisée en 5 unités géologiques (Zones A à E) qui sont montrés en coupe géologique en Figure 1-2. L'unité supérieure de la formation (A) contient la teneur en carbonate plus élevées, et présente donc des propriétés mécaniques (résistance, module de déformation) supérieures à celles des unités B et C sous-jacentes ; l'alternance de bancs plus ou moins carbonatés induit une dispersion des propriétés mécaniques : dans l'unité médiane (C) où les ouvrages de stockage devraient être implantés, la teneur en argiles est maximale, les propriétés mécaniques sont plus homogènes et la déformabilité est plus importante (Su, 2005).

L'état de contrainte en place de la formation a été déterminé par différentes méthodes ; analyse des essais par fracturation hydraulique en forages verticaux et inclinés ; analyse des breakouts et des fractures induites par imagerie de forage (« borehole imaging ») ; analyse des convergences en puits.

Dans le Tableau 1-1 on observe un exemple de l'estimation des contraintes mesurées par Wileveau et al. (2007), Le rapport K_H = 1-1,2 indique le rapport entre le minimum et maximum de la contrainte horizontale. La composante verticale du tenseur de contrainte (σ_v) est principale et presque égale au poids de la partie supérieure par unité de surface. En prenant une masse volumique moyenne des terrains de 2,45 Mg/m^3, on a σ_v =2,45×z Mg/m^2 ou σ_v =2,49×z MPa (Tableau 1-1). La contrainte horizontale maximum principale est orientée N150°E ± 5° (Cornet et al., (1992)).

Forage	Prof. (m)	σ_h (MPa)	σ_v (MPa)	σ_H (MPa)	$K_H = \sigma_H/\sigma_h$
EST361	504,0	12,4	12,7	12,7-14,8	1,0-1,2

Tableau 1-1: Estimation de l'état de contrainte à 504 m (Wileveau et al., 2007).

La pression interstitielle est égale la pression hydrostatique ($u = \rho_w \times g \times z$) per exemple 4,9MPa à 500m de profondeur.

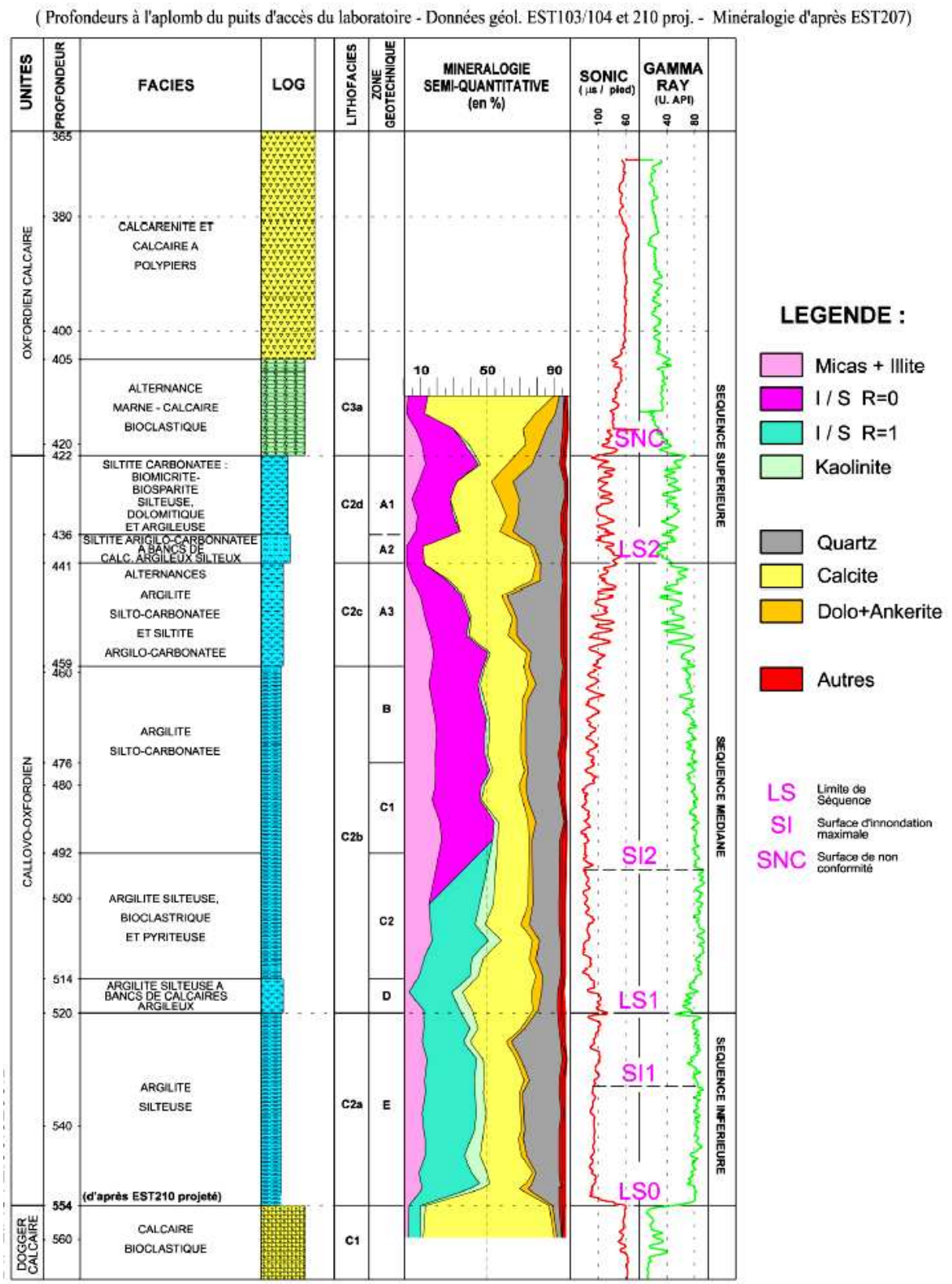


Figure 1-2: Coupe géologique (Lithologie and minéralogie) de la formation du Callovo-Oxfordien sur le site du laboratoire de recherche souterrain de Meuse/Haute-Marne (Dossier ANDRA, 2005).

1.3. Différentes phases du stockage des déchets radioactifs

L'opération de stockage des déchets radioactifs consiste en différents phases : phase d'excavation, phase d'installation et de stockage des déchets (galeries ouvertes), phase de fermeture et post-fermeture à court terme et finalement phase post-fermeture à long terme. La Figure 1-3 (Dossier ANDRA 2005) montre le chronogramme des phénomènes majeurs intervenant pendant l'exploitation du site ainsi qu'après fermeture des galeries à court terme et à long terme.

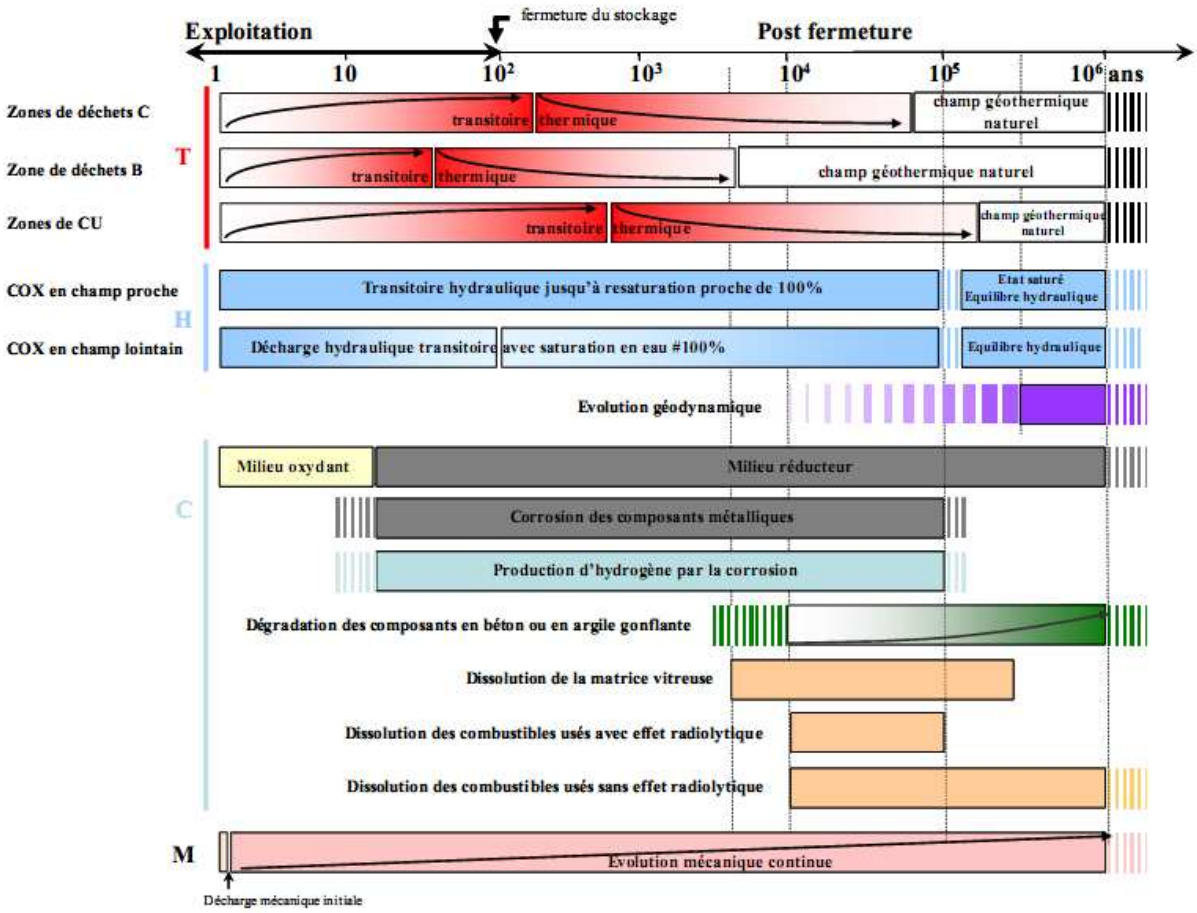


Figure 1-3 : chronogramme des phénomènes majeurs affectant le stockage et son environnement géologique (exploitation et fermeture de stockage) (Dossier ANDRA, 2005).

1.3.1. Phase d'excavation

Pendant la phase d'excavation (de 2017 à 2025 ans) trois sources d'endommagement interviennent : premièrement, l'endommagement dû à la méthode d'excavation et au séchage de la paroi excavée ; deuxièmement les changements mécaniques provoqués par une redistribution des contraintes autour de l'ouverture après l'excavation ; troisièmement les effets de la pression sur la déformation des roches dus à la mise en place du soutènement.

La redistribution des contraintes entraîne des compressions déviatoriques ou des tractions fortement anisotropes, ce qui cause (a) des fracturations de traction et de cisaillement le long des plans de stratification et (b) des fracturations dues à l'extension verticale ou à la rupture en traction dans la roche près des parois latérales.

En l'absence d'auto-colmatage, la perméabilité de l'EDZ peut devenir environ 6 fois plus grande que la perméabilité de la roche intacte (Tsang et al., 2005).

1.3.2. Phase d'installation et de stockage des déchets (galeries ouvertes)

Une fois la galerie construite, l'EDZ évolue encore pendant la phase d'excavation (de 2025 à 2125 ans) sous de nouvelles conditions de contrainte-déformation et d'hygrométrie du fait du séchage engendré par la ventilation des galeries avant le placement des déchets. Pendant cette phase également le soutènement peut être installé et des méthodes d'arrêt de l'évolution de l'EDZ peuvent être réalisées.

La ventilation réduit l'humidité de la galerie et déshydrate le champ proche ; la déshydratation de l'argilite en augmente la rigidité alors qu'elle cause également une contraction et des fractions en traction. Cette ventilation augmente la succion, affecte les propriétés de fluage de l'argilite et retarde le l'auto-colmatage. L'entrée d'air dans la roche peut créer une condition d'oxydation qui peut induire les activités chimique et biologique, en particulier par l'oxydation des pyrites.

1.3.3. Phase de fermeture et après fermeture à court terme

Dans cette phase (à partir de 2125 ans) lors de laquelle les bouchons sont placés et les galeries fermées, l'humidité augmente et le champ proche (et l'EDZ) est progressivement progressivement resaturé par l'eau de la roche ; la chaleur dégagée par les déchets a tendance à sécher le champ proche, elle induit de la vapeur qui diffuse et se condense dans les régions plus froides loin de la source de chauffage.

Le changement transitoire de teneur en eau, associé à l'interaction entre la resaturation et le gradient de température, a un effet significatif sur le comportement de l'EDZ (rigidité, gonflement,…).

Au niveau des bouchons constitués d'un mélange à base de bentonite compactée, l'hydratation engendre une pression sur la zone endommagé qui peut aider à la fermeture des fractures et diminuer la perméabilité de l'EDZ.

En résumé durant cette phase, la roche hôte à proximité des colis est confrontée à l'effet des cycles de resaturation-désaturation et de la température ; l'effet du gonflement dû aux mélanges à base de bentonite compactée se fait sentir au niveau des bouchons.

Etant donné que l'argilite peu perméable présente un comportement non-drainé pour un taux rapide de chauffage qui peut engendrer une surpression interstitielle thermique et diminuer la contrainte effective dans la roche, les effets du taux de chauffage doivent être considérés en détail.

1.3.4. Phase après fermeture à long terme

Durant cette phase, les galeries, et l'EDZ dans la roche hôte sont totalement saturés et la température autour des galeries baisse lentement. Les processus majeurs comprennent le scellement de la roche hôte, les effets chimiques et biologiques à long terme et les effets et la dégradation des colis. Les effets chimiques peuvent induire un changement de pH du fluide interstitiel et produire de gaz (H_2) qui peuvent désaturer le système. Cette injection de gaz dans le champ proche peut faire évoluer la perméabilité en ouvrant les fractures fermées. La dégradation du soutènement et la barrière ouvragée peuvent affecter les propriétés mécaniques du système. La procédure de scellement de la roche est une procédure dépendante du temps au cours laquelle l'état de contrainte-déformation et la composition minéralogique changent.

1.4. Propriétés de l'argilite du Callovo-Oxfordien (site de Bure)

Les caractéristiques géologiques et thermo-hydro-mécaniques de l'argilite du COx ont été identifiées par des campagnes expérimentales en laboratoire souterrain et de surface et des analyses numériques accompagnées d'analyses inverses.

1.4.1. Composition minéralogique

La diffraction des rayons X (DRX) permet de caractériser la structure minéralogique d'une roche à partir de l'analyse de poudres obtenues par broyage. La présence des minéraux est également confirmée par l'observation au Microscope éléctronique à balayage (MEB).

Comme indiqué dans la coupe stratigraphique de la Figure 1-2, l'argilite (silteuse) est constituée de trois phases principales : les minéraux argileux, le quartz et la calcite ; les phases secondaires comprennent la dolomite, le feldspath, la pyrite, les oxydes de fer avec moins d'un pour cent de matières organiques. Le pourcentage des minéraux change au long de la profondeur : la calcite et le quartz sont toujours présents avec un pourcentage variable entre 40

et 55%, le quartz est constitué soit de particules de grande taille (>30µm) arrondis d'origine détritique (Su 2005), soit de particules plus petites (<5µm) aux arêtes nettes sans trace d'altération.

La phase argileuse varie avec la profondeur entre 20 et 55% et comprend de l'illite, des interstratifiés réguliers illite-smectite (R1), des interstratifiés irréguliers illite-smectite (R0), de la chlorite et la kaolinite avec un pourcentage moyen des minéraux secondaires inférieur à 5%. On présente dans le Tableau 1-2 la composition minéralogie de quelques échantillons du COx donnée par différents auteurs :

Composition (%)	Abou-Chakra Guéry (2007)	Bauer-Plaindoux (1998)	Sammartino (2003)	Wright (2001)	Ghoreychi (1999)
Argiles	45	40-50	50	40-45	30-60
Illite % fraction argileuse	30-35	-	-	-	-
Kaolinite et chlorite (% fraction argileuse)	0-5	-	-	-	-
interstratifiés illite/smectites % fraction argileuse	65	60	-	-	50-90
Carbonates (calcite)	28	20-30	30	30	20-40
Quartz	23	25-30	20	25	-
Feldspaths, Pyrite, oxydes de fer	5	<10	-	0-5	<5
Matières organiques	-	<10	-	0.4-1	<5

Tableau 1-2: Composition minéralogique d'argilites du Callovo-Oxfordien.

Robinet (2008) a étudié la variation de la teneur en carbonates d'échantillons provenant de différentes profondeurs par microscopie optique. On observe en Figure 1-4 la présence de zones riche en argile et/ou en carbonates et l'augmentation de la teneur en argile (et de l'homogénéité) avec la profondeur.

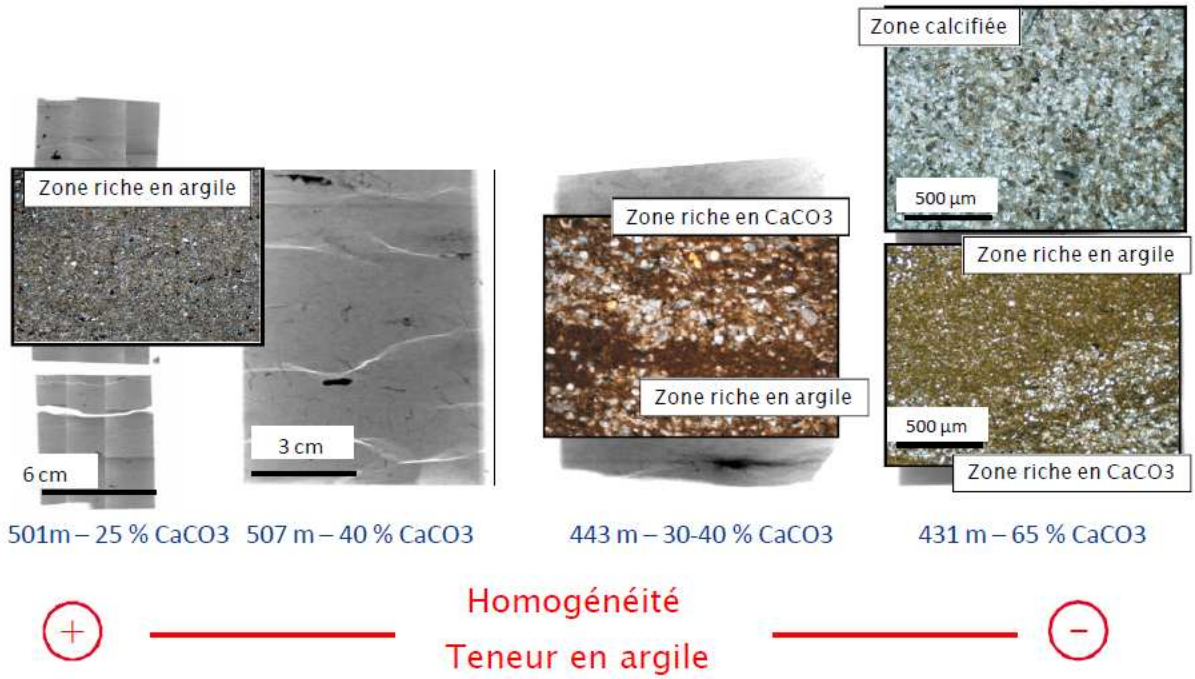


Figure 1-4 : la variation de la teneur en carbonate en fonction de la profondeur etudié par l'observation microscopie optique sur les lames minces des échantillons du COx (Robinet, 2008).

1.4.2. Microstructure

Du point de vue microscopique les argilites sont composées d'une matrice argileuse homogène et d'inclusions solides de diamètre inférieur à 200µm (silicates et carbonates), comme schématisé sur la Figure1-5 (Sammartino, 2001).

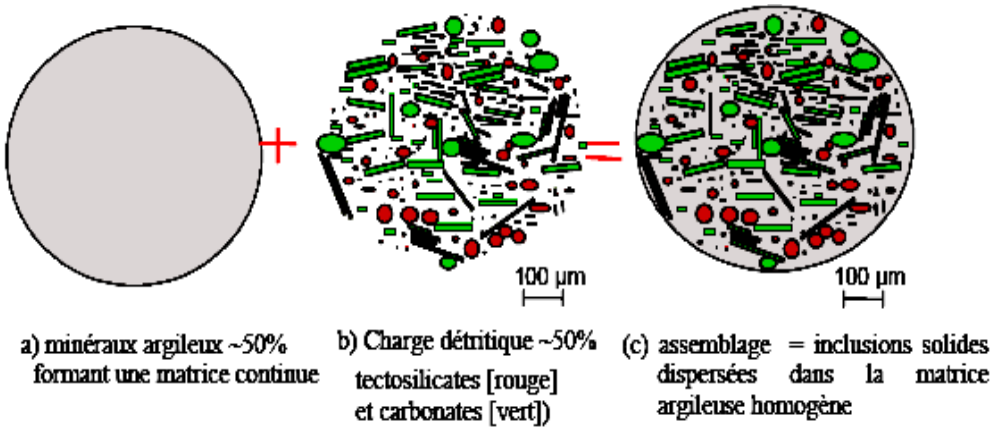


Figure1-5 : Modèle conceptuel de la microstructure des argilites (Sammartino, 2001).

A partir d'observations microstructurales, Gasc-Barbier (2002) a noté la présence de feuillets argileux qui entourent les grains de quartz et les cristaux de calcite. Chiarelli (2000) remarquent de la même manière que les grains de quartz et de calcite sont liés à la matrice argileuse.

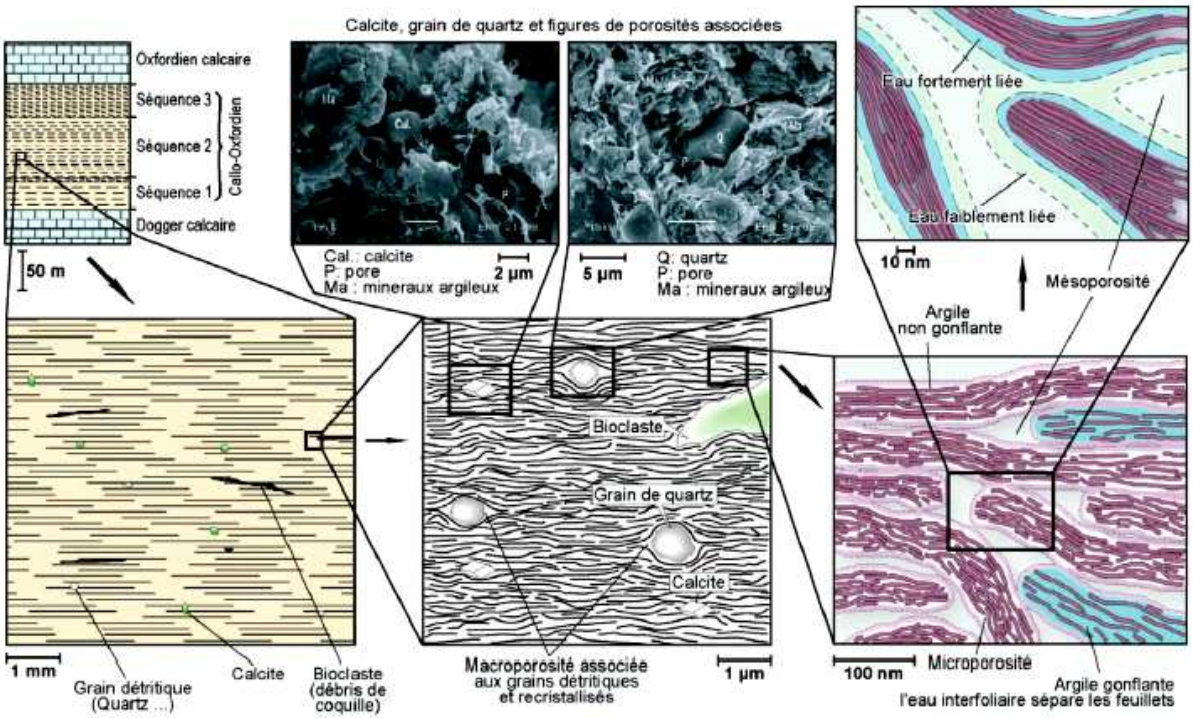


Figure1-6 : Schéma illustrant la microstructure des roches argileuses du COx (Bure) (Dossier ANDRA, 2005).

Les grains de quartz et de calcite sont noyés dans la matrice argileuse et un espace environ d'un micromètre et un réseau de fissures est observé autour des grains (quartz et calcite) (Figure1-6, Rapport ANDRA, 2005). La Figure1-7 montre un exemple de micrographie typique de l'argilite du COx où on observe les grains de quarts et de calcites noyés dans la matrice argileuse, (Abou-Chakra Guéry et al., 2007)

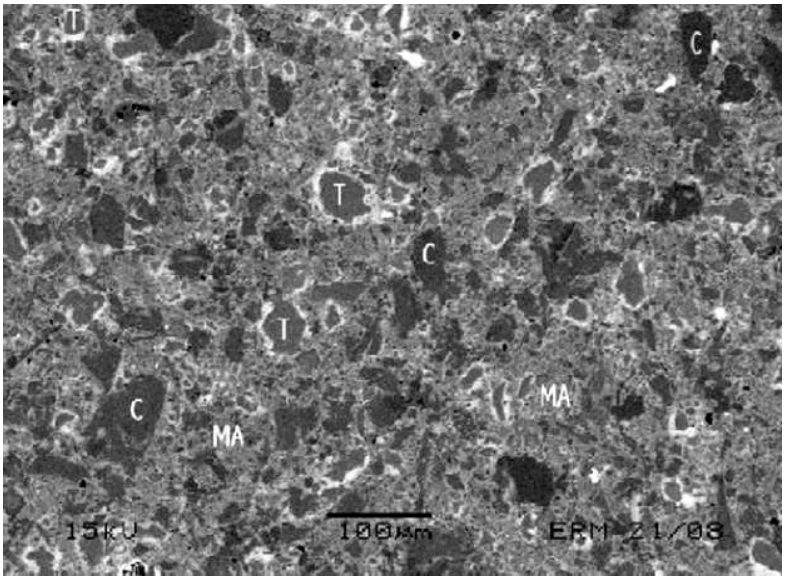


Figure1-7 : Micrographie de structure typique de argilite de Callovo-Oxfordian: grains de calcite (C), grains de quartz (tectosilicates) (T), et matrice argileuse (MA) (Abou-Chakra Guéry et al., 2007).

D'après Revil et Glover, (1998) quatre formes différentes d'eau sont présentes dans les argilites comme l'argilite du COx :

(1) l'eau structurale, contenue dans le réseau des minéraux ;

(2) l'eau interfoliaire entre les feuillets des minéraux argileux (physiosorbée), notamment dans la phase gonflante ;

(3) l'eau adsorbée en surface des particules liées aux forces de Van der Waals et dipôle-dipôle, qui attirent les molécules d'eau contre la surface des minéraux et qui représente une couche d'eau d'environ 1 nm d'épaisseur ;

(4) l'eau libre, présente surtout dans les macropores et qui n'est soumise à aucune force à l'exception, dans le cas de présence eau-gaz, des effets capillaires de pores d'accès d'un pore à un autre, qui peut donc librement circuler dans la roche.

Giannesini (2006) a proposé des valeurs de 6 à 12 % pour proportion d'eau d'hydratation des cations interfoliaires, 34 à 40% pour les eaux adsorbées d'autres natures et 54% pour l'eau libre.

1.4.3. Propriétés physiques

1.4.3.1.Porosité

Plusieurs types de porosité peuvent être définis : porosité physique, porosité associée au transport (convection, diffusion), porosité associée aux interactions géochimiques. La porosité physique s'exprime comme le volume des vides rapporté au volume total de l'échantillon. Elle peut être identifiée à l'aide des mseure de masse volumique, par porosimétrie au mercure et par porosimétrie à l'azote.

La porosité totale peut être divisée en (Giannesini, 2006) i) <u>macroporosité</u> associée aux minéraux détritiques (quarts et calcites) et aux espaces intergranulaires, ii) <u>mésoporosité</u> correspondant à la porosité intra-agrégats (et même à la porosité inter-agrégats dans le cas d'une haute teneur en argile) et iii) <u>microporosité</u> liée à l'espace interfoliaire des minéraux argileux smectitiques et à la porosité de limite de grains. Théoriquement, l'injection au mercure permet de mesurer l'ensemble de la méso-porosité et de la macro-porosité et l'adsorption à l'azote permet d'estimer la micro-porosité. Les valeurs de porosité totale mesurée par différents auteurs sont présentées dans le Tableau 1-3.

Auteurs	Wright (2001)	Homand (1998)	Gasc-Barbier (2002)	Esteban (2006)
Porosité totale (%)	9-18	10-17	10-14	13 (niveaux les plus carbonatés) 19,5 (niveaux les plus argileux)

Tableau 1-3: Différentes valeurs proposés de porosité totales de l'argilite du COx.

Dans les parties homogènes les plus argileuses, la porosité moyenne totale peut atteindre 20 ± 1% dont ~ 10% de macropores, ~ 86% de mésopores et ~ 4% de micropores (Cité par Esteban, 2006). Parmi les échantillons analysés, Esteban (2006) a observé une diminution de la macroporosité au profit de la mésoporosité dans les niveaux les plus argileux, associée à une diminution de la taille des pores et des connexions porales. Elles sont le reflet d'une diminution de la teneur en minéraux détritiques de grande taille (quartz ± chlorite, glauconie…) et en calcite (bioclastes, cristaux secondaires). Robinet (2008) a étudié la relation entre la teneur en carbonate et la porosité pour différents échantillons. Il confirme que pour les zones plus carbonatées la porosité est moins importante et pour les zones argileuses plus homogènes la porosité est plus importante (Figure 1-8).

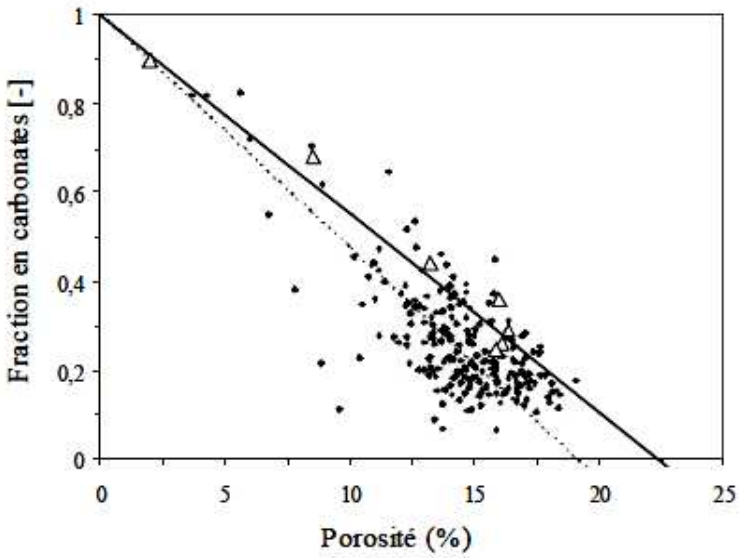


Figure 1-8 : Evolution de la porosité en fonction de la fraction en carbonate (Robinet, 2008).

Robinet (2008) présente Figure 1-8 une modèle semi-quantitatif d'organisation des hétérogénéités structurales et de la porosité globale au sein de la formation du Callovo-Oxfordien en fonction de la teneur moyenne en carbonates des échantillons. On observe sur le modèle présenté en Figure 1-9 que l'hétérogénéité de la formation du COx diminue avec la diminution de teneur en carbonate et elle se limite à l'échelle micrométrique.

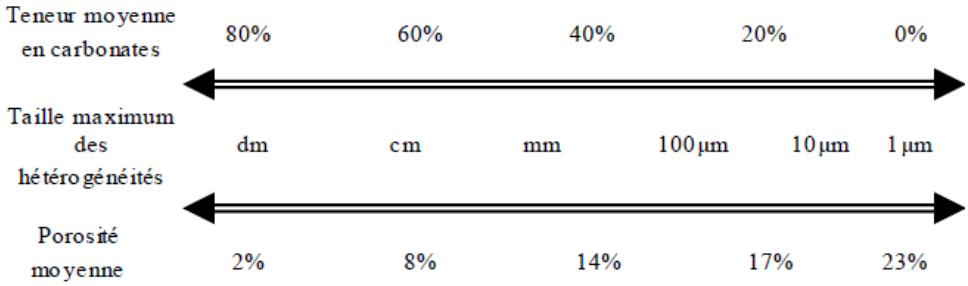


Figure 1-9 : Modèle « semi-quantitatif » d'organisation des hétérogénéités structurales et de la porosité globale au sein de la formation du Callovo-Oxfordien en fonction de la teneur moyenne en carbonates des échantillons (Robinet, 2008).

Sammartino (2003) a observé une excellente corrélation entre le volume de macroporosité mesuré par intrusion de mercure et la teneur en quartz qui confirme l'augmentation de la macro porosité en présence des grains de quartz.

1.4.3.2.Granulométrie

Du point de vue granulométrique, la fraction silteuse (2-63µm) est la plus abondante (40%), la fraction argileuse (<2 µm) est également importante (34%) tandis que les sables (63µm-2mm) restent largement minoritaires (1%) (Gaucher et al. 2004). La taille de certains grains peut néanmoins dépasser 200 µm (Ghoreychi, 1999). D'après les observations au MET (Ghoreychi, 1999), les argiles sont de relativement grande extension dans le plan des feuillets (2 µm), tandis que l'épaisseur des cristallites ou agrégats de cristallites est de quelques centaines d'Angstroems. Quelques caractéristiques physiques de l'argilite du COx comme la masse volumique humide, la teneur en eau, l'indice des vides et la porosité obtenues par différents auteurs sont présentés dans le Tableau 1-4.

Caractéristiques physiques	Wright (2001)	Bauer-Plaindoux (1998)
Mass volumique (Mg/m^3)	2,32-2,61	2,4
Teneur en eau (%)	2,8-8,7	5-9
Indice des vides (%)	-	15-20
Porosité		

Tableau 1-4: Quelques caractéristiques physiques de l'argilite du COx.

La Figure1-10 montre la variation de la masse volumique sèche de quelques roches argileuses avec la profondeur. La masse volumique sèche de l'argilite du COx varie avec la profondeur de 1,95 à 2,25Mg/m^3 (Heitz et Hicher, 2002).

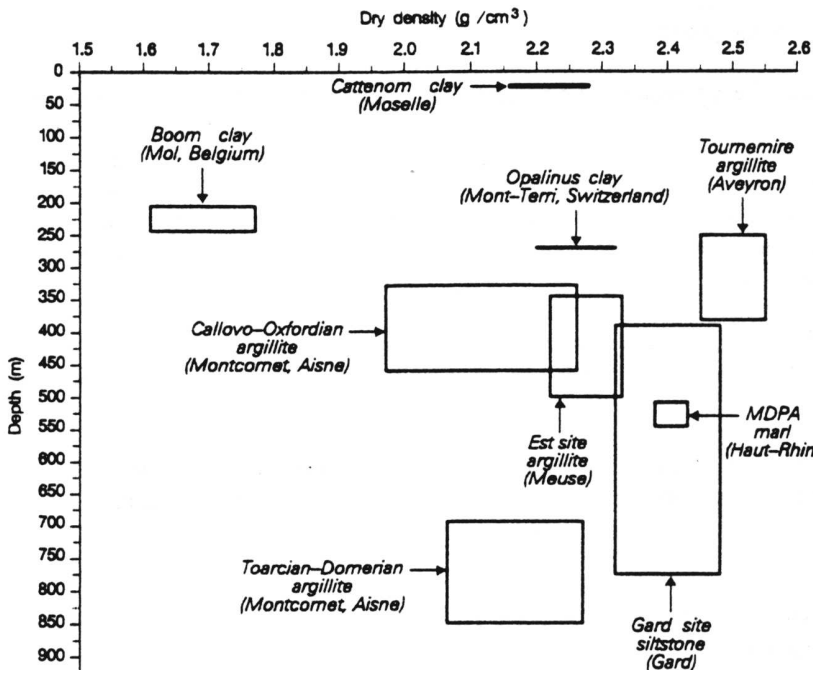


Figure1-10: Masse volumique sèche de quelques roches argileuses avec la profondeur (Heitz et Hicher 2002).

1.4.4. Propriétés hydrauliques

1.4.4.1.Perméabilité à l'eau

Du fait de la très longue durée nécessaire pour établir un régime d'écoulement permanent sous un gradient hydraulique constant dans les argilites de très faible perméabilité intrinsèque (entre 10^{-20} et 10^{-22} m^2), les méthodes transitoires sont préférées aux méthodes permanentes. Brace et al. (1968) ont présenté une méthode transitoire appelée « pulse test » basée sur la diffusion de pression. Hsieh et al. (1981) ont présenté une solution analytique du pulse test adoptée aux roches où l'hypothèse d'incompressibilité de l'eau devant la squelette de l'échantillon n'est plus valable, Dans cet essai, un échantillon cylindrique mince de roche est relié à deux réservoirs de liquide (Figure 1-11, Homand et al., 2004) en amont et en aval. Après saturation de l'échantillon et homogénéisation de la pression de pore, la pression est subitement accrue dans le réservoir en amont. La perméabilité intrinsèque est mesurée par la comparaison entre l'évolution de la pression dans les deux réservoirs et les courbes théoriques. Cette méthode a été utilisée par Heitz (1998), Coste (1999), Escoffier (2002) et Homand et al. (2004) pour déterminer la perméabilité des argilites du COx.

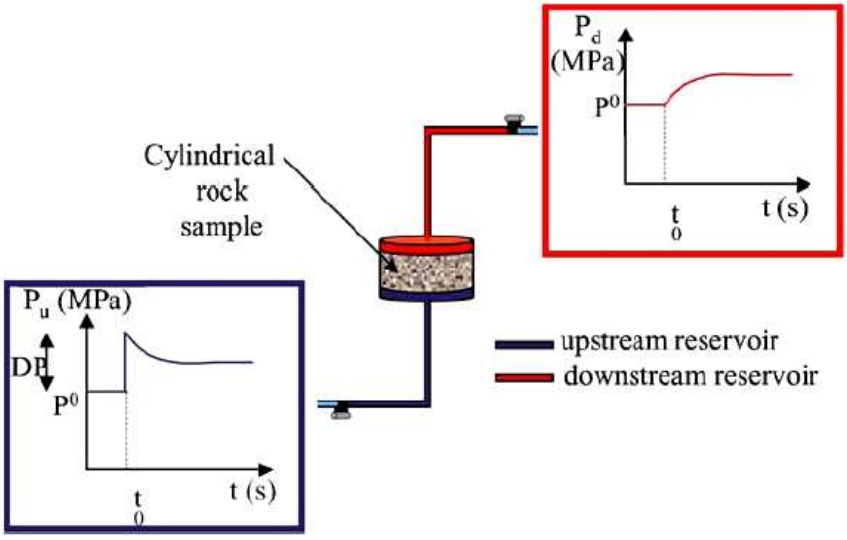


Figure 1-11 : Principe de la technique transitoire de pulse test (Homand et al., 2004).

Les résultats obtenus Escoffier (2002) pour trois échantillons testés sous différents chargements à température ambiante sont donnés au Tableau 1-5.

Echantillon	EST05067-1					EST05581-2		EST05581-1	
Profondeur	454m					463m		463m	
Pression de confinement (MPa)	4	4	10	10	20	10	10	20	20
Pression interstitielle(MPa)	1	1,01	1	1,04	1	1,1	1,15	1,09	1,28
Perméabilité intrinsèque ($\times 10^{-20}$ m²)	4	4	2	2 à 1	1	10	10	0,5	0,65

Tableau 1-5 : Perméabilité intrinsèque à l'eau sous différents chargements (Escoffier, 2002).

Heitz (1998) a étudié le lien entre les sollicitations thermiques et mécaniques et la perméabilité dans les argilites du COx. Les résultats de ses essais et de ceux de Coste et al. (1999) sont montrés au Tableau 1-6.

Réf.	Température (°C)	Pression de confinement (MPa)	Pression interstitielle (MPa)	Déviateur (MPa)	Intervalle de valeurs de perméabilité ($\times 10^{-20}$m²)	
					K_{min}	K_{max}
Heitz (1998)	20	11	4-4,4	0	0,1	0,9
	80	11	4-4,4	0	0,2	0,8
	20	11	4-4,4	0	0,6	1,6
	20	11	4-4,4	7	0,7	1,3
	80	11	4-4,4	7	0,4	1,1
	80	11	4-4,4	15	0,2	1,1
Coste (1999)	-	3	1-0	0	0,02	0,05
	-	3	1-0	0	0,5	
	-	3	1-0	0	1	2

Tableau 1-6: Résultats des essais de perméabilité à l'eau menés par Heitz (1998) et Coste (1999).

1.4.4.2.Perméabilité au gaz

La formation hôte sera également confrontée à des transferts de gaz lors de plusieurs étapes de stockage. Plusieurs équipes ont étudié la perméabilité au gaz des argilites sous différentes conditions (dont Zhang et Rothfuchs 2004, Marshall et al. 2005, Yang et al. 2010)

Zhang et Rothfuchs (2004) ont mesuré en régime permanent la perméabilité de l'argilite du COx dans deux directions perpendiculaire et parallèle au litage pour les échantillons de différentes teneurs en eau et sous différentes pressions de confinement jusqu'à 14 – 16 MPa. Les mesures ont été réalisées par injection d'azote dans les sens parallèle et perpendiculaire au plan de stratification à travers un échantillon initialement saturé avec une pression d'injection de 1,9 MPa sous une pression de confinement de 2,4 – 3MPa. Dans de telles conditions, le gaz entre dans les pores les plus gros et remplace l'eau interstitielle. Zhang et Rothfuchs (2004) ont remarqué que la perméabilité diminuait avec l'augmentation de la teneur en eau (Figure 1-12). Ces résultats mettent également en évidence une anisotropie de perméabilité (Figure 1-12) qui peut être expliquée par la densité plus importante des pores interconnectés parallèlement au litage (Renner et al., 2000). Dans le Tableau 1-7, les perméabilités intrinsèques parallèle et perpendiculaire au litage sous différentes pressions de confinements mesurés par Zhang et Rothfuchs (2004) sont présentées.

Pression de confinement (MPa)	2,4 – 3	14,5 – 16,2
Perméabilité intrinsèque parallèle au litage (m²)	$8\times10^{-19} – 1\times10^{-17}$	$5\times10^{-19} – 8\times10^{-19}$
Perméabilité intrinsèque perpendiculaire au litage (m²)	$6\times10^{-20} – 3\times10^{-19}$	$6\times10^{-20} – 1\times10^{-19}$

Tableau 1-7 : Résultats des essais de perméabilité au gaz menés par Zhang et Rothfuchs (2004).

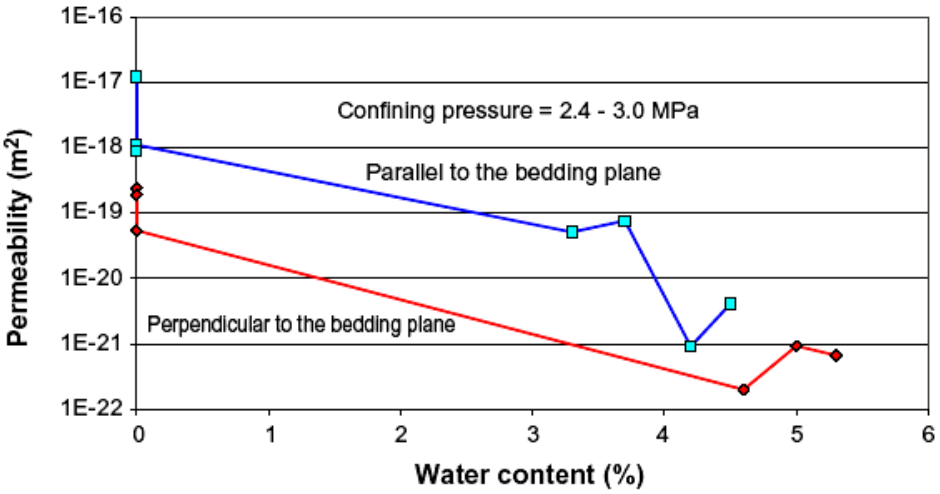


Figure 1-12 : Perméabilité au gaz en fonction de la teneur en eau, Zhang et Rothfuchs (2004).

Yang et al. (2010) ont réalisé les essais de perméabilité au gaz (k_g) en régime transitoire par la méthode « Pulse test » avec de l'argon sur des échantillons à différents degrés de saturation sous une pression de confinement initiale de 5MPa ; afin d'estimer l'effet de l'endommagement mécanique sur la perméabilité au gaz, un cycle de chargement-déchargement a été réalisé sous 5MPa avec le chemin en σ_{axial} suivant: 5 -18 - 23 - 28 - 23 -18 - 5 MPa ; la pression initiale de gaz valait entre 2 et 3 MPa et l'incrément de pression de gaz environ 0,2 MPa. Les valeurs de perméabilité au gaz mesurée en condition isotrope à différents degrés de saturation sont données au Tableau 1-8.

Echantillon EST20548	1	2	3	4	4	5	6
k_g ($\times 10^{-19}$m²)	0,9	2,1	8	2,1	13,5	4,3	12,5
Sr (%)	91	51	79	60	23	43	81

Tableau 1-8: Perméabilité au gaz sous la pression de confinement de 5MPa (Yang et al. 2010).

Sur la Figure 1-13 on observe l'effet d'un cycle déviatorique sur les perméabilités au gaz mesuré en condition isotrope. La perméabilité au gaz décroît pendant le chargement (A) et augmente pendant le déchargement (B), ce qui peut être expliqué par la fermeture des micro fissures et la diminution de la porosité au chargement et par l'ouverture de certaines micro fissure au déchargement.

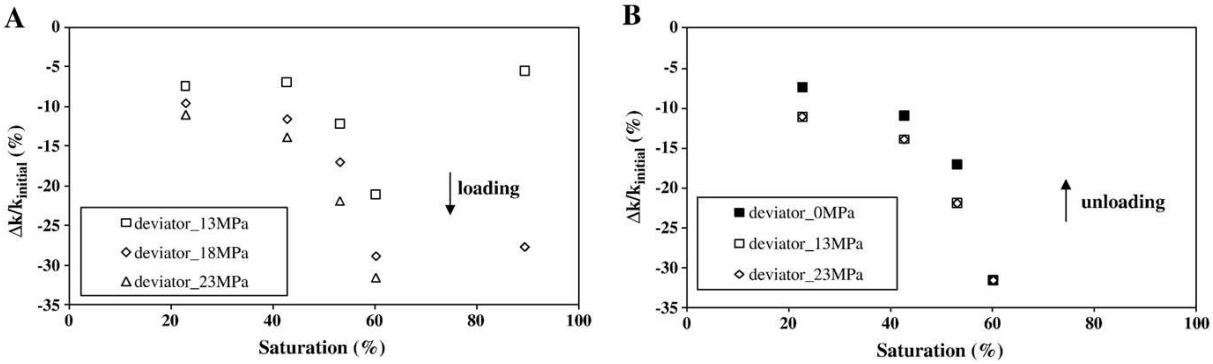


Figure 1-13 : Effet du cycle déviatorique sur la perméabilité au gaz, (Yang et al. 2010).

Zhang et Rothfuchs (2008) ont mesuré la perméabilité au gaz de différents échantillons avec des fissures préexistantes sous différents états de contraintes afin d'étudier l'effet de la recompaction sur la perméabilité au gaz des échantillons endommagés. On observe sur la Figure 1-14 que la perméabilité diminue avec l'augmentation de pression totale (les chemins de contraintes ont été choisis pour appliquer une contrainte de compression normale sur la fissure). Ils ont également étudié l'évolution sous contrainte de confinement variable de la perméabilité d'échantillons pré-endommagés dans les directions perpendiculaire et parallèle

au litage. On observe sur le Figure 1-15 que les deux perméabilités diminuent pendant le chargement.

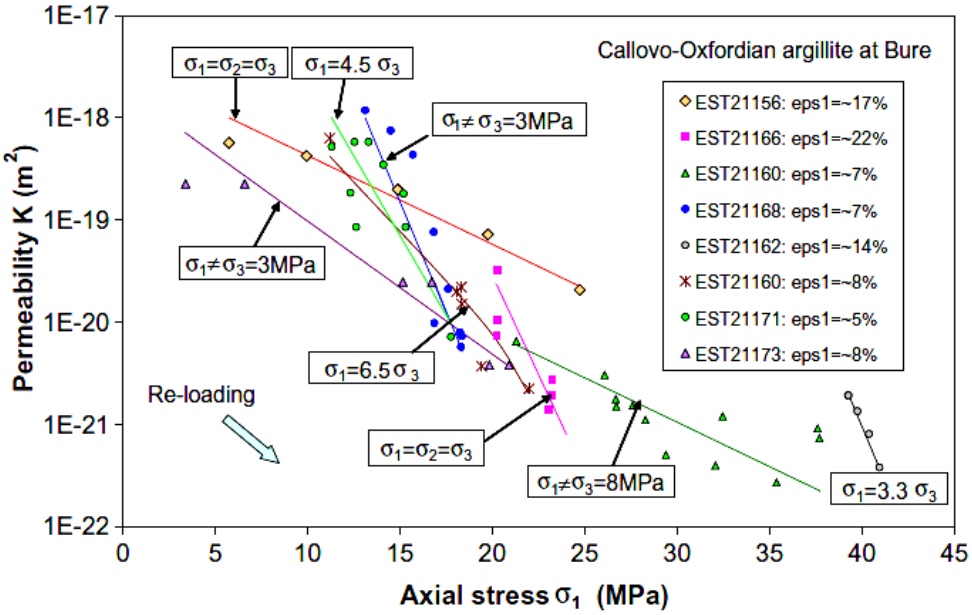


Figure 1-14 : Evolution de la perméabilité au gaz sous différent état de pression appliquée (Zhang, 2008).

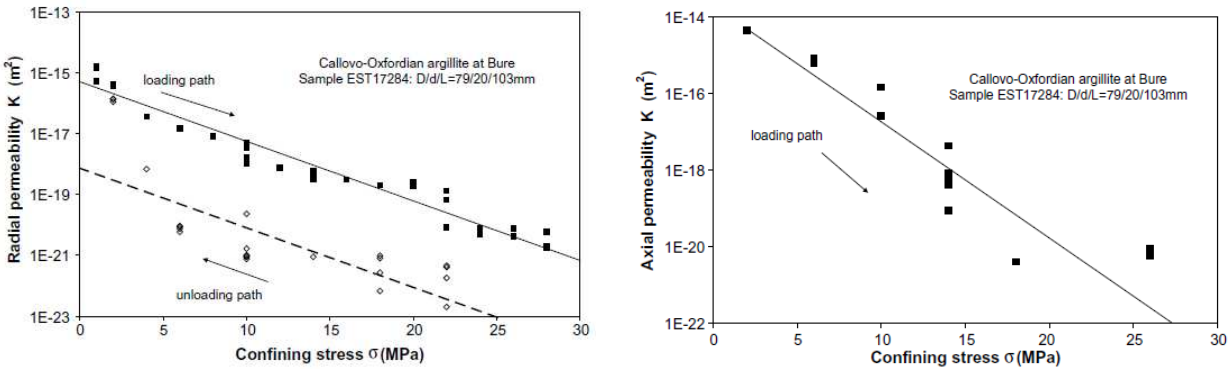


Figure 1-15 : Evolution des perméabilités au gaz perpendiculaire et parallèle au litage sous augmentation de pression de confinement (Zhang et Rothfuchs 2008).

1.4.5. Propriétés thermiques

1.4.5.1.Conductivité thermique

La conductivité thermique est définie par la quantité de chaleur transférée par unité de surface pendant une unité de temps sous un gradient de température d'un degré par mètre. D'après le dossier ANDRA 2005, les conductivités thermiques moyennes parallèles et perpendiculaires à la stratification sont respectivement de 2,2-2,7 et 1,6-1,9 W/m/K. La non-linéarité de la conductivité thermique des argilites en fonction de la température (entre 20 et

80°C) a été analysée par Su et al. (2002) sur la base des mesures faites par Homand (1998). Ils proposent la relation suivante :

$$\lambda = \lambda_0 (1 - 0{,}0009 (T - 20)) \qquad \textbf{(1-1)}$$

où λ_0 représente la conductivité à 20°C en W/m/K.

Il existe des différences significatives de la conductivité thermique des argilites du Callovo-Oxfordien dans la formation (Su 2002, Homand 1998), expliqué par une corrélation évidente entre la conductivité thermique, la porosité et la composition minéralogique.

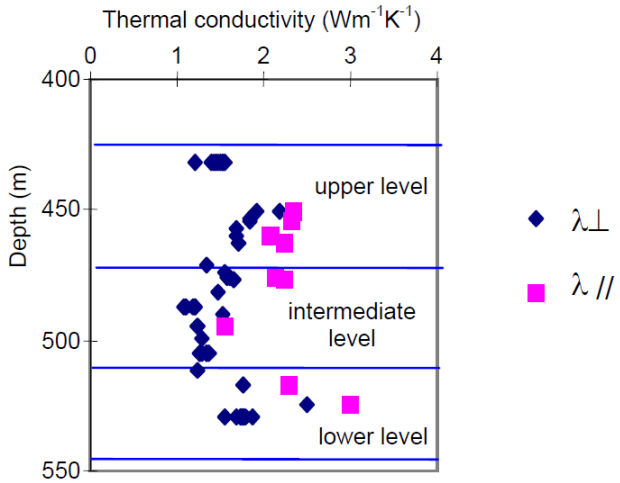


Figure 1-16 : Evolution verticale de la conductivité thermique mesurée sur les échantillons prélevés de la carotte EST104 et HTM102 (Homand, 1998).

La conductivité thermique de tous les horizons supérieurs qui sont à la fois riche en quartz (pourcentage maximal : 38%) et en calcite (pourcentage maximal: 38%) est plus élevée en raison de la conductivité thermique plus élevée du quartz (7,7 W/m /K) et de la calcite (3,3 à 3,6 W/m /K) par rapport aux minéraux argileux (Kaolonit=2,6 ; illite=1,8 ; Smectite =1,9 W/m /K ; d'après Robertson 1988 ; Brigaud 1989)). De plus, la porosité de ces horizons est plus faible. Les valeurs moyennes de la conductivité thermique parallèle et perpendiculaire au litage sont respectivement de 2,2 et 1,6 W/m /K (Su, 2005). L'horizon central correspond à la zone plus argileuse. Elle est caractérisée par les valeurs de conductivité thermique les plus faibles de la formation hôte, avec de conductivités thermiques parallèle et perpendiculaire au litage respectivement égales à 1,9 W/m/K et 1,3 W/m/K. Les valeurs de conductivité thermique de l'horizon inférieur sont les plus importantes de la formation en raison de la teneur en carbonate très élevée et la porosité la plus faible de cet horizon. (Su, 2005).

1.4.5.2.Chaleur spécifique

La chaleur spécifique est déterminée par la quantité d'énergie nécessaire pour élever d'un degré (K) la température de l'unité de masse du matériel. La chaleur spécifique des argilites

saturées varie peu avec la profondeur. A 20°C, elle est en moyenne de 1096 J/kg/K. les valeurs plus importantes correspondent aux horizons les plus carbonatés.

1.4.5.3.Diffusivité thermique

La loi de Fourier et l'équation de la chaleur font intervenir la conductivité thermique (λ, W/m/K) et la chaleur spécifique (C_p, J/kg/K) de la roche. La diffusivité thermique (a, m^2/s) est définie par : $a = \lambda/(\rho\ C_p)$.

où ρ est la masse volumique [kg/m^3]. La mesure de λ, de ρ et de C_p permet de déterminer la diffusivité thermique (a). La diffusivité thermique mesurée suivant la direction parallèle à la stratification est toujours plus élevée (moyenne $9{,}2\times10^{-7}$ $m^2.s^{-1}$) que celle mesurée dans la direction perpendiculaire (moyenne $7{,}4\times10^{-7}$ $m^2.s^{-1}$). (Homand et al., 2006).

1.4.6. Propriétés mécanique

De nombreux essais mécaniques et (essai uniaxiaux et triaxiaux, oedométrique, traction indirecte, fluage, relaxation) ont été réalisés sur l'argilite du COx (Thorel 1995, Heitz 1997, Bauer 1997, Homand 1997, 2000, Chiarelli 2000) et un certain nombre de paramètres sont représentés au Tableau 6.

Paramètres	Ghoreychi (1999)	Rapport ANDRA (2005)	Heitz (1997)	Homand (1997-2000)	Thorel (1995) Bauer (1997)	Chiarelli (2000)
Module d'élasticité $E_\perp$ (GPa)	2,3-11	3,8-4,3	2,89±0,64	5,81	3,1±0,56	8,27± 0,95
Module d'élasticité $E_\parallel$ (GPa)			-	9,69±1,21	6,2±1,62	-
Résistance uniaxiale à la traction R_t (MPa)	0,9-5,4	2,7±1,5	-	-	-	-
Résistance uniaxiale à la compression R_C (MPa)	19-48,8	19,4	-	-	-	-
Coefficient de Poisson $\nu_\perp$	0,17-0,4	0,18-0,37	-	0,2	0,31±0,06	0,19±0,01
Coefficient de Poisson $\nu_\parallel$			-	0,23±0,057	0,34±0,015	-

Tableau 1-9: Caractéristiques mécaniques de l'argilite du COx.

Les paramètres mécaniques (module d'Young, coefficient de Poisson) dépendent de la teneur en eau et de la teneur en carbonate qui varient avec la profondeur de prélèvement (Escoffier 2002). Les éprouvettes à forte teneur en carbonate et à faible teneur en eau ont une rigidité plus grande. Heitz et Hicher (2002) a trouvé une bonne corrélation entre la teneur en carbonate, la masse volumique humide et la résistance à la compression simple.

La Figure 1-17 montre que le module d'Young, mesuré avec la courbe de déchargement lors d'essais de compression simple réalisés par Zhang et Rothfuchs (2004), augmente de 5,5 à 7,5 GPa quand la charge axiale augmente de 2 à 20 MPa. Cette augmentation ne semble pas dépendre de la teneur en eau de l'échantillon.

Selon les observations précédentes, on peut conclure que les argilites présentent une augmentation de la raideur élastique quand la teneur en eau diminue.

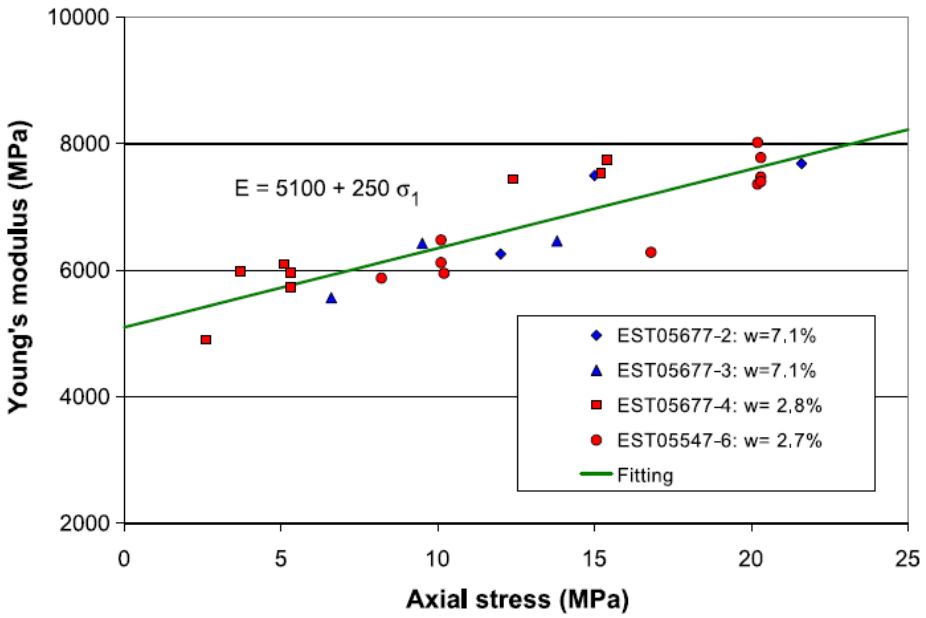
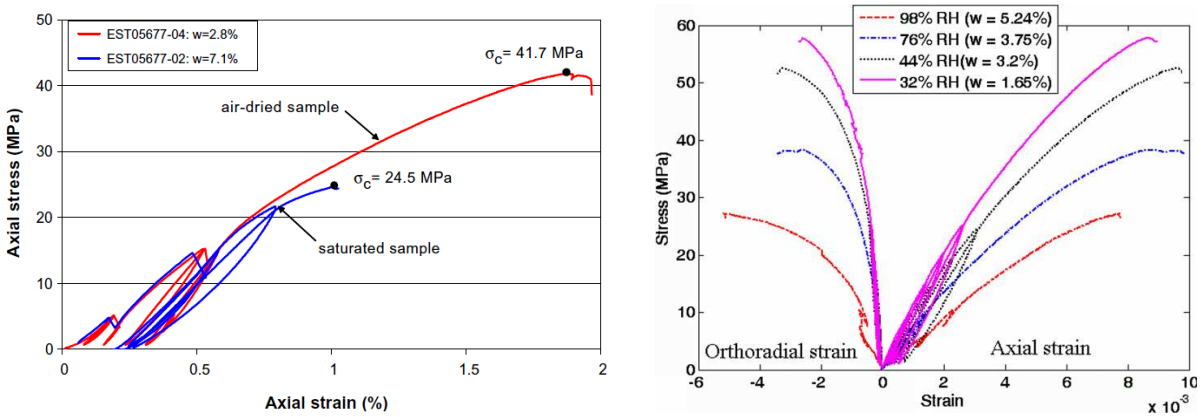


Figure 1-17 : Module d'Young en fonction de la contrainte de chargement axiale. (Zhang et Rothfuch, 2004)

Zhang et Rothfuch (2004) ont également réalisé des essais en compression simple à différents degrés de saturation. On observe sur la Figure 1-18 que la résistance uniaxiale à la compression (R_C) de l'argilite diminue avec l'augmentation du degré de saturation alors que la pente des courbes est analogue. Ce dernier point n'est pas conforme avec les résultats d'essais de compression simple à succion controlée de Pham et al. (2007) qui ont obtenu des valeur de module d'Young variant entre 5,8 et 12 GPa et des valeurs du coefficient de Poisson entre 0,3 et 0,12 pour une variation de succion entre 2,7 et 115,2MPa.



(a) Zhang et Rothfuch (2004) ***(b) Pham et al. (2007)***

Figure 1-18 : Essais de compression simple sur les échantillons en différent degré de saturation ;

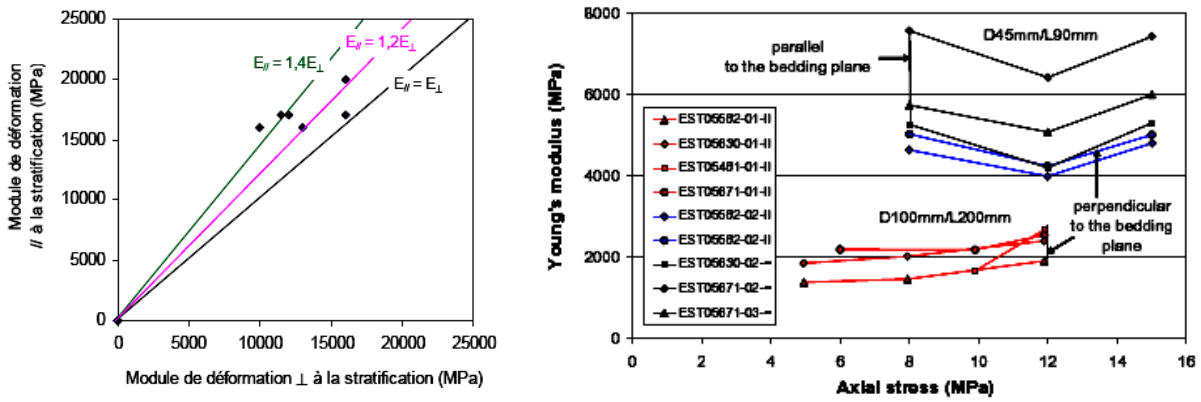
L'argilite du COx est un matériau isotrope transverse. Les modules élastiques des éprouvettes quasi-saturées déterminés par la propagation d'ondes ultrasonores sont indiqués dans le Tableau 1-10 (Homand et al., 2006) (plan 1-2 :perpendiculaire au litage, plan 2-3 : parallele au litage). L'ordre de grandeur des modules d'Young ainsi obtenus reste cependant assez comparables selon les différentes directions ; il est logiquement plus élevé que les modules « pseudo-élastiques » obtenus à plus grande déformation présentés ci-dessus au Tableau 1-10

Prof. (m)	υ_{12}	υ_{21}	υ_{23}	G_{12} (GPa)	G_{21} (GPa)	υ_{12} / E_1	υ_{21}/ E_2	V_p (m/s)	V_{smax} (m /s)	V_{smin} (m/s)	E_1 (GPa)	E_2 (GPa)
460-505	0.35	0.37	0.29	9	7.9	0.017	0.017	4050	2000	1900	21	22

Tableau 1-10: Caractéristiques élastiques déduites de mesures de vitesses de propagation d'ondes (Homand et al. , 2006)

Les différentes distributions de microfissures dans les directions parallèles et perpendiculaires au plan de litage établissent une anisotropie de la déformation élastique. Escoffier (2002) a analysé l'anisotropie du comportement mécanique de l'argilite du COx à partir des résultats des essais de compression simple dans deux directions de la stratification réalisés par différents auteurs (Homand 1997, 2000; Thorel 1995 ; Bauer 1997, etc.). Elle a en déduit que les modules Young sont plus grands dans la direction parallèle au litage que dans la direction perpendiculaire au litage. En revanche, la diversité des coefficients de Poisson mesuré dans les deux directions n'a pas permis d'observer d'influence claire de la direction sur ce paramètre.

Zhang et Rothfuchs (2004) ont également vérifié cette anisotropie du module d'Young et ils ont obtenu des modules environ 1,5 fois plus élevés dans la direction perpendiculaire au plan de litage (Figure 1-19).



(a) *(b)*

Figure 1-19 : Anisotropie des modules de déformation des argilites, (a) rapport Andra 2005 (Auvray, 2004a, 2004b) ; (b) Zhang et Rothfuchs (2004)

Il est à noter que les modules d'Young mesurés dépendent significativement de la méthode de mesure choisie et même de la taille de l'échantillon. Escoffier (2002) a conclu que les valeurs obtenues lors d'essais sur échantillons de grande taille sont moins élevés que celles des échantillons de petite taille ; de même, les valeurs obtenues par mesures globales sont plus faibles que celles obtenues par mesures locales. Cette étude met en évidence l'effet de la densité des microfissures sur les propriétés mécaniques.

La résistance à la rupture de la roche en fonction de l'état de contrainte est analysée à partir des essais de compression triaxiale à différents confinements. Homand et al. (2006) ont réalisé des essais triaxiaux sur les éprouvettes « quasi saturées » sous un confinement de 12 MPa correspondant à l'état de contrainte in situ et une surpression interstitielle nulle. Ils ont trouvé une résistance à la rupture de 48,9 MPa pour les éprouvettes dont l'axe est perpendiculaire au litage et de 43,2 MPa pour les éprouvettes dont l'axe est parallèle au litage, correspondant à un rapport d'anisotropie de 1,13.

Zhang et Rothfuchs (2004) ont également réalisé des essais compressions triaxiales afin d'étudier l'endommagement et la rupture de l'argilite du COx, les essais ont été réalisé par palier en variant la pression de confinement de 1 à 16MPa.

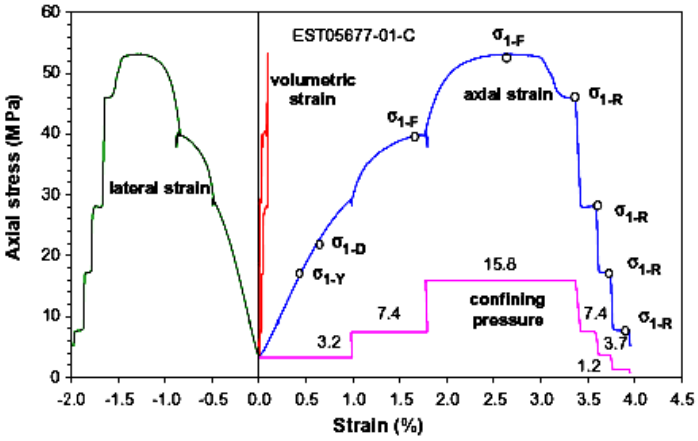


Figure 1-20 : Exemple de résultats d'essai triaxial multi- étapes (Zhang & Rothfuchs, 2004)

Selon les résultats expérimentaux, un critère de forme parabolique de Hoek & Brown (1980) est adapté pour l'argilite du COx. Il est défini par l'expression suivante :

$$\sigma_1 = \sigma_3 + (\sigma_3 . \sigma_c . m + S . \sigma_c^2)^{1/2} \qquad \textbf{(1-2)}$$

où :

- σ_1 et σ_3 sont les contraintes principales majeure et mineure à la rupture ;
- m et S sont des paramètres caractérisant le massif rocheux,
- σ_c est la résistance en compression uniaxiale de la roche saine non endommagée.

Où σ_c =25MPa, m=2,5 et S=1 (D'après Zhang et Rothfuchs (2004, 2008)).

Zhang et Rothfuchs (2008) défini deux enveloppes de la résistance de pic (« percolation threshold ») et la résistance résiduelle (« dilatancy boundary »). Ils expliquent qu'au-dessous de l'enveloppe de résistance résiduelle, le chargement conduit à la compaction et la fermeture des micro-fissures pré-existantes, Entre les deux enveloppes, le chargement donne lieu à la génération et la propagation des micro fractures locales qui ne sont pas encore complètement interconnectés. Au-dessus de l'enveloppe de pic, le chargement augmente la propagation et la connectivité des micro-fractures, formant ainsi des macro-fractures. (Figure 1-21)

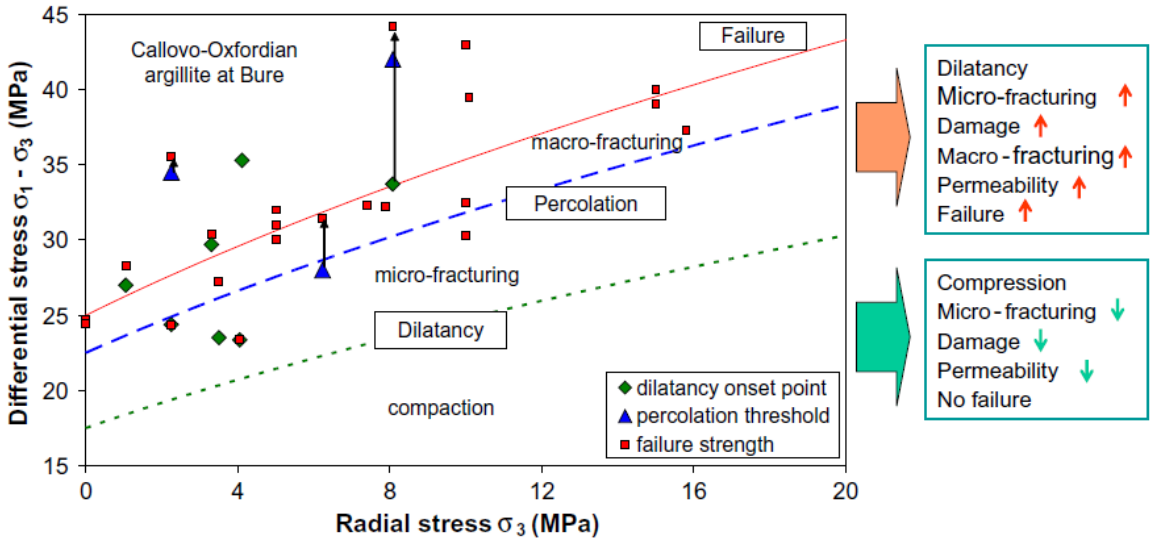


Figure 1-21 : Enveloppes de résistance de pic et résiduelle (Zhang & Rothfuchs, 2008).

1.4.7. Propriété poromécaniques

Les paramètres poroélastiques de l'argilite comprennent le coefficient de Biot b (b=1-K_d/K_s), le module de Biot M, le module de compressibilité drainée C_d (exprimé en GPa^{-1} ou le module de d'incompressibilité drainée $K_d=1/C_d$ en GPa) et le module de compressibilité non-drainée C_u (exprimé en GPa^{-1} ou le module d'incompressibilité non-drainée $K_u=1/C_u$ en GPa), le module de compressibilité des grains solides C_s (exprimé en GPa^{-1} ou le module d'incompressibilité des grains solides $K_s=1/C_s$ en GPa), le coefficient de Skempton B, le module de compressibilité oedométrique élastique C_{oedo} déterminé au déchargement (en GPa^{-1} ou le module oedométrique élastique $M_{oedo}=K+4G/3$, $C_{oedo}=1/M_{oedo}$ où K et G sont repesctivement le module d'incompressibilité drainé et le module de cisaillement) peuvent être fourni directement par les résultats des essais au laboratoire ou par des relations théoriques (Chapitre 2). Certains de ces paramètres sont déterminés avec une certaine incertitude due notamment aux difficultés expérimentales et à la variabilité minéralogique. Les difficultés expérimentales principales sont dues à la faible perméabilité de la roche (10^{-12} à 10^{-14} m/s) et à sa faible déformabilité.

Avec les méthodes classiques, une durée longue est nécessaire pour garantir la resaturation des échantillons avant l'essai et la stabilisation de la pression et de la déformation, à chaque étape de chargement. De plus, au cours de ces longues phases de stabilisation, des phénomènes de fluage ou de gonflement induisent des incertitudes supplémentaires. Pour cette raison, certains essais de la bibliographie ont été qualifiés de « quasi-saturés » ou « pseudo-drainés ».

Vincké et al. (1998), Escoffier (2002) et Bemer et al. (2004) ont déterminé le coefficient de Biot en cellule oedométrique. Ces essais sont basés sur l'application successive d'un cycle de chargement-déchargement en contrainte axiale, à pression interstitielle constante, et d'un cycle de chargement-déchargement en pression interstitielle, à contrainte axiale constante. Les auteurs ont ainsi étudié la dépendance de la compressibilité de l'argilite du COx par rapport à la contrainte appliquée et constaté une diminution du coefficient de Biot et de la compressibilité avec l'augmentation de la contrainte axiale.

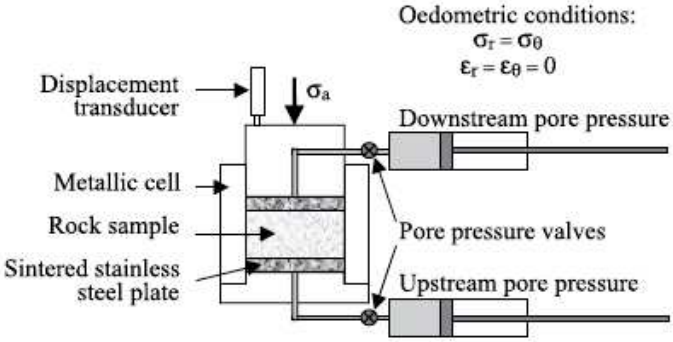


Figure 1-22 : Principe de l'oedomètre utilisé pour mesurer le coefficient de Biot (Bemer, 2004).

Bemer et al. (2004) ont également confirmé la dépendance du comportement poromécanique aux degré de saturation initial Un degré de saturation plus important correspond à une compressibilité plus élevé.

Heitz (1999) a mesuré le coefficient de Biot sous des conditions de contrainte isotrope sur 11 échantillons de 8 profondeurs différentes. On observe sur la Figure 1-24 que le coefficient de Biot passe de 0.33 pour une teneur en carbonates de 30% à 0.8 pour une teneur en carbonates de 20% ce qui indique que le coefficient de Biot croit avec la proportion de phase argileuse.

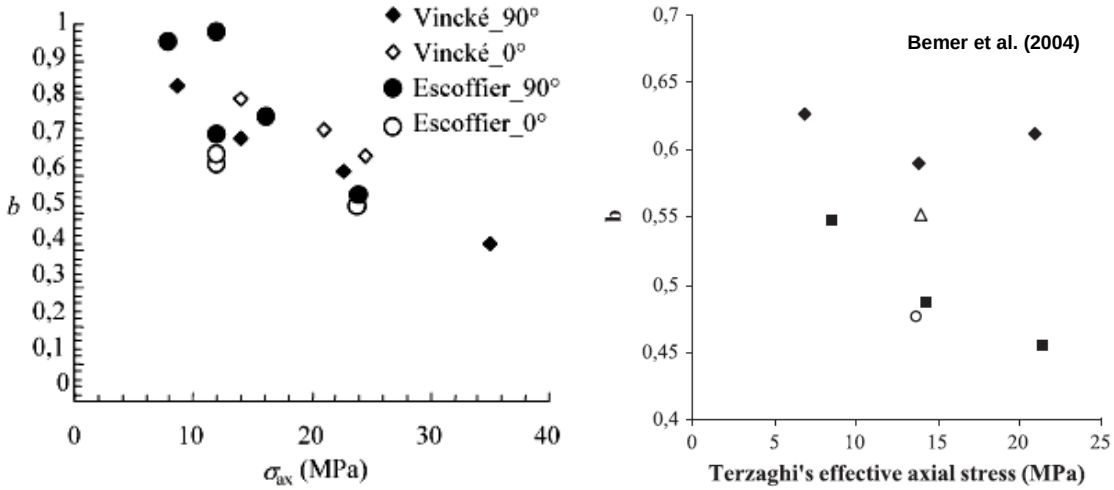


Figure 1-23 : Variation du coefficient de Biot en fonction de la contrainte axiale (essais oedométrique, Vincké et al. (1998), Escoffier (2002) d'après Homand et al. 2006, Bemer (2004)).

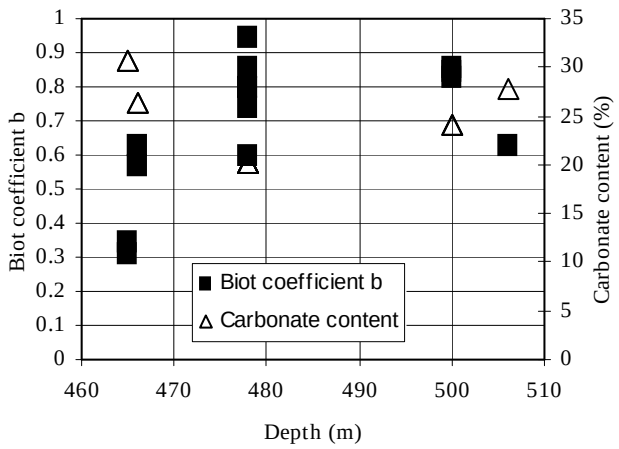


Figure 1-24 : Variation du coefficient de Biot et teneur en carbonate avec la profondeur, mesuré sous les conditions de contrainte isotrope (Heitz, 1999).

Les paramètres poromécaniques mesurés au laboratoire dépendent de nombreux paramètres, ce qui explique la forte variabilité des valeurs expérimentales obtenues (cf. Tableau 1-11 qui présente une synthèse de résultats obtenus sur l'argilite du COx): la minéralogie de l'échantillon (variant avec la profondeur de prélèvement) ; le degré d'endommagement préexistant au sein de l'échantillon testé (fonction de la procédure d'excavation, de la durée de stockage de la carotte, du degré de séchage, de la procédure de taille de l'éprouvette), du degré de saturation de l'échantillon, de la procédure expérimentale adoptée (saturation préalable, conditions oedométriques ou isotrope, type de mesure des déformations) et du niveau des contraintes appliquées au cours de l'essai. Etant donné que l'argilite du COx est un matériau isotrope transverse quelques auteurs ont déterminé le rapport d'anisotropie R défini comme le rapport entre la déformation axiale et radiale ($R=\varepsilon_{ax}/\varepsilon_{rad}$).

		Thorel (1995)	Bauer (1997)	Heitz (1998)	Vincké (1997)	Coste (1999)	Chiarelli (2000)	Escoffier (2002)		Bemer (2004)
Essai		Compression triaxiale		Compression isotrope	Compression oedométrique	Compression triaxiale		Compression isotrope	Compression oedométrique	Compression oedométrique
Gamme de contraintes appliquées (MPa)	σ	2-10	2-12	9-15	3,7-24,5	3-78		2-24	2-24	8-35
Gamme de pressions interstitielle (MPa)	u_w	?	?	2-4,8	0,8-1,78	?		1	1-7	2-11
Profondeur (m)	*Prof.*			460-500	460-500	425-460		447-500	447-500	434-515
Etat de saturation	*Sr*	Saturé	Saturé	Saturé	?	?		Saturé	Saturé	Saturé
Rapport d'anisotropie	*R*	?		?		1-5		1,7-2	1,87	
Compressibilité drainée (GPa^{-1})	C_d			0,8-3	0,36-1,48	0,17-0,25		0,2-0,65	0,69-0,17 calculé, Homand (2006))	
Compressibilité non-drainée (GPa^{-1})	C_u	0,14-0,32	0,32-0,45	1-2,5		0,037-0,45		0,06-0,18		
Compressibilité des grains solides (GPa^{-1})	C_s				0,12-0,35				0,017-0,1	
Compressibilité oedométrique (GPa^{-1})	C_{oedo}				0,21-0,91				0,1-0,42	0,22-1
Coefficient de Biot	*b*			0,2-1	0,42-0,84	0,36-0,65			0,521-0,952	0,45-0,62
Module de Biot (GPa)	*M*					0,094-0,24				0,45-2
Coefficient de Skempton	*B*			0,4-0,9		0,31-0,65		0,61-0,77		

Tableau 1-11 : Paramètres poromécaniques mesurées par différents auteurs.

1.4.8. Comportement Thermo-Hydro-Mécanique

Lorsqu'une charge thermique due au déchets exothermiques est appliquée sur une roche hôte saturée peu poreuse et peu perméable comme l'argilite du COx, une forte surpression interstitielle thermique qui peut significativement affecter le comportement hydraulique et mécanique du milieu, est engendrée en son sein. Cette élévation de température peut également modifier les caractéristiques mécaniques intrinsèques de l'argile et engendrer des redistributions de contraintes et des instabilités. Une connaissance approfondie du comportement thermo-hydro-mécanique (THM) de l'argilite, encore assez peu documenté, est donc nécessaire.

Pour cette raison, plusieurs études expérimentales ont été mises en œuvre au laboratoire ou in-situ et plusieurs modèles THM numériques couplés ont été développés afin de simuler le comportement couplé de la formation hôte à court terme et à long terme. Les modèles ont été vérifiés et validés par la simulation des résultats des essais à petite échelle en laboratoire et des essais à grande échelle en place. Ces essais au laboratoire et en place fournissent, directement et indirectement, les propriétés intrinsèques du matériau qui sont utilisés dans les modèles numériques. On présente ici l'essai in-situ de chauffage TER réalisé au laboratoire souterrain de Meuse/Haute-Marne à Bure ainsi que le modèle utilisé afin de simuler le comportement THM de la formation du COx. On présente également les essais réalisés au laboratoire.

1.4.8.1.Essai in-situ de chauffage (TER)

L'expérimentation de TER est effectuée en profondeur de 490 m au niveau du laboratoire souterrain de Meuse/Haute-Marne (M/H-M URL). Les instrumentations sont installées sur le côté Nord de la galerie de GEX (Figure 1-25).

Entre Juillet et Décembre 2005, un certain nombre de capteurs ont été mis en place dans la zone d'essai pour obtenir les conditions initiales de l'expérience et mesurer la réponse thermique de la roche (un capteur PT100 pour la mesure de la température, un capteur de pression pour la mesure de la pression de pore, un micromètre de forage pour la mesure de la déformation).

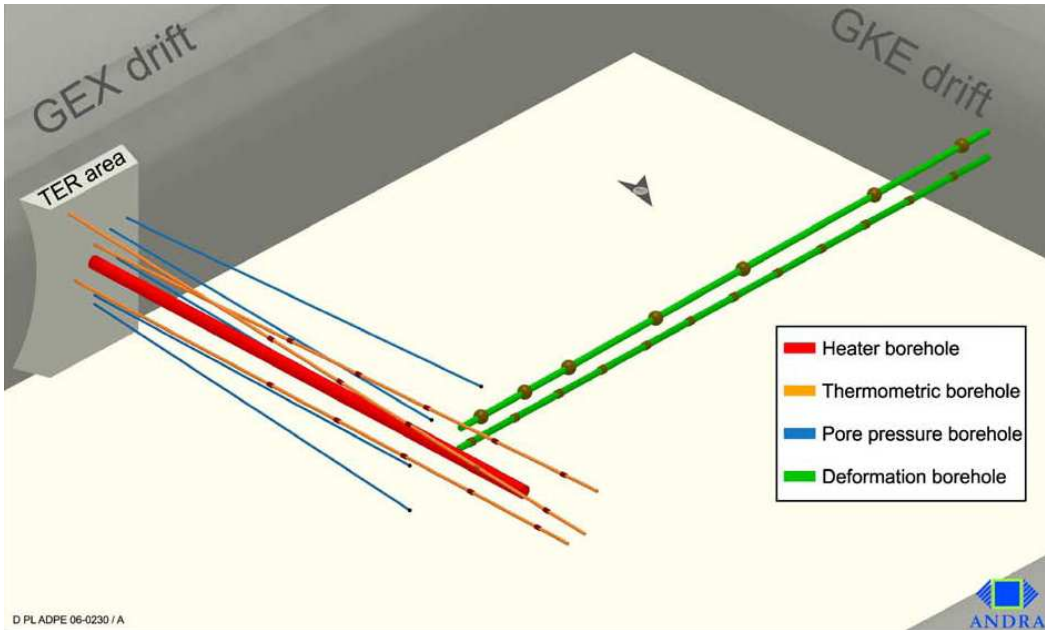


Figure 1-25 : Vue générale 3D de la zone d'expérience TER (M/H-M URL).

Le 6 Décembre 2005, le forage de chauffage (TER1101) a été foré horizontalement à une profondeur de 10 m parallèle au plan du litage. La source de chauffage est installé près de l'extrémité du forage ; l'espace entre la formation d'argilite et la source est empli de ciment afin d'éviter la présence d'air entre la roche et le systeme ; la source de chauffage a une longueur de 2 m, elle a été pressurisée jusqu'a 1MPa pour assurer un bon contact avec la formation d'argilite. Après l'installation du système chauffant, une période d'attente a été respectée afin de permettre l'établissement d'un écoulement hydraulique permanent dans la roche. Ensuite le système de chauffage a été allumé avec une puissance de 277W à partir du 11 Janvier 2006 (Wileveau et al., 2007) et maintenu à ce niveau pendant 20 jours ; puis la puissance a été augmentée jusqu'à 925W et maintenue 22 jours ; finalement le système a été éteint pour une période de 200 jours en raison deproblèmes techniques pendant laquelle la roche a été refroidie jusqu'au niveau initial de température. Une autre phase de chauffage a été commencée fin 2006 avec tout d'abord une puissance de 150W maintenue pendant 20 jours et prolongée par une période sous 300W. Durant ces périodes (Figure 1-26), l'évolution de la température, de la pression interstitielle et de la déformation de la roche ont été enregistrées.

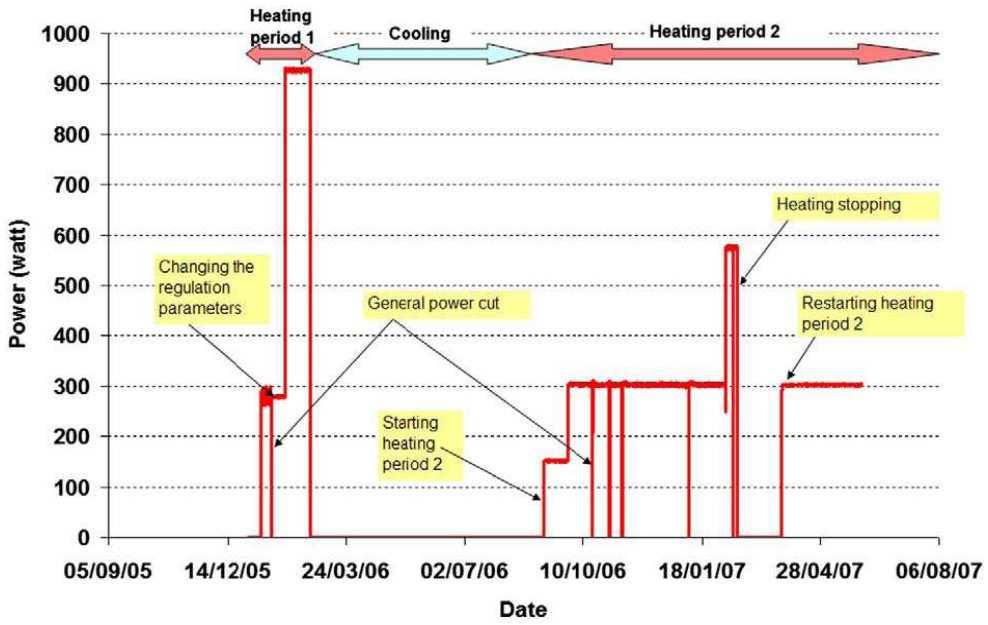


Figure 1-26 : Présentation des phases de chauffage et refroidissement poursuivis en expérimentation de TER (Jia et al., 2009).

Sur la Figure 1-27 on observe la température mesurée pendant la première période de chauffage par les sondes de température installées à deux distances de 0,6m et 1,5m de la source dans deux directions perpendiculaire et parallèle au litage. Une anisotropie de la conductivité thermique est observée, avec une conductivité plus forte dans la direction parallèle au litage.

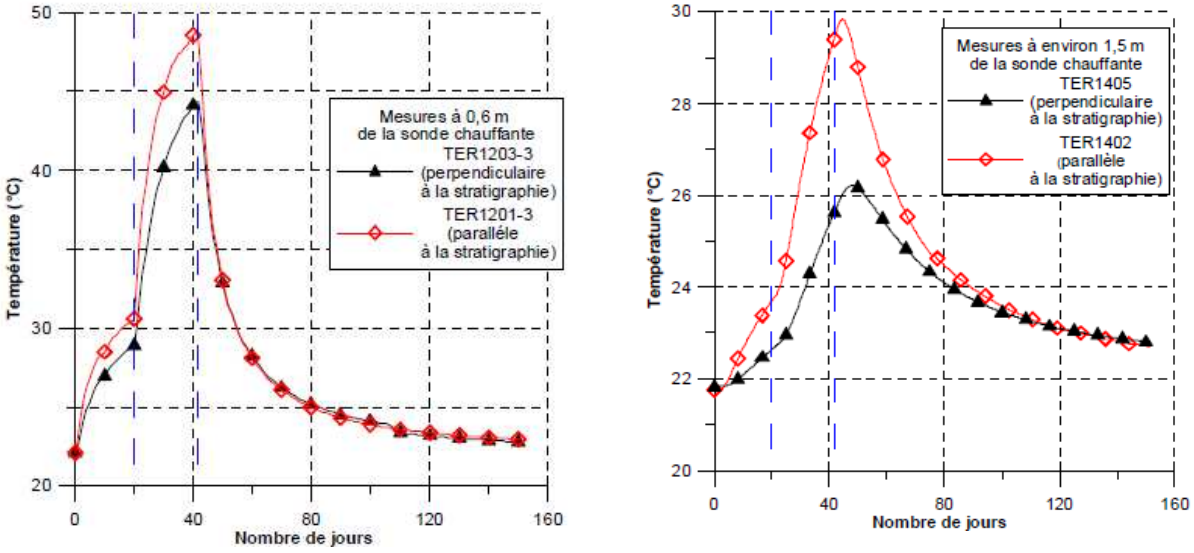


Figure 1-27 : Températures mesurées par différentes sondes chauffantes. (Colin, DTRAMFS100060, Rapport ANDRA, 2010).

Sur la Figure 1-28, on observe le couplage entre la température et la réponse hydraulique du milieu saturé : avec une faible perméabilité et une faible déformabilité, une augmentation

de température engendre une augmentation de pression interstitielle due à la dilatation différentielle entre les phases solides et fluide.

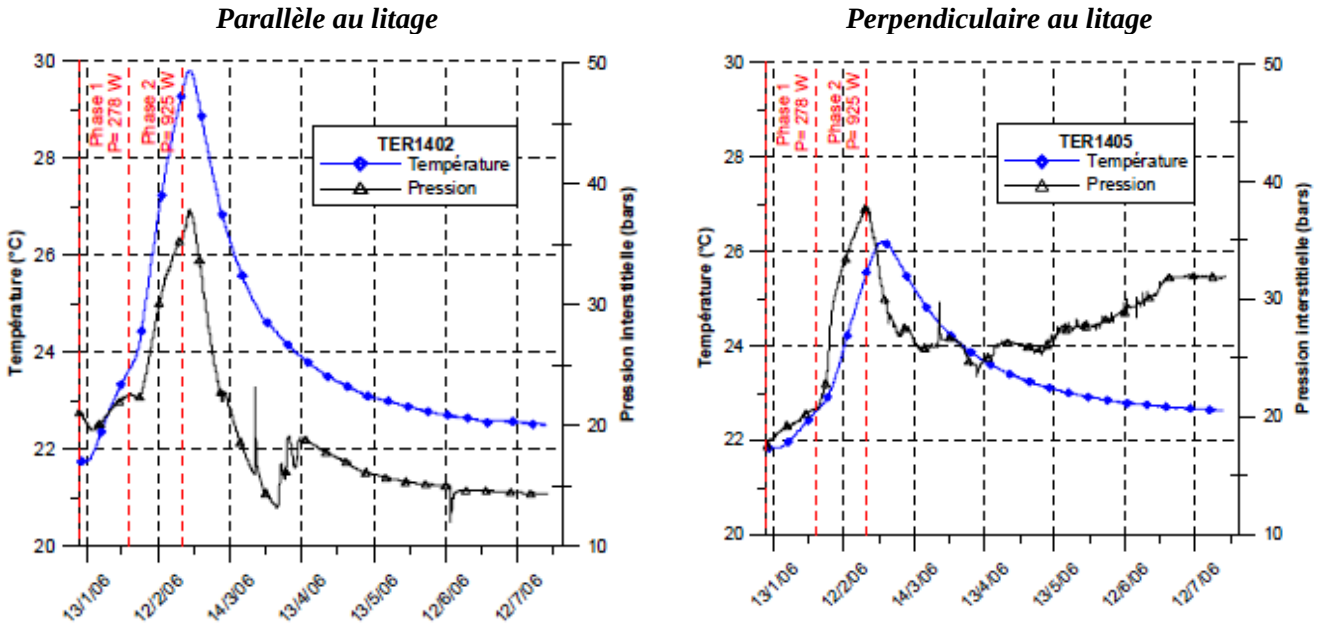
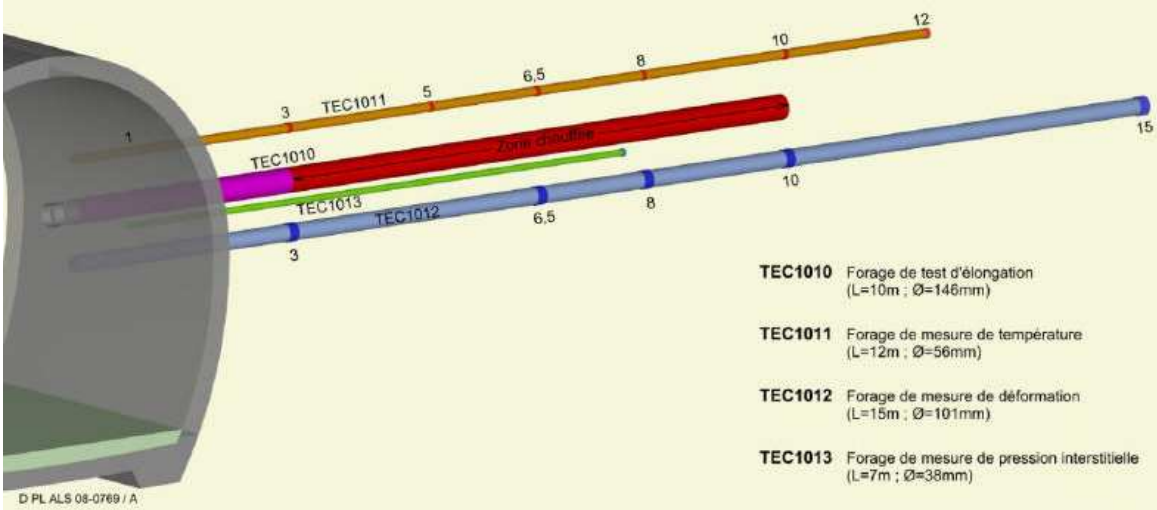


Figure 1-28 : Augmentation de pression interstitielle due à l'augmentation de la température (Colin, DTRAMFS100060, Rapport ANDRA, 2010).

Afin d'approfondir la connaissance sur le comportement THM de la formation, deux autres expérimentations appelées TEC et TED sont en cours (Figure 1-29).



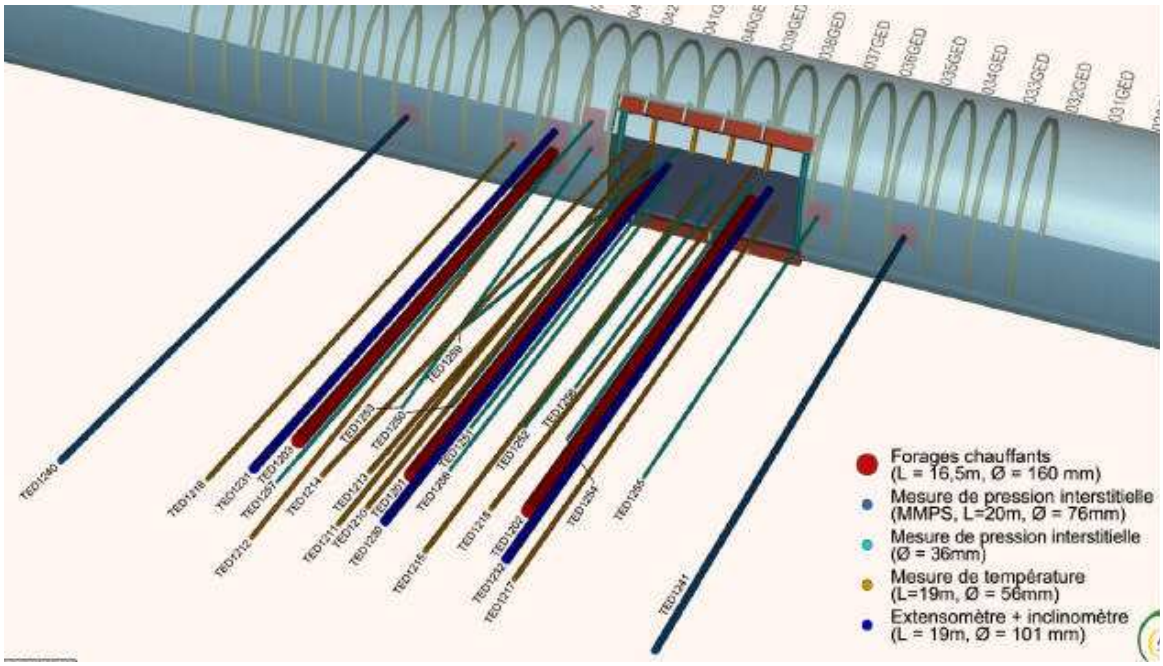


Figure 1-29 : Instrumentations des expériences TEC et TED (Colin, DTRAMFS100060, Rapport ANDRA, 2010).

1.4.8.2.Modélisation numérique (TER)

Les résultats de l'expérience TER ont été simulés par différents code de calculs en utilisant les paramètres ajustés et appropriés pour l'argilite de Callovo-Oxfordian. Garitte et al. (2007-2010) ont utilisé le code aux éléments finis THM code_BRIGHT pour simuler les résultats de l'expérimentation TER à la fois par une géométrie axisymétrique en 2D (Garitte et al. 2007) et par une géométrie 3D (Garitte et al. 2008, 2010). Jia et al. (2009) aussi ont développé un modèle numérique de comportement THM et ont simulé l'expérimentation TER avec une géométrie 2D en négligeant l'anisotropie de la formation.

Lors d'une première approche en 2D (Garitte et al. 2007) ont fait une analyse inverse des résultats des 40 premiers jours de chauffage pour déterminer plusieurs paramètres intrinsèques de la roche. Ils ont obtenu une valeur de perméabilité intrinsèque (k_w) de $3\times10^{-20}m^2$ et une valeur du coefficient de dilatation thermique (α_T) de $1{,}3\times10^{-5}(K^{-1})$. Ils ont ensuite simulé les résultats de la deuxième période de chauffage en utilisant les valeurs précédemment trouvées. Dans la deuxième étude en 3D, ils ont estimé une conductivité thermique moyenne de 1,65 W/m/K par l'analyse inverse de la réponse en température (Garitte**,** 2010) et ont simulé le comportement THM du milieu (cf. Figure 1-30).

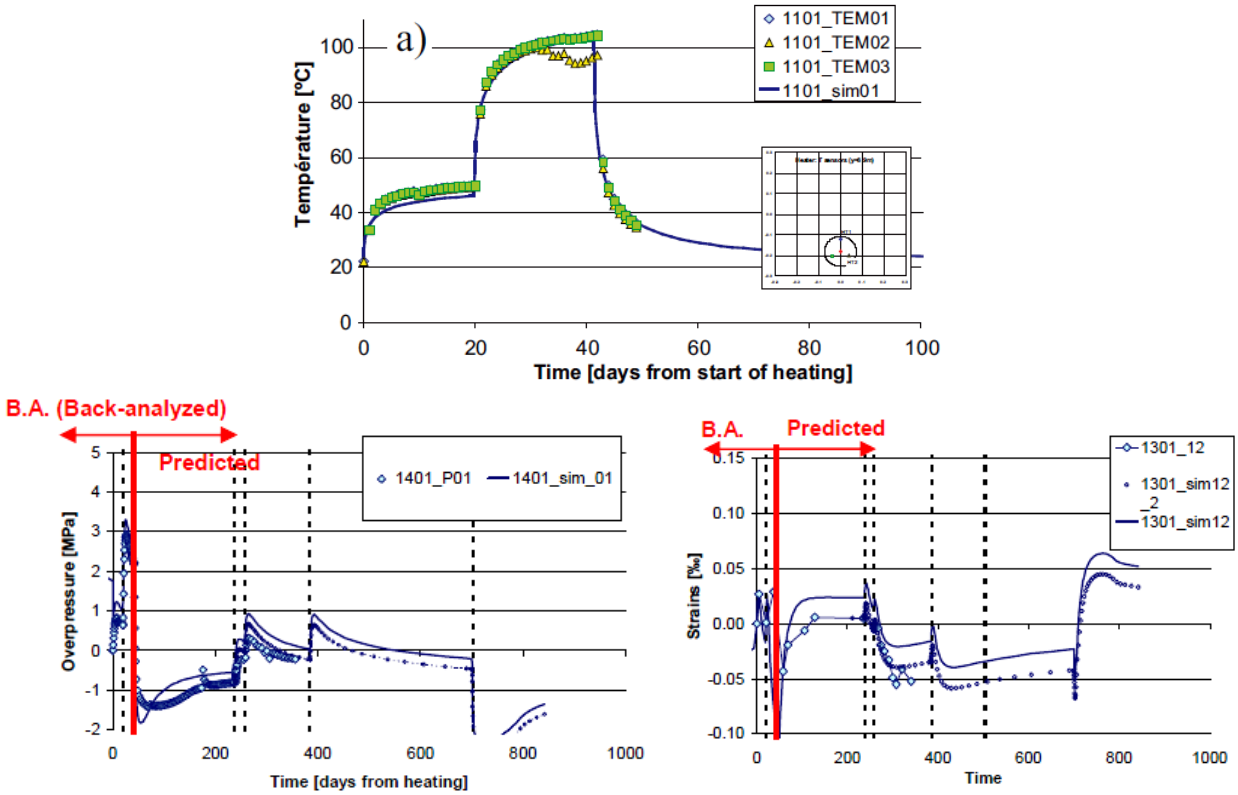


Figure 1-30 : un exemple de la modélisation numérique de comportement THM, (Garitte et al. (2007) a) analyse inverse de la température mesurée à la source chauffante ; b) comparaison entre les réponses du modèle et les résultats mesurés pendant la deuxième période de chauffage.

Afin de simuler le comportement couplé du milieu un nombre important de paramètres thermiques, hydrauliques et mécaniques a été utilisés. Le Tableau 1-12 présente un certain nombre de paramètres utilisés par Garitte et al. (2008) et Jia et al. (2009).

	Module d'Young (GPa)	Coefficient de Poisson	Dilatation thermique linéique (°K^{-1})	Conductivité thermique (W/m/K)	Perméabilité (m²)
Garitte et al. (2008)	4,5	0,2	$1{,}3\times10^{-5}$	1,6	3×10^{-20}
Jia et al. (2009)	4	0,3	$1{,}28\times10^{-5}$	1,75	5×10^{-20}

Tableau 1-12 : Quelques paramètres considérés dans les modélisations numériques.

Ces paramètres jouent un rôle très important sur à la foi la validation des codes numériques et sur l'utilisation de ces codes la pour simulation du comportement à long terme du système de stockage à différentes phases de sa vie. Donc pour mieux connaitre les paramètres intrinsèques de l'argilite, des essais au laboratoire ont été réalisés.

1.4.8.3.Essai au laboratoire

L'étude expérimentale au laboratoire du comportement THM de l'argilite du COx n'est à ce jour pas assez approfondie et le nombre d'essais disponibles est très limité. Les études en laboratoire ont visé à la détermination du coefficient de pressurisation thermique qui caractérise le couplage thermique et hydraulique, du coefficient de dilatation thermique drainé qui illustre le couplage thermique et mécanique et du coefficient de dilatation thermique non-drainé qui caractérise le couplage thermique, hydraulique et mécanique. On présente à présent quelques essais de détermination de ces paramètres au laboratoire.

1.4.8.3.1. Pressurisation thermique

Dans un milieu saturé de faible perméabilité et de faible déformabilité, une augmentation de la température engendre une augmentation de la pression interstitielle due à la dilatation différentielle des phases solide et fluide. Cette augmentation de pression interstitielle induit une diminution de la contrainte moyenne effective et peut conduire à une rupture en cisaillement ou à une fracturation hydraulique. Le coefficient de pressurisation thermique est défini par le rapport de l'incrément de la pression interstitielle sur l'incrément de la température ($\Lambda=\Delta u_w/\Delta T$), il s'exprime en MPa/°C. Ce paramètre peut être déterminée à partir d'un essai de chauffage non-drainé en laboratoire.

Zhang et al. (2010) ont réalisé un essai de chauffage non-drainé (Figure 1-31) sur une éprouvette saturée d'argilite du COx pendant une durée de 80 jours sous une contrainte axiale σ_1 = 20 MPa et radiale σ_3 = 18 MPa ; la température a été augmentée de 32°C à 92°C et la réponse en pression de pore a été mesurée par deux capteurs à la base (P_{in}) et au sommet (P_{out}).

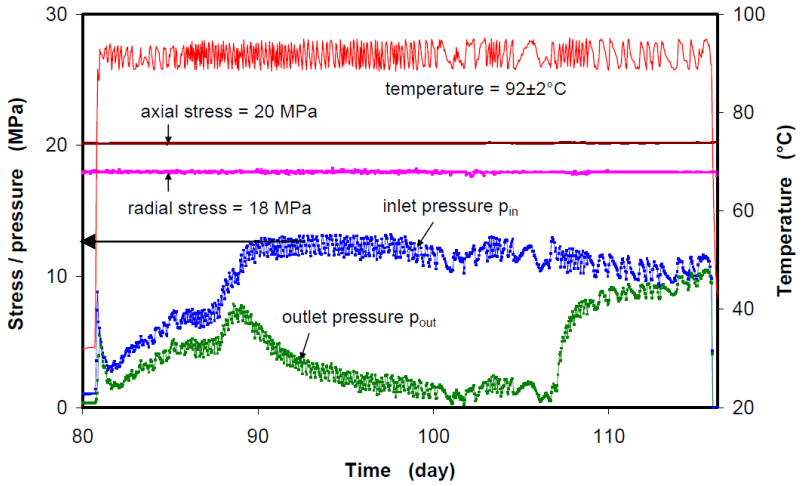


Figure 1-31 : Pression de pore engendré à l'échantillon du COx pendant un essai de chauffage non-drainé (Zhang et al., 2010).

L'observation de la Figure montre un pic initial à 9 MPa conforme à une réponse de pressurisation thermique non drainée, suivi d'une chute couplée des deux capteurs qui semble indiquer une fuite. Le signal recroît ensuite de façon couplée pendant une semaine environ et la mesure à la base se stabilise à 13 MPa alors que l'autre mesure décroît pour atteindre zero une dizaine de jours plus tard. Zhang et al. (2010) ont utilisé un paramètre *F* défini au-dessous qui caractérise la pression de pore engendré pendant le chauffage non-drainé:

$$F = \frac{\Delta u_w}{\sigma_m \Delta T} \qquad \textbf{(1-3)}$$

σ_m est la contrainte effective moyenne déterminé à la fin de l'essai de chauffage. à partir des résultats de l'essai ils ont obtenu F=0,019/°C qui est égal a Λ=0,15MPa/°C pour une contrainte effective voisine de 8MPa. L'utilisation de la valeur de 13 MPa permet d'obtenir une valeur Λ = 0,216MPa/°C.

Homand et al. (2006) donnent des valeurs de compressibilité drainée entre 0,69 et 0,17 GPa^{-1} pour des contraintes de 2 et 96 MPa respectivement. L'expression théorique du coefficient de pressurisation thermique (voir Chapitre 2) en fonction de la porosité n_0, des coefficients de dilatation thermique volumique des phases solide (α_s) et liquide (α_l) et des coefficients de compressibilité du fluide (C_f), de la phase solide (C_s) et de la compressibilité drainée (C_d) est la suivante (Rice 2006, Ghabezloo and Sulem 2009) :

$$\Lambda = \frac{n_0(\alpha_w - \alpha_s)}{n_0(C_f - C_s) + (C_d - C_s)} \qquad \textbf{(1-4)}$$

Avec dans le cas de l'argilite du COx les valeurs de paramètres suivants (α_s = 4,5 - 6×10^{-5}(°C^{-1}), voir Chapitre 2), la dépendance du coefficient Λ en fonction de la porosité et de la compressibilité drainée s'exprime numériquement par l'expression suivante :

$$\Lambda = \frac{0,245\, n_0}{0,427 n_0 + C_d} \text{(MPa/°C)} \qquad \textbf{(1-5)}$$

On voit que l'effet prédominant de la porosité est au dénominateur et que le coefficient sera théoriquement plus élevé avec des roches peu poreuses. Ceci dit, la porosité (n_0) n'est pas le facteur le plus influent : comme le terme 0,427 n_0 vaut 0,064 avec n_0 = 0,15, la valeur de la compressibilité drainée (et donc de la contrainte appliquée lors de la pressurisation thermique) et son éventuel changement avec la température (peu connu dans les argilites) a une importance significative, comme le montrent les valeurs du Tableau 1-13 avec Λ décroissant de 0,172 à 0,054 MPa/°C quand la compressibilité drainée passe de 0,17 à 0,69 GPa^{-1} ce qui

correspond à des contraintes respectivement égales à 96 et 2 MPa. Il est donc important, pour une bonne estimation de Λ de bien connaître les conditions de contrainte appliquée.

Pour simplifier les choses, on peut considérer, dans les sols et roches, que plus la contrainte et forte, plus le matériau se rigidifie et plus la valeur de Λ est élevée : Λ croit donc avec la contrainte appliquée. Ce résultat est intéressant dans le cas du champ proche et de la zone endommagée autour des galeries de stockage, qui sont des zones où le relâchement de contraintes va dans le sens d'une pressurisation thermique plus faible. L'effet de gonflement typique du relâchement de contrainte dans les argilites saturées, qui va également dans le sens d'une augmentation significative de la compressibilité (Mohajerani et al., 2011), est un autre élément favorable.

Contrainte	C_d	n_0 = 0,15	n_0 = 0,20
2 MPa	0,69 GPa^{-1}	Λ = 0,054 MPa/°C	Λ = 0,070 MPa/°C
96 MPa	0,17 GPa^{-1}	Λ = 0,172 MPa/°C	Λ = 0,208 MPa/°C

Tableau 1-13. Variations théoriques du coefficient de pressurisation thermique Λ de l'argilite du COx avec la contrainte et la porosité n_0.

Ghabezloo et Sulem (2009) ont fait une compilation des mesures expérimentales du coefficient de pressurisation thermique publiées présentée dans le Tableau 1-14 et complétée par leurs valeurs sur le grès de Rothbach, celles obtenues dans une cellule à volume constant par Muñoz et al. (2009) sur l'argilite à Opalines et Lima et al. (2010) sur l'argile de Boom et celle déduite de Zhang et al. (2007) pour l'argilite du Callovo-Oxfordien. Les grandes variations observées dans le tableau sont probablement dues aux différences d'état de contrainte appliquées dans les différentes expériences. La connaissance de l'état de contraintes est délicate dans le cas d'expérimentations à volume constant comme celle utilisée par Muñoz et al. (2009) et de Lima et al. (2010).

On observe que les valeurs disponibles dans les argiles (sols) sont en général plus faibles (influence de la compressibilité drainée C_d au dénominateur dans la formule (1-2)) et inférieures à 0.1 MPa/°C. La valeur de 0.06 MPa/°C pour l'argile de Boom déduite par Vardoulakis (2002) d'essais de consolidation thermique (Sultan 1997, Delage et al. 2000) est à comparer avec la valeur de 0,013 MPa/°C (Tableau 1-14) obtenue lors d'un essai « quasi non drainé » dans la cellule à volume constant par Lima et al. (2010). Bien que cela reste à vérifier, cette différence pourrait être due au fait que la contrainte dans la cellule à volume constant est inférieure à celle de l'essai de consolidation thermique. Les valeurs (en général) plus grandes obtenues sur les roches, en particulier à grande profondeur (Lachenbruch 1980), seraient elles aussi dues à des contraintes plus grandes engendrant des compressibilités plus

faibles. De même, il est probable que les compressibilités mises en jeu dans la faille argileuse profonde mûre (Rice 2006) soient inférieures dans le cas de parois endommagées. Pour la même raison, la valeur obtenue par Sulem et al. (2004) à une profondeur de 450 m est inférieure à celle de Rice (2006) à 7000 m.

Matériau	Coefficient d'expansion thermique Λ	Référence
Argile	0,01 MPa/°C	Campanella et Mitchell (1968)
Argile de Boom	0,06 MPa/°C 0,013 MPa/°C	Vardoulakis (2002) Lima et al. (2010)
Argilite à Opalines	0,133 MPa/°C entre 22 et 31°C 0,162 MPa/°C entre 31 et 38,4°C	D'après Muñoz et al. (2009)
Argilite du COx	0,15 MPa/°C entre 20 et 92°C	Zhang et al. (2007)
Grès	0,05 MPa/°C	Campanella et Mitchell (1968)
Grès de Kayenta	0,59 MPa/°C	Palciauskas et Domenico (1982)
Grès de Rothbach	de 0,25 to 0,025 MPa/°C entre 20 et 70°C	Ghabezloo and Sulem (2009)
Gouge de faille argileuse	0,1 MPa/°C	Sulem et al. (2004, 2007)
Roche intacte à grande profondeur	1,5 MPa/°C	Lachenbruch (1980)
Faille « mûre » à 7000m de profondeur	Paroi intacte : 0,92 MPa/°C Paroi endommagée : 0,31 MPa/°C	Rice (2006)

Tableau 1-14. Compilation de valeurs du coefficient de pressurisation thermique.

L'évolution des paramètres mécaniques avec la température est une question essentielle pour le stockage des déchets radioactifs exothermiques, mieux connus pour les argiles et en particulier l'argile de Boom (Campanella et Mitchell 1968 ; Sultan et al., 2002). Les effets de la température sur le comportement mécanique de l'argilite du COx ont été étudiés par Bauer (1997) au moyen d'essais de compression uniaxiale (3 à température ambiante et 8 à températures plus élevées) et par des essais de compression triaxiale (9 à température ambiante et 35 à températures plus élevées) avec des températures allant jusqu'à 100°C.

L'analyse de l'influence de la température porte sur la déformabilité, l'initiation de l'endommagement et l'initiation de la rupture. L'augmentation de température conduit à une diminution des contraintes à la rupture et à l'endommagement quand la température atteint 80-100°C. Cette diminution est plus marquée en compression uniaxiale qu'en compression triaxiale. (Figure 1-32 et Figure 1-33).

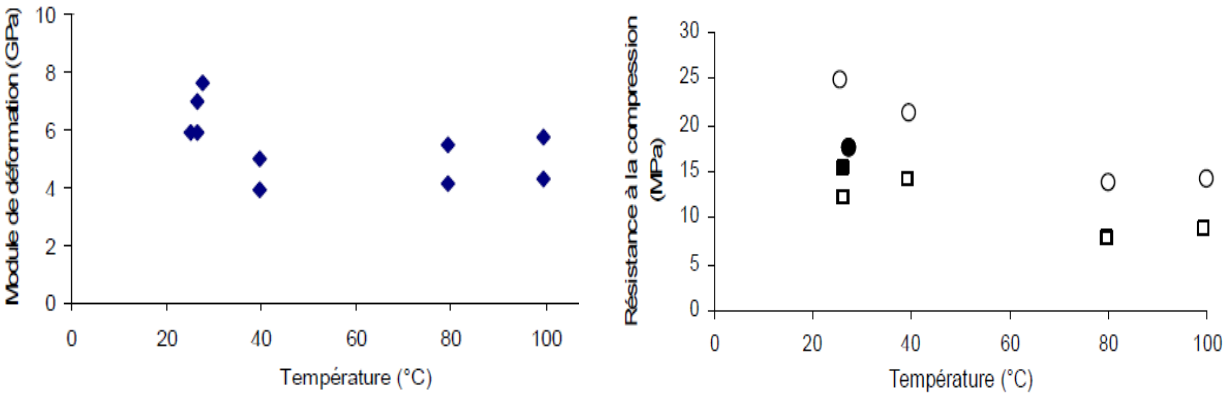


Figure 1-32 : Evolution du module de déformation et de la résistance à la compression uniaxiale avec la température (Bauer, 1997).

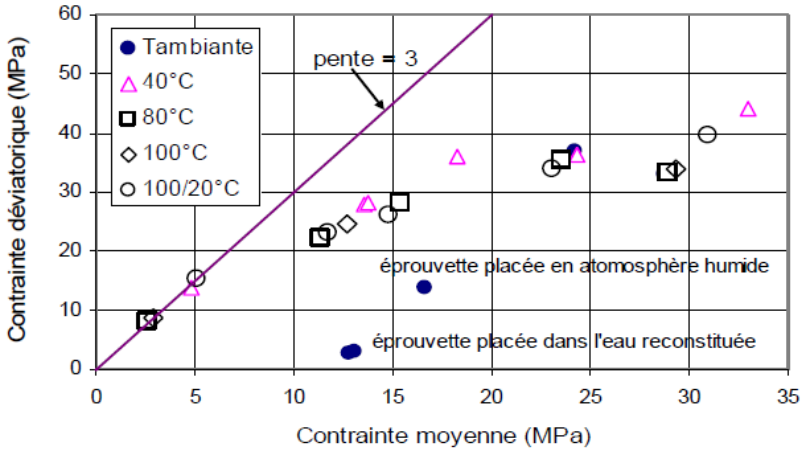


Figure 1-33 : Evolution de la compression triaxiale en fonction de la température (Bauer, 1997).

Un essai de fracturation d'échantillons de l'argilite du COx par pressurisation thermique a été réalisé par Su et Bounenni (1998). Ils ont élevé la température d'un échantillon cylindrique d'un diamètre et d'une hauteur de 24 mm très rapidement par une puissance de 700W au moyen d'un four à micro-ondes. Les surfaces de l'échantillon sont libres de déplacement. Une rupture brutale et explosive par surpression a été observée après environ 2 secondes. Un calcul analytique thermique et thermohydromécanique couplé (Su et Bounenni, 1998) montre que la température maximale de l'échantillon a été d'environ 70°C, la pression de pore générée à cet instant a été d'environ 2,1 MPa, considérant un coefficient de Biot égal à 0,6, ils ont obtenu une contrainte effective en traction de 1,3 MPa qui correspond à la résistance à la traction des argilites.

1.4.8.3.2. Coefficient de dilatation thermique

Le coefficient de dilatation ou de contraction thermique caractérise le taux de déformation d'un échantillon durant le changement de température en condition des

contraintes appliquées constantes. Le coefficient de dilatation thermique linéaire mesuré en condition « pseudo-non-drainée » (Dossier ANDRA 2005) est compris :

- entre 0,8 et $1{,}2\times10^{-5}(°C)^{-1}$ dans la direction parallèle à la stratification ;
- entre 1,2 et $1{,}9\times10^{-5}(°C)^{-1}$ dans la direction perpendiculaire à la stratification.

Les essais sont réalisés au moyen d'un dilatomètre et d'un bain chauffant. Un exemple de résultats obtenus par dilatomètre (déformation en fonction de la température) est donné sur la Figure 1-34, où les courbes à différents degrés de saturation sont regroupées en fonction de leur orientation. Ces courbes mettent en évidence une phase de dilatation quasi-linéaire jusqu'à 90°C suivie par une phase de contraction de 100 à 130°C (influencée par l'évaporation de l'eau innterstitielle). Etant donné que les essais sont réalisés en condition pseudo-non drainée, les valeurs de coefficient de dilatation obtenues devraient être plus fortes que celles d'un essai non-drainé et plus faibles que celles d'un essai vraiment non-drainé.

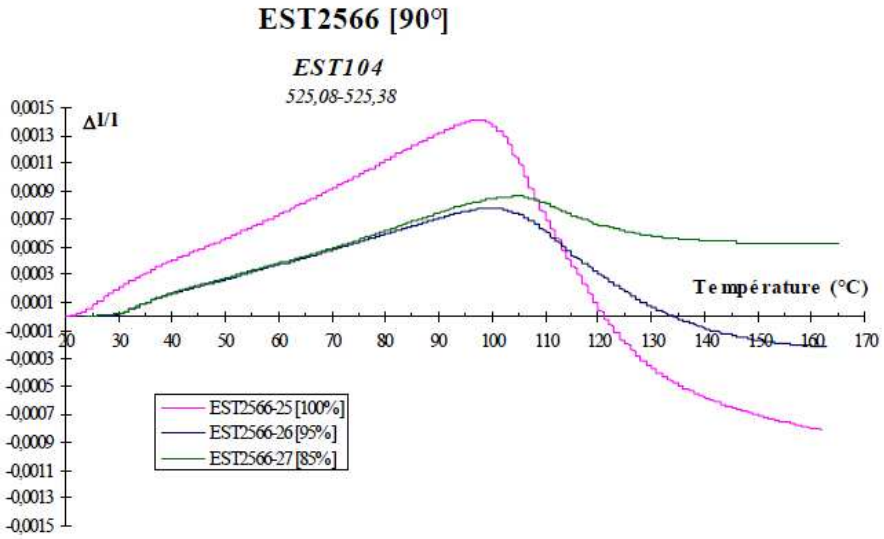


Figure 1-34 : Exemple de courbe de dilatation thermique des argilites (Homand, 1998).

Gens et al. (2007) cite les résultats d'Auvray (2004) sur l'argilite à Opalines qui tiennent compte de l'anisotropie avec des valeurs de $\alpha_{parall} = 1{,}7 \times 10^{-5}(°C)^{-1}$ (parallèlement au litage) et $\alpha_{perp} = 1{,}1 \times 10^{-5}(°C)^{-1}$ (perpendiculairement au litage) montrant que l'argilite se dilate un peu plus parallèlement au litage. Auvray (2004) donne une valeur du coefficient de dilatation linéaire thermique des grains solides de $1{,}4 \times 10^{-5}$ $(°C)^{-1}$.

Zhang et al. (2010) récemment ont réalisé des essais de chauffage thermique en condition supposée drainée et non-drainée sur des échantillons d'argilite du COx saturés. Deux essais de chauffage en conditions isotropes non-drainées sous une pression de confinement de 15MPa et une contre pression de 1MPa ont donné une gamme de coefficients de dilatation thermique

volumique non-drainé entre $1{,}5\times10^{-5}(°C)^{-1}$ et $7{,}5\times10^{-5}(°C)^{-1}$, avec une valeur moyenne de $4{,}5\times10^{-5}(°C)^{-1}$.

Ces auteurs ont également réalisé des essais de chauffage en condition triaxiale « drainée » et non-drainée sous une contrainte radiale de 3 MPa et une contrainte axiale de 15 MPa. Deux échantillons ont été chauffés entre 27°C à 150°C avec une vitesse de chauffage de 2,9°C/h (dont il n'est pas certain qu'elle assure une condition drainée, cf. la vitesse de 0.5°C/h préconisée par Sultan et al. 2000 sur l'argile de Boom, plus perméable). Les déformations radiale, axiale et volumique obtenues sont montrées en Figure 1-35. L'interprétation des résultats de la Figure pose la question de la valeur de la pression interstitielle i) une fois l'état de contrainte atteint (le taux de cisaillement pour atteindre l'état de contrainte n'a pas été précisé) et ii) suite à l'échauffement qui paraît trop rapide pour garantir une pression interstitielle nulle. Il semble donc probable que l'essai se produise avec une pressurisation thermique sous un état de contrainte déviatorique constant, avec donc un relâchement de la contrainte effective de confinement susceptible d'engendrer des déformations mécaniques de cisaillement (contraction axiale et expansion latérale) couplées avec la dilatation des phases liquide et solide. Il n'est donc pas certain que l'on puisse en déduire des valeurs de coefficient de dilatation (élastique) thermique, ou caractérisant la contraction (plastique). Il est également probable que la contraction au-dessus soit liée au changement de phase de l'eau, comme mentionné dans l'article.

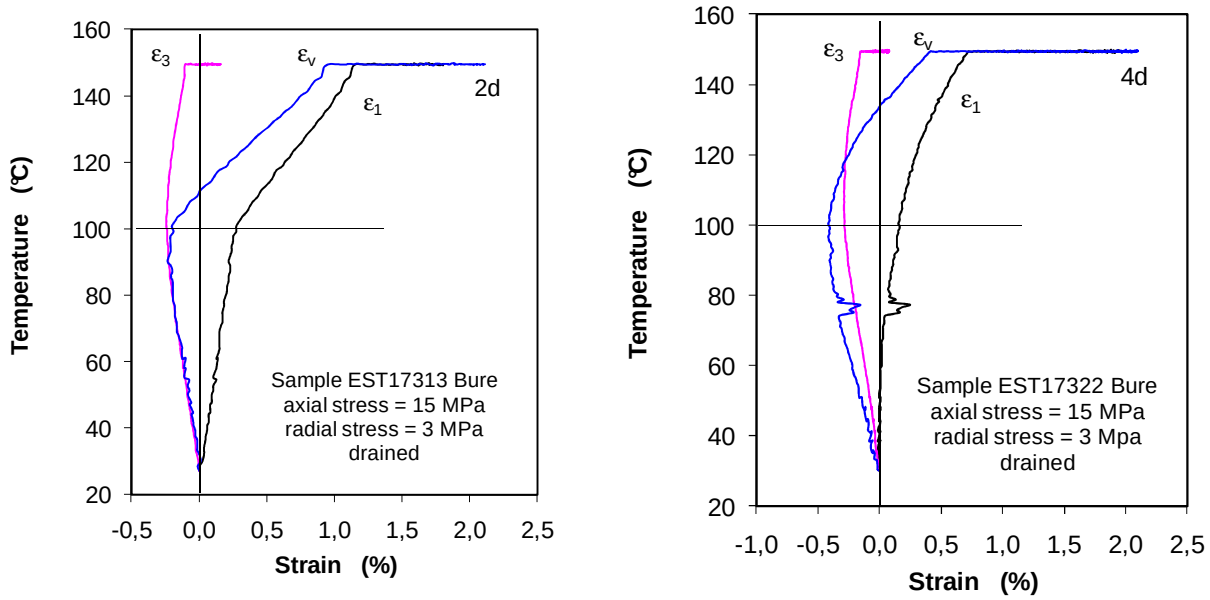


Figure 1-35 : Les déformations radiale, axiale et volumique pendant les essais de chauffage drainé (Zhang, 2010).

Les résultats d'un essai de chauffage non-drainé par paliers successifs de plusieurs jours chacun à des températures de 27, 60, 85, 104, 128 et 150°C avec une vitesse de chauffage de 1°C/h sous les mêmes conditions de contrainte est présenté en Figure 1-36. Comme précédemment, il semble que les déformations axiales et radiales mesurées soit à la fois dues ay relâchement de la contrainte effective sous déviateur constant et à la surpression interstitielle thermique.

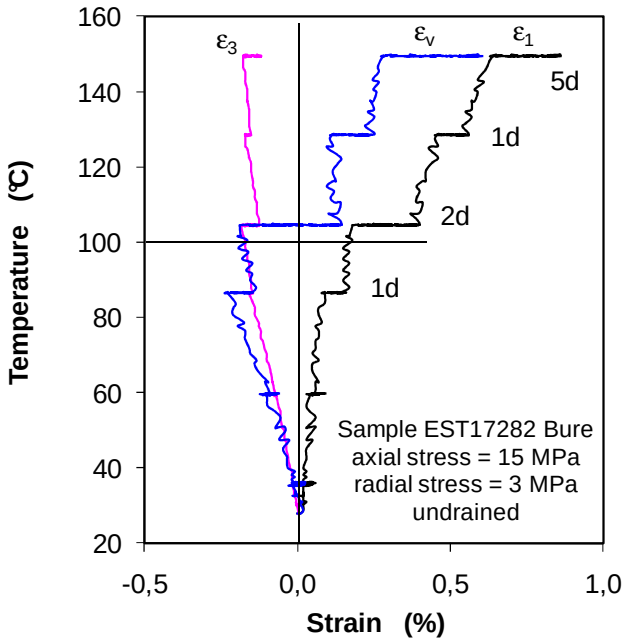


Figure 1-36 : Les déformations radiale, axiale et volumique pendant l'essai de chauffage non-drainé (Zhang, 2010).

1.5. Conclusion

Lors de l'histoire du système de stockage de déchets radioactifs, la formation hôte est soumise à des phénomènes couplés hydro-mécanique et thermo-hydro-mécaniques dont une meilleure connaissance est nécessaire pour prévoir le fonctionnement du système à court et à long terme : redistribution des contraintes, apparition et évolution d'une zone endommagée, transfert de la chaleur dégagé par les déchets, entrée de gaz dans le milieu, etc.. Dans ce chapitre, les caractéristiques de l'argilite (minéralogie, microstructure, propriétés physiques, hydrauliques, mécaniques thermo-hydro-mécaniques) ont présentées à partir de travaux (expérimentation in-situ, modélisation numérique, expérimentation au laboratoire) effectués pour étudier leur comportement.

La variété de la minéralogie et de la porosité à différentes profondeurs de la formation est mise en évidence et la variation de porosité est associée à la répartition des différents composants (minéraux argileux et grains – essentiellement de quartz et de carbonate).

Cette variété est l'une des raisons de la diversité des propriétés mesurées par les différentes expérimentations à différentes profondeurs.

Un autre paramètre contrôlant les caractéristiques mesurées est l'état de saturation de l'échantillon testé, avec une rigidité et une résistance à la rupture plus élevée à faible teneur en eau. Vu la faible porosité et la faible perméabilité de l'argilite du COx, les conditions de saturation complètes sont difficiles à imposer.

Les différents essais réalisés sous différents niveaux de contrainte ont montré que l'argilite du COx a une compressibilité qui dépend de l'état de contraintes appliquées. Une connaissance des paramètres sous les contraintes proches des contraintes en place donnera une idée plus claire de comportement réel de la roche.

Suite à cette étude, on note la grande dispersion des données relatives au comportement poromécanique et hydro-mécanique et le peu de données exploitables concernant le comportement thermo-hydro-mécanique, spécialement dans des conditions saturation et de drainage bien contrôlées.

Dans le prochain chapitre on explique le cadre théorique des essais réalisés dans cette thèse afin d'étudier le comportement hydro-mécanique et thermo-hydro-mécanique, ainsi que les étalonnages nécessaires pour déterminer les paramètres réels de la roche en distinguant les effets parasites du système expérimental.

CHAPITRE 2 :
CADRE THERMO-PORO-MECANIQUE POUR LA DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES D'UN MILIEU POREUX

2.1. Introduction

Un milieu poreux saturé de volume total de V est constitué par une matrice solide de volume V_s et un espace poreux connecté de volume de V_ϕ saturé par le fluide interstitiel ($V_\phi = V_w$). L'espace poreux connecté est l'espace par l'intermédiaire duquel s'effectuent les échanges de masse fluide et au sein duquel la phase fluide saturante est continue. La matrice peut être constitué à la fois d'une partie solide et d'un espace poreux occlus, saturé ou non, qui n'est le lieu d'aucune filtration. Quasi inexistant dans le cas des sols, il existe dans certaines roches. (Biot et Willis, 1957 ; Rice and Cleary, 1976; Palciauskas et Domenico, 1982; McTigue, 1986 ; Detournay et Cheng 1993 ; Coussy, 2004).

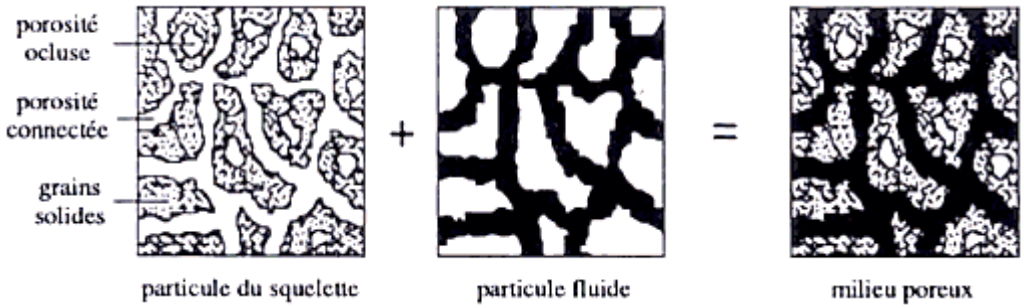


Figure 2-1 : le milieu poreux vu comme la superposition de deux milieux continus (Coussy, 2004).

La porosité connecté Eulérienne ϕ est le rapport du volume de l'espace poreux V_ϕ au volume total V dans la configuration actuelle (déformée) du système. La porosité ϕ et la masse du fluide interstitiel (M_w) sont définis par :

$$\phi = \frac{V_\phi}{V} \qquad \textbf{(2-1)}$$

$$M_w = \phi V \rho_w \qquad \textbf{(2-2)}$$

Où ρ_w est la densité de fluide interstitiel.

2.2. Comportement thermo-mécanique

2.2.1. Comportement thermo-poro-élastique

Les équations constitutives thermo-poro-élastiques d'un milieu poreux saturé sont décrites par les expressions suivantes :

La relation contrainte-déformation :

$$d\sigma_{ij} = M_{ijkl} d\varepsilon_{kl} - b_{ij} du - M_{ijkl}\alpha_{kl} dT \qquad \textbf{(2-3)}$$

La variation de la porosité du matériau:

$$d\phi = b_{ij} d\varepsilon_{ij} + \frac{1}{N} du - 3\alpha_{\phi} dT \qquad \textbf{(2-4)}$$

où M_{ijkl}, N, b_{ij}, α_{kl} et α_{ϕ} sont les constantes constitutives du milieu, fonctions des variables d'état de ε_{ij}, u et T, σ_{ij} est le tenseur des contraintes, M_{ijkl} est le tenseur de rigidité du matériau (qui admet la symétrie suivante : $M_{ijkl} = M_{jikl} = M_{ijlk} = M_{klij}$), ε_{ij} est le tenseur des déformations, b_{ij} est le tenseur des coefficients de Biot (symétrique, $b_{ij} = b_{ji}$) qui relie la variation de la porosité à la variation de la déformation à pression interstitielle et température constantes (*du=dT=0,* dans le cas du matériau isotrope, on a $b = 1 - \frac{C_s}{C_d}$).

u est la pression interstitielle (ou pression de pore), α_{kl} le tenseur de dilatation thermique du matériau, *T* la température et *N* un paramètre qui relie la variation de pression interstitielle à la variation de la porosité à déformation et température constantes ($d\varepsilon_{ij} = dT = 0$, dans le cas du matériau isotrope : $\frac{1}{N} = (b - \phi_0)C_s$). α_{ϕ} est le tenseur de dilatation thermique des pores.

2.2.2. Réponse volumique sous sollicitation thermo-mécanique isotrope

Le matériau poreux est soumis à une pression totale σ, une pression interstitielle u et une température *T*. La condition de chargement peut être décomposée en trois composants : (i) application d'une pression de confinement égale à la contrainte effective de Terzaghi ($\sigma - u$) sans contre pression, (ii) application d'une valeur analogue de la pression de confinement et de la contre pression (essai sans membrane) et (iii) chauffage de l'échantillon sans changement de pression de confinement et interstitielle. Detournay and Cheng (1993) présentent une décomposition en condition isotherme, on ajoute ici l'effet de la température. La variation volumique du matériau peut être décomposée en variation de volume total (V) et du volume poreux (V_{ϕ}) (McTigue (1986)):

$$\frac{dV}{V} = -C_d d(\sigma - u) - C_s du + \alpha_d dT \qquad \textbf{(2-5)}$$

$$\frac{dV_{\phi}}{V_{\phi}} = -C_p d(\sigma - u) - C_{\phi} du + \alpha_{\phi} dT \qquad \textbf{(2-6)}$$

où C_d, C_s, C_p et C_{ϕ} sont quatre modules de compressibilité (respectivement la compressibilité drainée, la compressibilité du squelette solide et les compressibilités des volumes poreux) et

α_d et α_ϕ sont deux coefficients de dilatation thermique du matériau. La déformation volumique est définie par $\varepsilon_v = -\frac{dV}{V}$.

Ces paramètres de comportement volumique thermo-poro-élastiques peuvent être déterminés par différents essais en condition isotrope drainée ou non-drainée.

2.2.2.1. Essai de compression drainé - chargement proportionnel ($\Delta\sigma_{iso=}$ Δu, $\Delta T=0$)

Cet essai permet de mesurer la compressibilité du squelette solide. On augmente simultanément et également la pression de confinement et la pression interstitielle, de telle sorte que la charge appliquée soit uniquement supportée par le squelette solide ; ainsi, la variation de volume de l'échantillon est égale à la variation de volume du squelette solide et la compressibilité de la phase solide est définie par le rapport entre la variation volume total et la variation de pression :

$$C_s = -\frac{1}{V}\left(\frac{\partial V}{\partial u}\right)_{\sigma-u,T} \qquad \textbf{(2-7)}$$

Le rapport entre la variation de volume des pores et celle de la pression interstitielle est défini comme la compressibilité de volume poreux C_ϕ :

$$C_\phi = -\frac{1}{V_\phi}\left(\frac{\partial V_\phi}{\partial u}\right)_{\sigma-u,T} \qquad \textbf{(2-8)}$$

Dans le cas d'un matériau purement thermo-poro-élastique micro-homogène et isotrope,on a $C_\phi = C_s$.

2.2.2.2.Essai de compression drainée isotherme ($\Delta\sigma_{iso,}$ $\Delta u=0$, $\Delta T=0$)

Dans un essai de compression drainée isotherme, la pression interstitielle et la température sont constantes ; le module de compressibilité drainé C_d est défini par le rapport entre la variation de volume total de l'échantillon et la variation de pression de confinement ; le module de compressibilité des pores C_p est défini par le rapport entre la variation volume des pores et la variation de pression de confinement.

$$C_d = -\frac{1}{V}\left(\frac{\partial V}{\partial \sigma_d}\right)_{u,T} \qquad \textbf{(2-9)}$$

$$C_p = -\frac{1}{V_\phi}\left(\frac{\partial V_\phi}{\partial \sigma_d}\right)_{u,T} \qquad \textbf{(2-10)}$$

En invoquant le théorème réciprocité de Maxwell- Betti, on montre que l'augmentation du volume total due à l'augmentation de la pression interstitielle est la même (au signe près) que la diminution du volume des pores due à l'augmentation de la pression de confinement en condition isotherme :

$$\frac{\partial V}{V} = -C_d \partial(\sigma - u) - C_s \partial u\Big|_{\sigma=cte,\partial u=p} = (C_d - C_s)\, p \qquad \textbf{(2-11)}$$

$$\frac{\partial V_\phi}{V_\phi} = -C_p \partial(\sigma - u) - C_\phi \partial u\Big|_{u=cte,\partial\sigma=p} = -C_p\, p \qquad \textbf{(2-12)}$$

$$\partial V = -\partial V_\phi \qquad \textbf{(2-13)}$$

$$C_p = \frac{C_d - C_s}{\phi} \qquad \textbf{(2-14)}$$

2.2.2.3.Essai de chauffage drainé (ΔT, $\Delta\sigma_{iso}=0$, $\Delta u=0$)

Dans un essai de chauffage drainé, la pression de confinement et la pression interstitielle sont maintenues constantes et la température de l'échantillon est augmentée lentement en condition drainée ; le rapport entre la variation de volume total et la variation de température est le coefficient de dilatation thermique drainée (α_d) et le rapport entre la variation de volume des pores et la température est le coefficient dilatation thermique des pores (α_ϕ).

$$\alpha_d = \frac{1}{V}\left(\frac{\partial V}{\partial T}\right)_{\sigma,u} \qquad \textbf{(2-15)}$$

$$\alpha_\phi = \frac{1}{V_\phi}\left(\frac{\partial V_\phi}{\partial T}\right)_{\sigma,u} \qquad \textbf{(2-16)}$$

Dans le cas d'un matériau micro-homogène et isotrope purement thermo-poro-élastique, $\alpha_\phi = \alpha_s$.

2.2.2.4.Essai de compression non-drainée isotherme ($\Delta\sigma_{iso}$, Δu, $\Delta T=0$)

Une condition non drainée est obtenue en maintenant la masse du fluide interstitiel à l'intérieur de l'échantillon constante ($dM_w = 0$). Cette condition entraîne une augmentation de la pression interstitielle lorsque l'échantillon est chargé.

Pour un échantillon saturé, la variation de masse fluide à l'intérieur de l'échantillon M_w est trouvée en dérivant l'expression :

$$dM_w = \phi V \rho_w \left(\frac{d\phi}{\phi} + \frac{dV}{V} + \frac{d\rho_w}{\rho_w} \right) \qquad \textbf{(2-17)}$$

La variation de porosité est trouvée en dérivant l'expression $\phi = \frac{V_\phi}{V}$ (2-1) :

$$\frac{d\phi}{\phi} = \frac{dV_\phi}{V_\phi} - \frac{dV}{V} \qquad \textbf{(2-18)}$$

La variation de densité de fluide interstitiel due à la variation de pression interstitielle et au chauffage est définie par l'expression suivante :

$$\frac{d\rho_w}{\rho_w} = C_w du \qquad \textbf{(2-19)}$$

où C_w est la compressibilité du fluide interstitielle défini par : $C_w = -\frac{1}{V_w}\left(\frac{\partial V_w}{\partial u}\right)$

Considérant les équations (2-5) en condition isotherme (2-14), (2-17), (2-18) et (2-19), la variation de masse de fluide interstitiel est définie par :

$$dM_w = \phi V \rho_w [-\frac{C_d - C_s}{\phi} d(\sigma - u) + (C_w - C_s) du] \qquad \textbf{(2-20)}$$

Pour la condition non-drainée ($dM_w = 0$) la surpression engendrée est obtenu comme :

$$du = \frac{C_d - C_s}{C_d - C_s + \phi(C_w - C_s)} d\sigma \qquad \textbf{(2-21)}$$

Le coefficient de Skempton (1954) ($B=du/d\sigma$) est défini par le rapport entre la variation de pression interstitielle et la variation de pression de confinement dans un essai compression non-drainée isotherme :

$$B = \frac{C_d - C_s}{C_d - C_s + \phi(C_w - C_s)} \qquad \textbf{(2-22)}$$

La variation de volume de l'échantillon pendant un essai de compression non-drainée peut être décrit par l'équation suivante :

$$C_u = -\frac{1}{V}(\frac{\partial V}{\partial \sigma})_{M_w, T} \qquad \textbf{(2-23)}$$

Où C_u est le module de compressibilité non-drainé ; ce module peut être obtenu en fonction de la compressibilité drainée, de la compressibilité de la matrice solide et du coefficient de Skempton en combinant les deux équations (2-5) et (2-21) en condition isotherme :

$$C_u = C_d - B(C_d - C_s) \qquad \textbf{(2-24)}$$

2.2.2.5.Essai de chauffage non-drainé (ΔT, Δu, $\Delta\sigma_{iso}=0$)

Pendant un essai non-drainé sous une pression de confinement constante, la masse de fluide interstitiel de l'échantillon est constante ($dM_w = 0$). La variation de densité de fluide interstitiel devient :

$$\frac{d\rho_w}{\rho_w} = C_w du - \alpha_w dT \qquad \textbf{(2-25)}$$

En considérant les équations (2-5), (2-14), (2-17), (2-18), (2-25) et en considérant la pression de confinement constante ($d\sigma=0$), la variation de masse de fluide interstitiel est décrite par :

$$dM_w = \phi\rho_w V\left(\frac{C_d - C_s + \phi(C_w - C_s)}{\phi} du - (\alpha_w - \alpha_s)dT\right) \qquad \textbf{(2-26)}$$

Au cours du chauffage non-drainé, une surpression interstitielle est engendrée à cause de la différence entre le coefficient de dilatation thermique du fluide interstitiel (α_w) et de la phase solide (α_s). D'après l'expression de conservation de masse du fluide interstitiel, cette surpression interstitielle est une fonction de la variation de température :

$$du = \frac{\phi(\alpha_w - \alpha_s)}{C_d - C_d + \phi(C_w - C_s)} dT \qquad \textbf{(2-27)}$$

Le coefficient de pressurisation thermique ($\Lambda = du / dT$) est le rapport entre la surpression interstitielle et la variation de température :

$$\Lambda = \frac{\phi(\alpha_w - \alpha_s)}{C_d - C_d + \phi(C_w - C_s)} \qquad \textbf{(2-28)}$$

La déformation volumique de l'échantillon pendant le chauffage non-drainé est reliée a la variation de la température par le coefficient de dilatation thermique non-drainée exprimé par :

$$\alpha_u = \frac{1}{V}\left(\frac{\partial V}{\partial T}\right)_{M_w,\sigma} \qquad \textbf{(2-29)}$$

A l'aide des deux équations (2-5) et (2-27), le coefficient de dilatation thermique peut être décrit en fonction du coefficient de dilatation thermique drainé et du coefficient de pressurisation thermique :

$$\alpha_u = \alpha_d + \Lambda(C_d - C_s) \qquad \textbf{(2-30)}$$

2.2.2.6.Effet du système de drainage dans un essai non-drainé

Le système de drainage comprend tous les éléments du dispositif reliés au fluide interstitiel de l'échantillon (tuyaux, capteurs de pressions, etc…). Lors d'un essai, la condition non-drainée est appliquée par fermeture des robinets de drainage du fluide interstitiel. Durant l'essai, la masse de fluide qui est constante et dont on mesure la variation de pression est située dans l'échantillon et dans le système de drainage. Du fait de la compressibilité de l'ensemble fluide + système de drainage, il existe un échange de fluide entre l'échantillon et le système de drainage qui affecte la condition non-drainée idéale ($dM_w=0$) et donc la pression interstitielle mesurée lors de l'essai non drainé.

Une correction considérant l'effet parasite du système de drainage a été présentée par Bishop (1976) et une extension pour l'effet de température a été proposé récemment par Ghabezloo et Sulem (2009, 2010) pour les roches.

Le problème de l'effet de système de drainage semble être plus complexe pour les argilites dense de très faible perméabilité du fait que la compressibilité élastique des pierres poreuses métalliques n'est plus négligeable par rapport à celle de l'échantillon testé (Monfared et al, 2011, en collaboration avec cette thèse, Voir Annexe). En effet, un essai de compression non drainée rapide sur un échantillon peu poreux et peu déformable engendre instantanément une surpression interstitielle dans le système de drainage qui est initialement différente de celle dans l'échantillon. Ainsi, pour assurer l'équilibre de la pression interstitielle dans l'ensemble de l'échantillon et le système de drainage, les essais non drainés dans les roches peu perméables doivent être effectués assez lentement.

Une analyse détaillée du système est nécessaire pour faire la distinction, à l'équilibre, entre les effets sur l'échantillon et sur l'ensemble pierre poreuse et circuits.

2.2.2.6.1. Essai de compression non-drainée

Un essai de compression non-drainée doit être effectué assez lentement pour assurer l'équilibre de la pression interstitielle entre l'échantillon et le système de drainage lors du chargement. Comme l'a suggéré Bishop (1976), le chargement non drainé, dans lequel l'incrément de contrainte totale $\Delta\sigma$ engendre une surpression interstitielle Δu, peut être décomposé en deux phases (Figure 2-2) : i) une phase d'application d'un incrément de pression confinement d'une valeur $\Delta\sigma - \Delta u$ à pression interstitielle nulle (chargement drainé) et ii) une phase d'application d'augmentations identiques de pression de confinement et

pression interstitielle de même valeur Δu (chargement dit « sans membrane »). Cette décomposition est faite en Figure 2-2 à la fois pour l'échantillon et l'élément poreux.

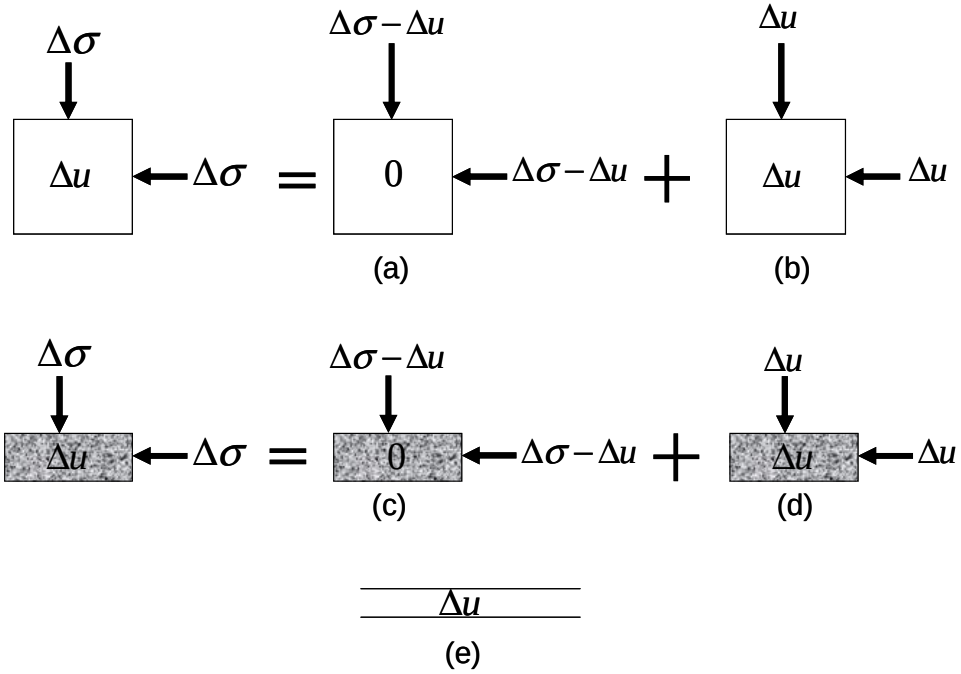


Figure 2-2 : Décomposition d'un essai de compression non-drainée (élément poreux et circuit) in Ghebezloo et Sulem (2009), d'après Bishop (1976).

Les variations de volume des composants (solide et fluide interstitiel) du système global d'un essai non-drainé sont présentés au Tableau 2-1 :

Elément	Variation de volume de composant		Variation de volume de l'élément
	Phase solide	Phase fluide	
(a) Echantillon	$-VC_s(\Delta\sigma-\Delta u)$	0	$-VC_d(\Delta\sigma-\Delta u)$
(b) Echantillon	$-(1-\phi)VC_s\Delta u$	$-\phi VC_w\Delta u$	$-VC_s\Delta u$
(c) Elément poreux	$-V_eC_{se}(\Delta\sigma-\Delta u)$	0	$-V_eC_{de}(\Delta\sigma-\Delta u)$
(d) Elément poreux	$-(1-\phi_e)V_eC_{se}\Delta u$	$-\phi_eV_eC_w\Delta u$	$-V_eC_{se}\Delta u$
(e) Circuits	0	$-V_LC_w\Delta u$	$+V_LC_L\Delta u$

Tableau 2-1 : Variation de volume de chaque élément et ses constituant pendant un essai de compression non-drainée.

V_L et C_L sont le volume et la compressibilité des circuits (incluant le capteur de pression), ϕ_e et V_e sont la porosité et le volume de l'élément poreux, C_{se} et C_{de} sont respectivement la compressibilité de la phase solide et la compressibilité drainée de l'élément poreux. Il faut noter qu'ici, l'effet de la pression de confinement sur la déformation des éléments poreux est

considéré, alors que son effet sur la déformation des circuits est négligeable. Ghabezloo et Sulem (2010) ont mentionné que la compressibilité des circuits due à la pression de confinement est deux fois moins importante que la compressibilité équivalente du système de drainage.

La variation de volume totale du système dans un essai non-drainé est la somme des variations de volume des éléments écrits en quatrième colonne du Tableau 2-1 qui est égale à la somme des variations des volumes des tous les composants (les colonnes 2 et 3 du Tableau 2-1), décrite dans l'expression suivante :

$$\begin{aligned}&-VC_s(\Delta\sigma-\Delta u)-(1-\phi)VC_s\Delta u-V_eC_{se}(\Delta\sigma-\Delta u)-(1-\phi_e)V_eC_{se}\Delta u-\phi VC_w\Delta u-\phi_eV_eC_w\Delta u-V_LC_w\Delta u\\&=-VC_d(\Delta\sigma-\Delta u)-VC_s\Delta u-V_eC_{de}(\Delta\sigma-\Delta u)-V_eC_{se}\Delta u+V_LC_L\Delta u\end{aligned}$$

(2-31)

En réarrangeant de l'équation (2-31) le coefficient de Skempton mesuré dans un essai non-drainée (B^{mes}) considérant les effets parasites de l'élément poreux et des circuits est obtenu selon l'expression suivante:

$$B^{mes}=\frac{\Delta u}{\Delta\sigma}=\frac{(C_d-C_s)+\frac{V_e}{V}(C_{de}-C_{se})}{(C_d-C_s)+\phi(C_w-C_s)+\frac{V_e}{V}\left(C_{de}-C_{se}+\phi_e(C_w-C_{se})\right)+\frac{V_L}{V}(C_w+C_L)}\qquad\textbf{(2-32)}$$

Dans le cas des systèmes où il existe plusieurs éléments poreux (comme par exemple la cellule triaxiale à cylindre creux), il faut considérer l'effet de chaque élément poreux dans l'équation(2-32) ; l'équation (2-33) donne l'expression générale du coefficient de Skempton mesuré :

$$B^{mes}=\frac{\Delta u}{\Delta\sigma}=\frac{(C_d-C_s)+\left(\sum\frac{V_e}{V}(C_{de}-C_{se})\right)}{(C_d-C_s)+\phi(C_w-C_s)+\left(\sum\frac{V_e}{V}\left(C_{de}-C_{se}+\phi_e(C_w-C_{se})\right)\right)+\frac{V_L}{V}(C_w+C_L)}\qquad\textbf{(2-33)}$$

L'équation (2-33) se simplifié en négligeant la compressibilité de la matrice solide des éléments poreux C_{se} devant la compressibilité drainée des éléments poreux C_{de}, ce qui donne :

$$B^{mes}=\frac{\Delta u}{\Delta\sigma}=\frac{C_d-C_s+\left(\sum\frac{V_e}{V}C_{de}\right)}{C_d-C_s+\phi(C_w-C_s)+\left(\sum\frac{V_e}{V}\left(C_{de}+\phi_eC_w\right)\right)+\frac{V_L}{V}(C_w+C_L)}\qquad\textbf{(2-34)}$$

En comparant les équations (2-22) et (2-34), le coefficient de Skempton corrigé est décrit par l'équation suivante :

$$B^{cor} = \frac{B^{mes}}{1+\frac{1}{V(C_d - C_s)}\left(\sum V_e C_{de} - B^{mes}\left(V_L(C_w + C_L) + \sum V_e(C_{de} + \phi_e C_w)\right)\right)} \qquad \textbf{(2-35)}$$

La compressibilité non-drainée mesurée (C_u^{mes}) dans un essai compression non-drainé est ainsi influencée par l'effet parasite du système de drainage et elle doit être corrigée de la même façon, selon l'équation suivante :

$$C_u^{cor} = C_d - \frac{C_d - C_u^{mes}}{1+\frac{1}{V(C_d - C_s)}\left(\left(\sum V_e C_{de}\right) - \frac{V_L(C_w + C_L) + \sum V_e(C_{de} + \phi_e C_w)}{(C_d - C_s)}(C_d - C_u^{mes})\right)} \qquad \textbf{(2-36)}$$

Afin de trouver les paramètres nécessaires de correction, il convient de réaliser un essai d'étalonnage, dont la procédure et les résultats sont présentés en chapitre 3.

2.2.2.6.2. Essai de chauffage non-drainé

Dans un essai de compression non-drainé, l'échantillon et le système de drainage sont exposés aux changements de température et de pression interstitielle. Afin de trouver l'effet du système de drainage sur les paramètres mesurés, Ghabezloo et Sulem (2009) ont élargi aux effets de la température la méthode de Bishop (1976) présentée en Figure 2-2 dans laquelle le problème est décomposé en trois phases (Figure 2-3) :

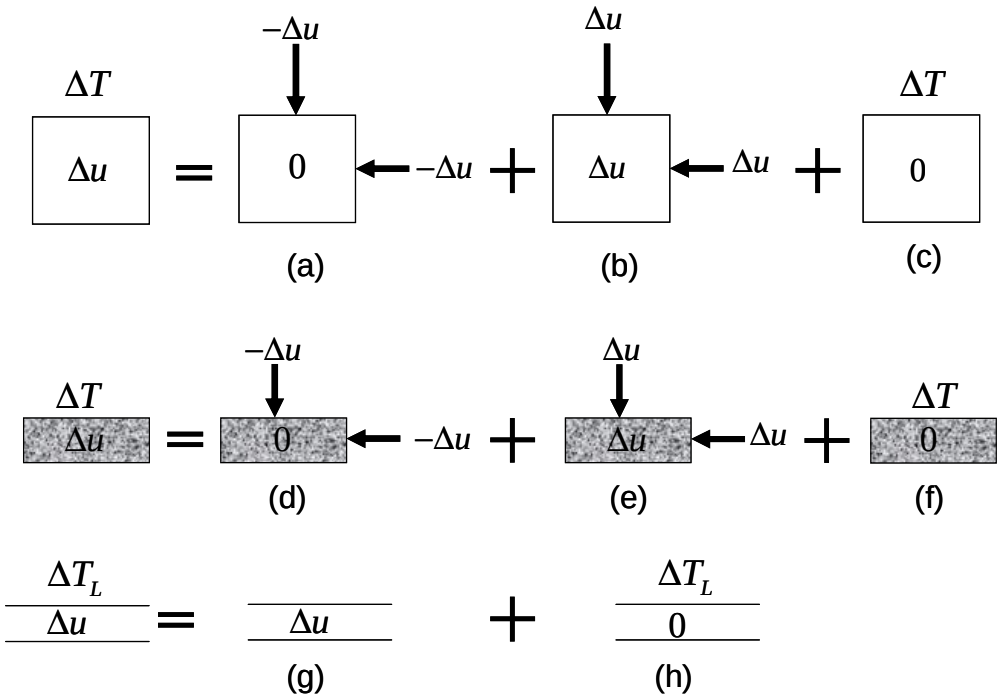


Figure 2-3 : Décomposition de l'essai de chauffage non-drainée : échantillon, élément poreux et circuit (Ghabezloo et Sulem (2009)).

Les trois phases correspondent successivement : a) à l'application d'une contrainte -Δu en conditions drainées avec une pression interstitielle nulle, b) à l'augmentation simultanée d'une valeur de Δu de la pression de confinement et de la pression interstitielle (chargement « sans membrane ») et c) au chauffage drainé (ΔT). Ces trois phases sont considérées pour l'échantillon, les éléments poreux et les circuits.

Pour chaque élément et ses composants en Figure 2-3, la variation de volume au cours de chaque phase est présentée en Tableau 2-2 :

Elément	Variation de volume de composant		Variation de volume de l'élément
	Phase solide	Phase fluide	
(a) Echantillon	$-VC_s\Delta u$	0	$-VC_d\Delta u$
(b) Echantillon	$(1-\phi)VC_s\Delta u$	$\phi VC_w\Delta u$	$VC_s\Delta u$
(c) Echantillon	$-(1-\phi)V\alpha_s\Delta T$	$-\phi V\alpha_w\Delta T$	$-V\alpha_s\Delta T$
(d) Elément poreux	$-V_eC_{se}\Delta u$	0	$-V_eC_{de}\Delta u$
(e) Elément poreux	$(1-\phi_e)V_eC_{se}\Delta u$	$\phi_eV_eC_w\Delta u$	$V_eC_{se}\Delta u$
(f) Elément poreux	$-(1-\phi_e)V_e\alpha_{se}\Delta T$	$-\phi_eV_e\alpha_w\Delta T$	$-V_e\alpha_{se}\Delta T$
(g) Circuit	0	$V_LC_w\Delta u$	$-V_LC_L\Delta u$
(h) Circuit	0	$-V_L\alpha_w\Delta T_L$	$-V_L\alpha_L\Delta T_L$

Tableau 2-2 : Variation de volume de chaque élément et ses constituant pendant un essai de chauffage non-drainé.

α_{se} et α_L sont respectivement les coefficients de dilatation thermique de l'élément poreux et les circuits. Les circuits situés à l'intérieur de la cellule ont une température identique à celle de l'échantillon tandis ceux à l'extérieur ont une température moins élevée ; afin d'homogénéiser la température de l'ensemble, une température moyenne (T_L) est considérée, reliée à la température de l'échantillon par le paramètre β :

$$\Delta T_L = \beta\Delta T \qquad \textbf{(2-37)}$$

Considérant la conservation de masse de fluide interstitiel dans l'échantillon et le système de drainage fermé en condition non-drainée, la somme de la variation de volume de tous les composants (colonne 2 et 3 du Tableau 2-2) doit être égale a la somme de la variation de volume des éléments (colonne 4 du Tableau 2-2).

Le coefficient de pressurisation thermique mesuré ($\Lambda^{mes} = \frac{\Delta u}{\Delta T}$) est donc décrit par :

$$\Lambda^{mes} = \frac{\Delta u}{\Delta T} = \frac{\phi(\alpha_w - \alpha_s) + \left(\sum \frac{V_e}{V}\phi_e(\alpha_w - \alpha_{se})\right) + \frac{V_L}{V}\beta(\alpha_w - \alpha_L)}{C_d - C_s + \phi(C_w - C_s) + \left(\sum \frac{V_e}{V}(C_{de} + \phi_e C_w)\right) + \frac{V_L}{V}(C_L + C_w)} \qquad \textbf{(2-38)}$$

En comparant le coefficient mesuré (2-38) et le coefficient théorique (2-28), l'expression suivante est trouvée pour le coefficient de pressurisation thermique corrigé :

$$\Lambda^{cor} = \frac{\Lambda^{mes}}{1 + \frac{1}{\phi V(\alpha_w - \alpha_s)}\left[\left(\sum V_e\phi_e(\alpha_w - \alpha_{se})\right) + \beta V_L(\alpha_w - \alpha_L) - \Lambda^{mes}(V_L(C_w + C_L) + \sum V_e(C_{de} + \phi_e C_w))\right]}$$

(2-39)

Le coefficient de dilatation thermique mesuré doit être également corrigé en considérant l'effet parasite du système de drainage, par l'équation (2-30). Le coefficient de dilatation thermique non-drainée corrigé est relié au coefficient de pressurisation thermique corrigé considérant la même équation ; tous les Λ^{mes} peuvent être remplacés par :

$$\Lambda^{mes} = \frac{\alpha_u^{mes} - \alpha_d}{C_d - C_s} \qquad \textbf{(2-40)}$$

Par conséquent le coefficient de dilatation thermique corrigé est exprimé directement par :

$$\alpha_u^{cor} = \alpha_d + \frac{\alpha_u^{mes} - \alpha_d}{1 + \frac{1}{\phi V(\alpha_w - \alpha_s)}\left[\left(\sum V_e\phi_e(\alpha_w - \alpha_{se})\right) + \beta V_L(\alpha_w - \alpha_L) - \frac{\alpha_u^{mes} - \alpha_d}{C_d - C_s}\left(V_L(C_w + C_L) + \sum V_e(C_{de} + \phi_e C_w)\right)\right]}$$

(2-41)

Les paramètres du système de drainage peuvent être déterminés par un essai d'étalonnage réalisé sur un échantillon métallique (voir Monfared, 2011 pour l'étalonnage du triaxial à cylindre creux, Annexe).

2.2.3. Comportement volumique en condition oedométrique

Dans la cellule oedométrique, l'échantillon est placé dans un anneau rigide qui impose une condition de déformation volumique égale à la déformation axiale ($\varepsilon_v = \varepsilon_{11}, \varepsilon_{22} = \varepsilon_{33} = 0$) et l'effort axial est appliqué verticalement par paliers de chargement sous contrainte constante. Pendant l'essai de compression oedométrique, quand les surpressions interstitielles sont dissipées, la relation contrainte-déformation dans la direction axiale s'écrit :

$$d\sigma_{11} = M_{oedo} d\varepsilon_{11}$$

où M_{oedo} est le module oedométrique drainé ; l'inverse de ce module oedométrique est la compressibilité oedométrique $C_{oedo} = M_{oedo}^{-1}$. La compression oedométrique engendre en général des déformations irréversibles et les paramètres élastiques sont déduits des phases de déchargement.

2.3. Conclusion

La cadre thermo-hydro-mécanique permet de bien identifier les paramètres caractéristiques du comportement thermomécanique (isotrope) nécessaires et les essais de laboratoire permettant de les mesurer. C'est dans ce cadre que l'on peut également analyser et prendre en compte les effets des systèmes expérimentaux sur les paramètres mesurés en condition non-drainée afin d'obtenir les paramètres intrinsèques de la roche.

CHAPITRE 3 :
TECHNIQUES EXPERIMENTALES

3.1. Matériau étudié

Les carottes d'argilite du COx livrées au laboratoire sont confinées dans un système destiné à compenser en partie les perturbations liées au relâchement de contrainte. Elles sont contenues dans du plâtre coulé à l'intérieur d'un tube PVC et soumise à une contrainte axiale exercée par un ressort, comme observé sur la Figure 3-1.

Figure 3-1 : Système de confinement T1 des carottes d'argilite.

Une attention particulière a été portée à la détermination des états initiaux des échantillons :

- La teneur en eau gravitaire w a été déterminée en mesurant le poids initial et final d'un morceau de la roche avant et après séchage à l'étuve à 105 ° C pendant 24 h ;
- Le degré initial de saturation S_{ri} a été déterminé à partir de la teneur en eau et du volume d'échantillon soigneusement mesuré avec un pied à coulisse ;
- La succion initiale s_i des échantillons a également été déterminée en utilisant un psychromètre à point de rosée (Leong et al, 2003) fabriqué par General Eastern.

L'ensemble des caractéristiques des éprouvettes testées au cours de ce travail est présenté au Tableau 3-1.

Les porosités des échantillons sont estimées à partir des degrés de saturation et des teneurs en eau mesurées en considérant une masse volumique des grains (ρ_s) de 2,7 Mg/m^3.

Dispositif	Echantillon	Profondeur (m)	Teneur en eau (%)	Degré de saturation (%)	Succion (MPa)	Porosité (%)	Diamètre (mm)	Hauteur (mm)	Type de l'essai
Oedomètre Haute Pression	EST27396 n°1-Oedo	483	5,9	54,2	34	22	50	15,18	Gonflement
	EST27396 n°2-Oedo	483	6,6	60,6	28	22	50	18	Gonflement
	EST27396 n°3-Oedo	483	6,3	57,8	30	22	50	16,65	Gonflement
	EST28522 n°1-Oedo	481	7,1	68	17	22	38	11,31	Compression haute pression
	EST28522 n°2-Oedo	481	6,1	56	32	22	38	9,89	Compression haute pression
Cellule Isotrope à faible chemin de drainage	EST27396 n°1-Iso	483	6,4	58	29	22	80	10	Chauffage non-drainé ((Pressurisation Thermique))
	EST27396 n°2-Iso	483	6,5	60	27	22	80	10	Chauffage non-drainé ((Pressurisation Thermique))
	EST27396 n°3-Iso	483	6,2	57	31	22	80	10	Compression drainée
Cellule Triaxiale Cylindre Creux	EST 28522 -TCC	481	7,1	89	17	17,7	Extérieur=100, Intérieur=60	73	Compression drainée à 25, Chauffage drainée, Compression drainé à 80
	EST28520 -TCC	480	7	87	19	17,9	Extérieur=100, Intérieur=60	73	Chauffage Drainée, Compression Drainé à 80°C, Refroidissement Drainée à 25°C

Tableau 3-1 : Caractéristiques initiales des éprouvettes testées.

Le psychromètre à point de rosée est basé sur la mesure précise de l'humidité relative dans une atmosphère confinée à l'équilibre autour de l'échantillon. Il permet de déterminer la succion totale avec un temps de mesure d'environ 15 min à partir de la loi de Kelvin qui relie la succion à l'humidité relative de la façon suivante :

$$s = u_a - u_w = \frac{-RT}{gM} \ln h \qquad \textbf{(3-1)}$$

où u_a et u_w sont respectivement la pression d'air et d'eau, s est la succion totale, R est la constante universelle des gaz parfaits (R=8,3143 J.mol^{-1}.K^{-1}), T est la température absolue (°K), g est la gravité (g=9,81 m.s^{-2}), M est la masse moléculaire de l'eau (M=18,016 g.mol^{-1}) and h est la humidité relative.

Dans ce dispositif, l'échantillon est placé dans une chambre étanche contenant un miroir qui peut être réfrigéré avec un contrôle de température très précis. Une fois que l'humidité relative de l'air dans la chambre est équilibrée avec celle de l'échantillon, le miroir est refroidi jusqu'à la température de point de rosée correspondant à l'humidité relative dans la chambre. La détermination précise du point de rosée est faite par la détection de la condensation de micros bulles d'eau sur la surface du miroir par un système optique. La succion est déduite de l'humidité relative qui correspond à la température du point de rosée. Comme toutes les techniques basées sur les échanges de vapeur, la méthode est adaptée aux succions suffisamment élevées, de préférence supérieures à 3MPa (Delage et al, 1998; Romero et al, 1999).

Les mesures réalisées ont donné des valeurs de succions initiales de 17 à 34 MPa et les degrés de saturation correspondant sont de 54 et 68%, montrant une désaturation manifeste.

Une compréhension plus approfondie de l'état de saturation initiale des éprouvettes peut être obtenue à partir de leur courbe de rétention d'eau, dont on présente en Figure 3-2. Un exemple obtenu par Pham et al. (2007) pour un échantillon EST 205 (core A, profondeur 481 m) à une teneur initiale (état probablement non saturé) de 6,32%. Le premier point de la courbe a été obtenu à une humidité relative de 98% et la teneur en eau à saturation sous contrainte in-situ (sans gonflement) n'est apparemment pas connue. Dans l'hypothèse d'une courbe de rétention d'eau de nos échantillons proche de celle-ci et d'une teneur en eau à saturation sans gonflement de 5,9 – 7,1%, on obtiendrait aux succions de 17 et 34 MPa des valeurs de teneur en eau de 5,2 et 5,8 % et des valeurs de degré de saturation de 57% et 63% qui sont comparables aux valeurs expérimentales (54,2% et 68% respectivement, Tableau 3-1).

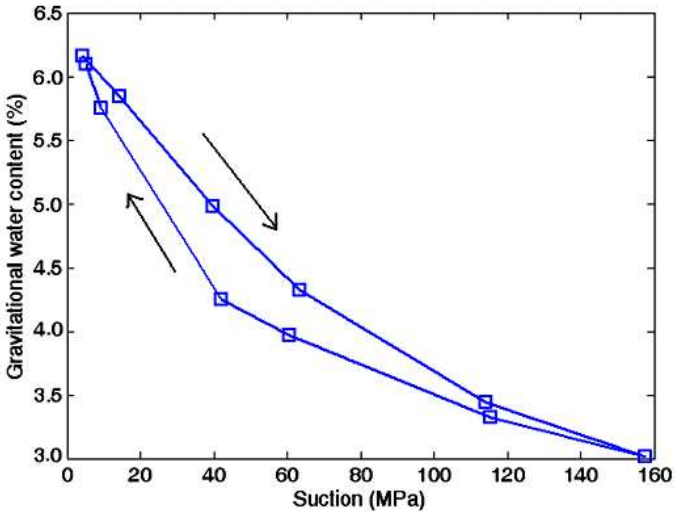


Figure 3-2 : Courbe de rétention d'eau d'argilite du COx (Pham et al., 2007).

Une autre approche est possible en calculant une courbe de rétention d'eau à partir de la courbe porosimétrique (Figure 3-3 , Dossier ANDRA, 2005) en utilisant la loi de Jurin et en adoptant l'hypothèse de pores cylindriques. La loi de Jurin s'écrit :

$$u_a - u_w = \frac{4\sigma_s \cos\theta}{D} \qquad \textbf{(3-2)}$$

où σ_s est la tension surfacique en interface air-eau, θ l'angle de contact de fluide-solide (pour l'eau $\cos\theta = 1$ et $\sigma_s = 72{,}75\times10^{-3}$ N/m à 20°C) et D est le diamètre du cylindre.

La Figure 3-3 montre que la pénétration du mercure commence dans des plus gros pores définis par un diamètre de l'ordre de 100 µm, qui correspondrait d'après la loi de Jurin à une pression d'entrée d'air de l'ordre de 3 MPa comparable à la valeur souvent admise (Dossier ANDRA, 2005). Malgré les possibles différences liées à la variabilité de l'argilite, ceci indique une très probable continuité de l'air au sein des échantillons d'argilite considérés ici aux valeurs de succion de 17 et 34 MPa et degrés de saturation respectifs de 54 et 68%. Les échantillons ont donc été significativement désaturés lors des opérations de carottage, de transport, de stockage et de taille.

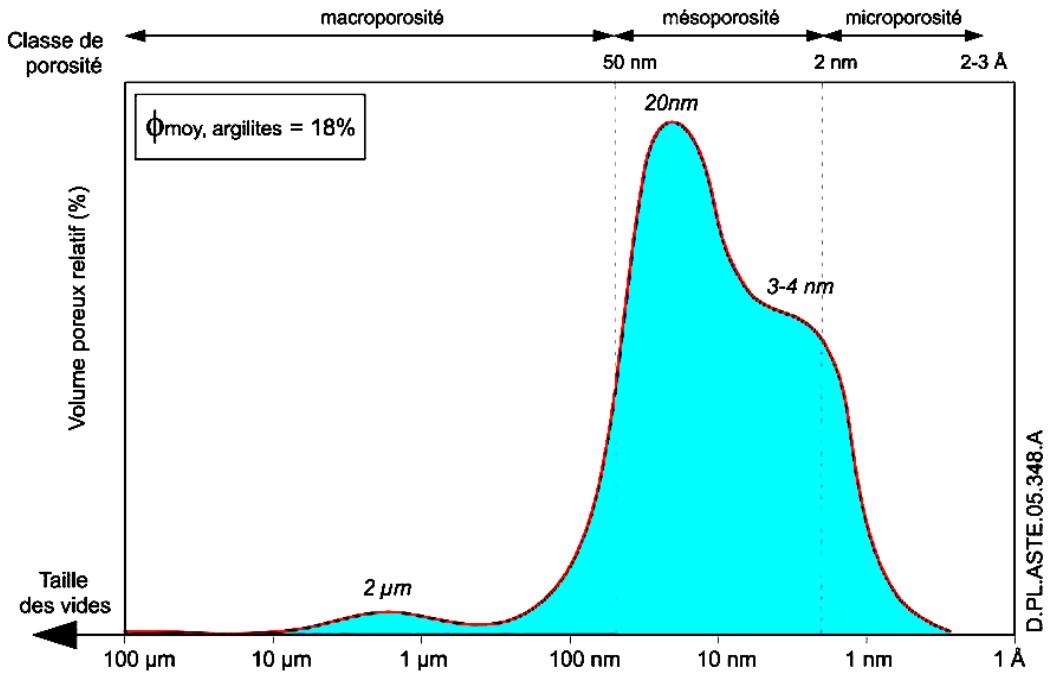


Figure 3-3 : Courbe porosimétrique de l'argilite du COx (Dossier ANDRA, 2005).

3.2. Dispositifs Expérimentaux

Les études ont été conduites sur divers dispositifs originaux développés au laboratoire :

- Des oedomètres haute pression (Marcial et al., 2002) pour l'étude du comportement volumique (compression gonflement drainés) ;
- Une cellule de compression isotrope à faible chemin de drainage adaptée de Tang (2005) pour l'étude du comportement volumique thermo-hydro-mécanique en conditions drainées et non-drainées ;
- Une nouvelle cellule triaxiale à cylindre creux à chemin de drainage réduit initialement développée dans le cadre du projet TIMODAZ (Monfared et al., 2011) pour les géomatériaux de faible porosité afin d'optimiser le processus de saturation initiale et les conditions de drainage. Un dispositif analogue a été spécifiquement développé pour le projet ANDRA, il se distingue par un système différent d'application de la contrainte déviatorique qui sera décrit plus loin.

Pour tous les essais, une attention particulière a été portée à la saturation initiale qui a toujours été réalisée sous un état de contrainte proche de l'état in-situ, afin d'éviter les perturbations et l'endommagement engendrés du fait des propriétés de gonflement de l'argilite lors d'hydratations en conditions libres (Delage et al., 2007 ; Valès , 2008).

Dans ce chapitre on présente les trois dispositifs utilisés, leurs étalonnages ainsi que les méthodes de préparation des échantillons.

3.2.1. Oedomètre Haute Pression

3.2.1.1. Dispositif expérimental

Le laboratoire dispose de bâtis haute pression à double bras de levier (Figure 3-4, Marcial et al., 2002) permettant d'atteindre des contraintes de 113 MPa sur un échantillon oedométrique de diamètre 38 mm et de hauteur 10 □ 20 mm, initialement fabriqués pour l'étude du comportement de barrières ouvragées avec des pressions de gonflement de l'ordre de 30 MPa. Comme indiqué sur la Figure 3-4, il s'agit d'un système à double bras de levier avec des rapports de respectifs 10 et de 5, conduisant à une multiplication de la masse par 50 (une masse de 250 kilos permet d'appliquer une force de l'ordre de 12,5 tonnes sur l'éprouvette). Sur un échantillon de diamètre 38 mm, la contrainte maximale est de 113 MPa. La déformation de l'éprouvette est mesurée classiquement par un capteur de déplacement électronique. Il a paru intéressant d'utiliser ce dispositif sur l'argilite, les oedomètres étant assez peu utilisés pour l'étude de la compressibilité des roches argileuses (Heitz et Hicher, 2002).

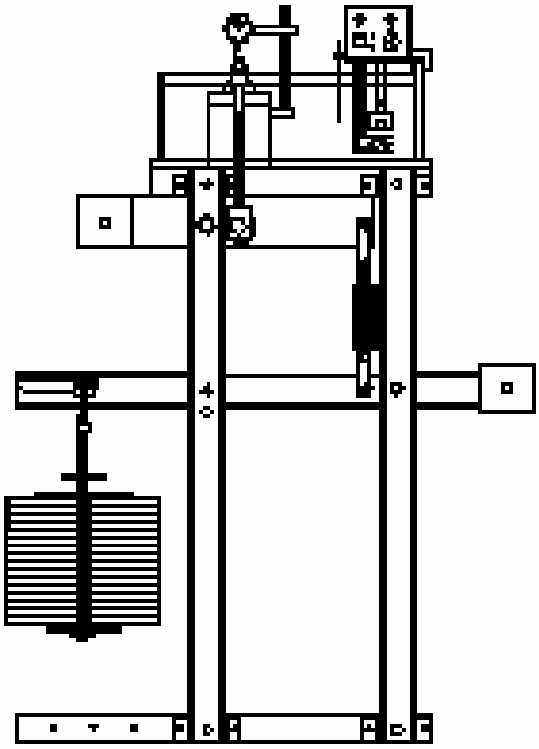


Figure 3-4: Schéma du bâti oedométrique haute pression (Marcial et al., 2002).

3.2.1.2. Préparation de l'échantillon oedométrique

Les éprouvettes de diamètre initial 100 mm et 80 mm ont tout d'abord été coupées à la longueur voulue avec une scie à métaux (Figure 3-5a) pour être ensuite insérées dans un système de confinement spécial et taillées à l'aide de carottiers à diamant de diamètre 38 mm et 50 mm correspondant aux anneaux oedométriques (Figure 3-5b). Après le carottage, l'échantillon a été placé dans l'anneau oedométrique et les surfaces supérieure et inférieure de l'échantillon ont été polies à l'aide de papier de verre afin d'obtenir deux surfaces régulières et parallèles.

(a)

(c)

(b)

Figure 3-5 : (a) Scie à métaux ; (b) Carottier à diamant ; (c) Echantillon.

Cinq essais de compression-gonflement ont été réalisés à l'appareil oedométrique haute pression. Les éprouvettes des trois premiers essais (EST27396 n°1, EST27396 n°2, EST27396 n°3) ont une hauteur de 15 mm et un diamètre de 50 mm. Celles des deux autres essais (EST28522 n°1, EST28522 n°2) ont un diamètre de 38 mm et une hauteur de 10 mm (Figure 3-5c).

3.2.1.3. Mise en place de l'échantillon et montage de la cellule

L'échantillon est placé dans la cellule oedométrique manuellement. Une couche de graisse est placée sur la paroi intérieure de l'anneau oedométrique afin de diminuer le frottement entre la paroi et l'échantillon. L'échantillon oedométrique est situé entre deux pierres poreuses métalliques qui assurent le drainage par le haut et le bas (Figure 3-6). Un piston métallique rigide placé sur la pierre poreuse supérieure permet d'appliquer la contrainte axiale. Tous les conduits et les pierres poreuses sont secs lors de la mise en place de l'éprouvette afin d'éviter tout gonflement parasite. Un capteur de déplacement électronique est placé sur le chapeau pour mesurer le déplacement vertical de l'échantillon. La charge est appliquée sur l'embase rigide surmontant l'échantillon par l'intermédiaire du bâti oedométrique équipé d'un bras de levier permettant d'appliquer à l'échantillon une charge cinquante fois égale à celle placée sur le plateau de chargement.

Après le montage de la cellule et avant de réaliser l'essai, un bon contact entre l'échantillon et les embases est assuré par l'application préalable d'un cycle charge-décharge entre 0 et 1 MPa. Pendant cette phase, toutes les vannes de la cellule sont fermées et paraffinées afin d'éviter toute évaporation d'eau et séchage de l'échantillon ; pour la même raison, cette phase est réalisée rapidement, pendant quelques minutes.

Deux types des essais sont réalisés sur des échantillons de l'argilite du COx, les essais de compression haute pression et les essais de gonflement.

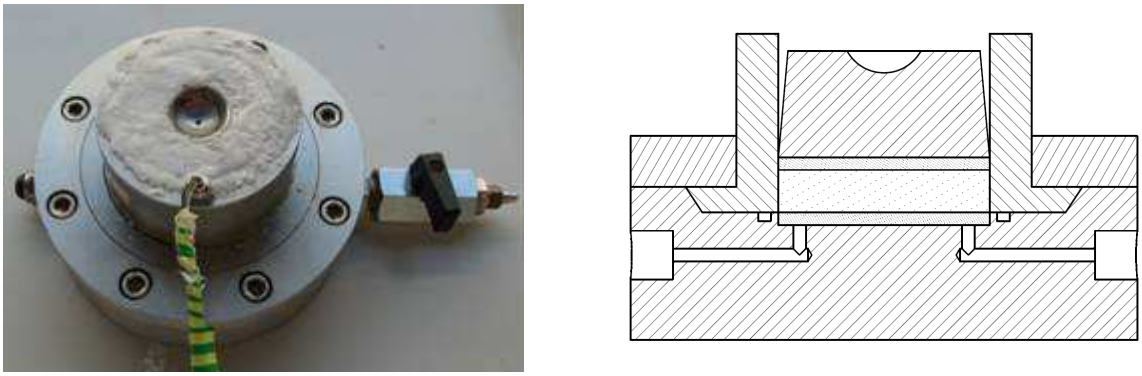


Figure 3-6 : Cellule oedométrique haute pression.

3.2.1.4. Essai d'étalonnage

Un essai d'étalonnage initial du système a été effectué par l'exécution d'un test de compression sans échantillon dans l'anneau oedométrique afin de tenir compte des effets de la compression des disques poreux métalliques du haut et du bas et du piston. Comme on peut le voir sur la Figure 3-7 qui présente les déformations lors d'un cycle de chargement, une

réponse réversible du système a été observée après l'application des différents cycles de chargement entre 0 et 113 MPa. Pendant tous les essais de compression, la déformation de l'échantillon a été obtenue en soustrayant la compression élastique du système de la compression totale.

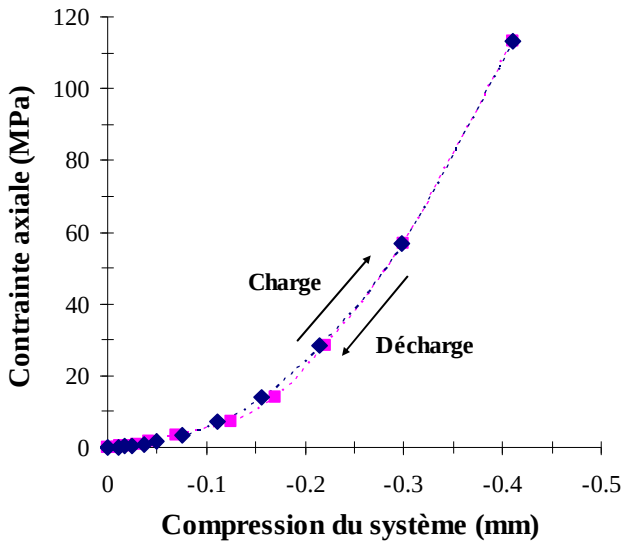


Figure 3-7 : Essai d'étalonnage de système oedométrique.

3.2.2. Cellule Isotrope à Faible Chemin de Drainage

3.2.2.1. Dispositif expérimental

Une cellule de compression-gonflement isotrope développée au CERMES pour l'étude du comportement THM des barrières ouvragées (Tang et al., 2008) a été modifiée pour l'étude du comportement THM de l'argilite du COx, peu perméable et peu déformable. Le principe de la cellule est montré sur la Figure 3-8. Elle supporte une pression maximale de 60 MPa et une température maximale de 90°C. Dans cette cellule, un échantillon cylindrique mince comparable à un échantillon oedométrique de diamètre 80 mm et de hauteur de 10mm est utilisé. Il en résulte une longueur de drainage réduite, compatible avec la faible perméabilité de l'argilite, tant pour la saturation préalable que pour maintenir de bonnes conditions de drainage.

Les conditions de contraintes initiales appliquées sont proches des conditions in-situ (σ_{iso} = 12 MPa et u_w = 4MPa).

La pression de confinement et la contre pression sont appliqués à l'aide de deux contrôleurs pression-volume (CPV) de type GDS. La cellule se compose d'une embase inférieure, d'un couvercle et d'une enceinte qui sont assemblés par six vis à haute résistance.

La chambre de confinement est remplie par d'eau. Deux joints toriques entre l'enceinte, l'embase et le couvercle permettent d'assurer une bonne étanchéité sous 60 MPa. Deux sorties d'eau existent dans l'embase inférieure, une est connectée au capteur de pression et l'autre au contrôleur pression-volume de contre pression.

La distance entre le capteur de pression et la cellule a été minimisée afin de minimiser les volumes parasites pour les mesures du capteur de pression externe. Sur le couvercle, il y a deux sorties : l'une sert à installer une vanne de sécurité qui s'ouvre automatiquement lorsque la pression dans la cellule dépasse 60 MPa ; l'autre est utilisée pour purger l'air de l'eau de confinement dans la cellule lors du remplissage de chambre de confinement.

Afin de réduire le plus possible les volumes d'eau parasites dans le système de drainage, la pierre poreuse inférieure a été remplacée par un géotextile fin et poreux de type Propexe dont les performances sous fortes contraintes ont été testées. Par cette couche mince de géotextile, l'eau est uniformément distribuée sur la surface inférieure de l'échantillon en évitant tout contact direct et local entre l'eau et l'échantillon. Pour réduire les volumes parasites, il n'y a pas de pierre poreuse supérieure et on utilise une membrane néoprène spéciale de 1,2 mm d'épaisseur qui enveloppe intégralement les faces supérieure et latérale de l'éprouvette et une partie de l'embase sur laquelle sont ensuite placés 3 joints toriques (Figure 3-8). Il a fallu en fait superposer deux couches de membranes pour résister aux hautes pressions (pression maximale de 60 MPa, température maximale de 90 °C).

Le géotextile est connecté à deux conduits permettant sa saturation sous contrainte. Ce géotextile n'est inondé que lorsque la contrainte est appliquée afin de minimiser tout gonflement libre de l'argilite pendant l'hydratation. Le double conduit permet la saturation ultérieure sous contrainte du géotextile par circulation d'eau d'une conduite vers l'autre.

La cellule isotrope thermique est placée dans un bain thermostaté. Une température comprise entre 25 °C et 90°C avec une fluctuation de ±0,1°C peut être imposée par la pompe thermostatique située dans le bain. Une couche de polystyrène autour du bain réduit le transfert de chaleur entre l'eau et l'air ambiant (Figure 3-10b). La température de la cellule est mesurée par un thermomètre situé dans le bain.

Un programme d'acquisition a été établi pour enregistrer la température de la cellule, les pressions et les volumes de deux CPVs ainsi que le lecteur du capteur de pression et le thermomètre au cours du temps.

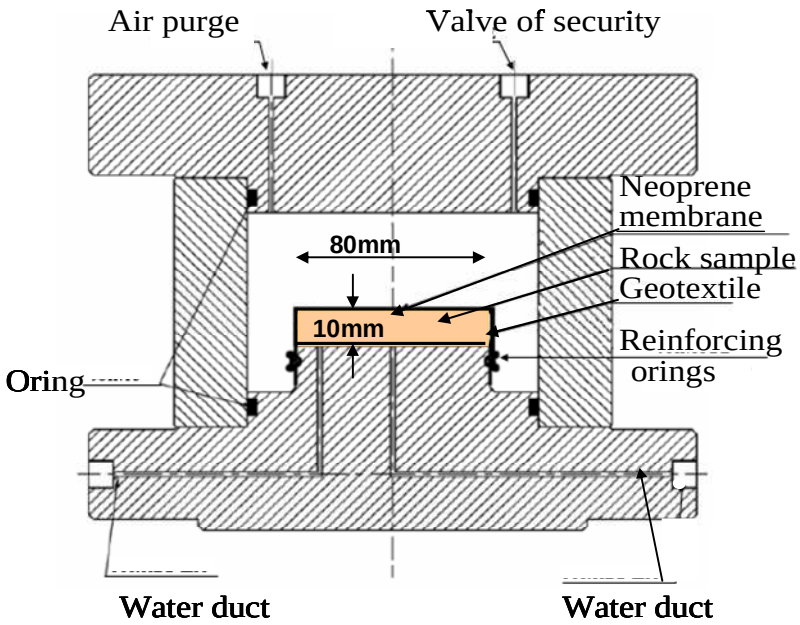


Figure 3-8 : Cellule isotrope thermique modifiée.

Les deux contrôleurs pression-volume (CPV) utilisés sont de type de GDS à haute pression (64 MPa maximale) avec une précision de ±15 kPa.

Gamme de pression	64 MPa
Capacité volumique	200 000 mm^3
Résolution en pression/volume	15 kPa/1 mm^3
Tolérance de pression ; erreur caractéristique	64 kPa + 0,05% valeur mesurée
Erreur environnementale	0,025%/°C valeur mesurée
Tolérance de volume Erreur caractéristique	0,25% valeur mesurée
Erreur environnementale	0,02%/°C + 0,2%/MPa volume d'eau dans le cylindre
Commande Par clavier et afficheur LCD (ou interface IEEE-488)	

Tableau 3-2 : Spécifications du GDS haute pression.

Le schéma de principe du poste d'essai de compression isotrope à température contrôlée est présenté sur la Figure 3-9.

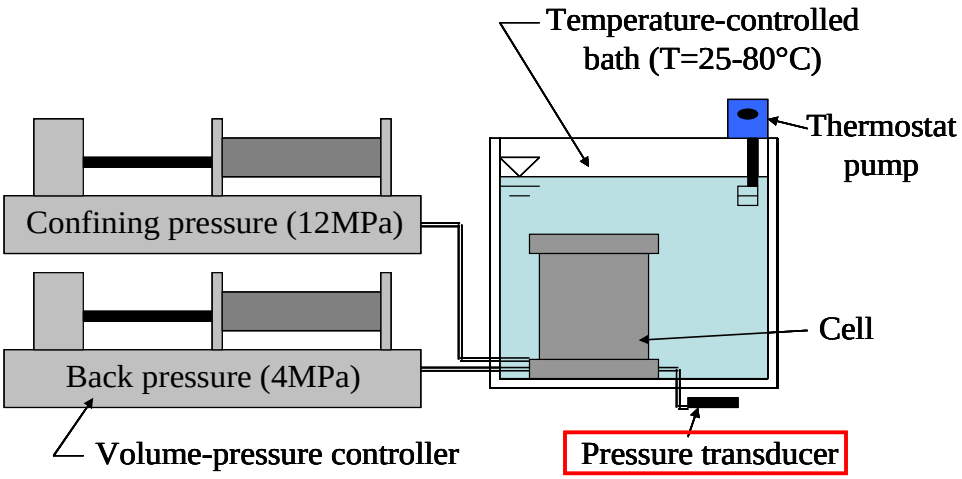
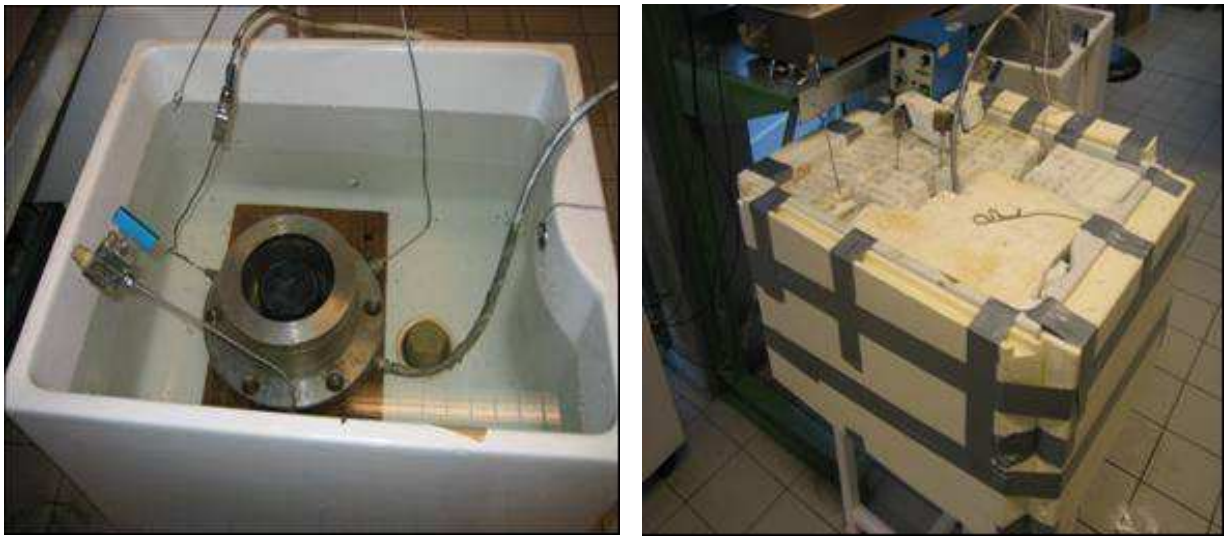


Figure 3-9: Schéma du poste d'essai de compression isotrope avec la cellule isotrope thermique située dans le bain thermostaté.

Le système (Figure 3-10) est installé dans une salle climatisée avec une température maintenue égale à 20±1 °C.



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

Figure 3-10: Poste d'essai de compression isotrope thermique.

3.2.2.2. Préparation et mise en place de l'éprouvette

Les éprouvettes d'argilite du COx ont été obtenues à partir de la carotte ANDRA de 80 mm de diamètre par une première découpe à la scie à métaux à une hauteur proche de 10 mm qui a ensuite été régularisé à 10 mm l'aide d'un tour mécanique.

L'échantillon est placé sur le papier filtre sec, sur le géotextile sec posé sur l'embase inférieure. La membrane néoprène spéciale est placée autour de l'échantillon et de l'embase. Les joints toriques sont ensuite mis en place pour plaquer la membrane sur l'embase et assurer l'étanchéité.

L'air piégé entre l'échantillon et la membrane est évacué par l'application d'un vide proche de 100kPa pendant quelques minutes, une période pas trop longue afin d'éviter le séchage de l'échantillon par évaporation excessive de l'eau.

3.2.2.3. Montage de la cellule

L'ensemble échantillon + embase inférieure est posée dans le fond du récipient (Figure 3-10a), le cylindre, le couvercle et les six vis de fixation sont mis en place et la cellule est emplie d'eau en maintenant la purge ouverte afin de permettre l'évacuation de l'air. La purge est ensuite fermée et le récipient est empli d'eau, la pompe thermostatique est activée pour contrôler la température à 25°C.

3.2.2.4. Essais d'étalonnage thermomécanique

Les notions thermo-poro-mécaniques nécessaires à la réalisation des essais ci-dessous ont été présentées au Chapitre 2. Pour appliquer et mesurer la pression interstitielle de l'échantillon, la cellule est connectée au contrôleur de pression-volume et au capteur de pression en utilisant les conduits et les vannes haute pression.

L'ensemble de ces connexions, le capteur de pression interstitielle, l'élément poreux (papier filtre + géotextile) et les conduits de l'embase de la cellule constituent le système de drainage caractérisé par un volume V_L. Au cours de l'essai d'étalonnage, le système de drainage est empli d'eau désaérée et déminéralisée qui est également celle utilisée pour saturer l'échantillon.

Sur la Figure 3-11 on présente un schéma de l'ensemble du système de drainage et l'échantillon connecté au CPV de contre pression.

On montre schématiquement en Figure 3-11b que le volume du système de drainage (V_L = 2683 mm^3) n'est pas négligeable devant le volume poreux de l'échantillon d'argilite (V=50265 mm^3, ϕ=22%, V_ϕ= 11058 mm^3). La compressibilité du système de drainage pourrait donc affecter la réponse en pression mesurée par le capteur. Des essais d'étalonnage sont nécessaires pour déterminer la vraie réponse de l'échantillon.

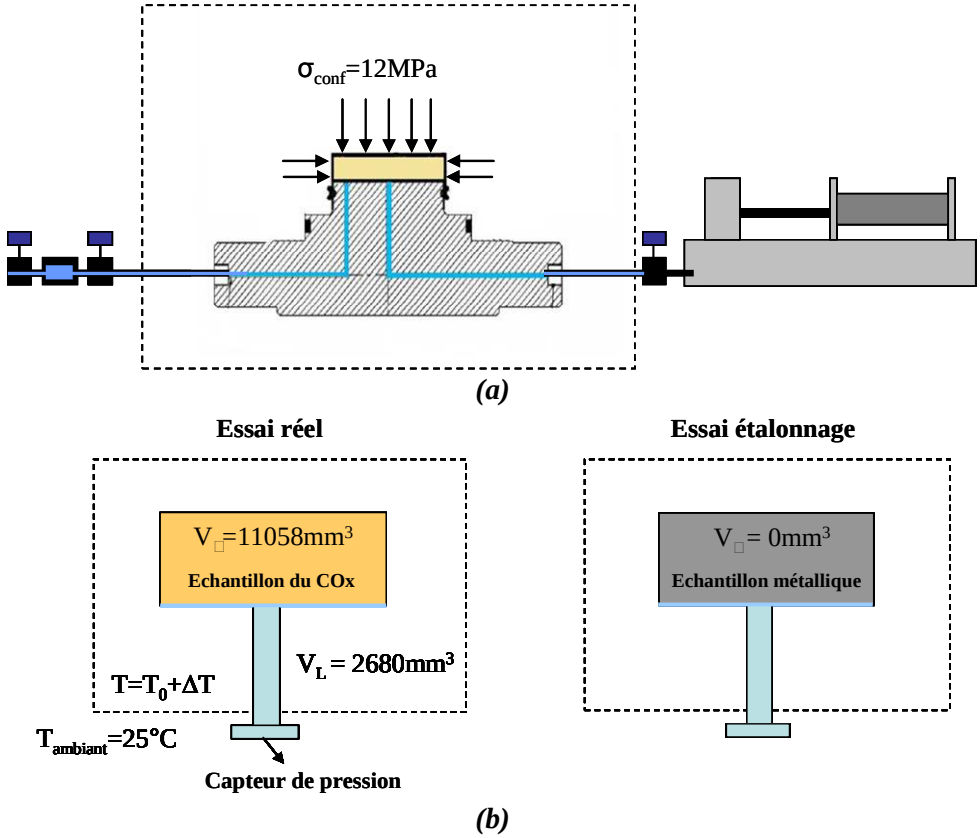


Figure 3-11 : (a) Echantillon et système de drainage, (b) modèle simplifié du système de drainage et l'échantillon dans un essai réel et un essai étalonnage.

Pour effectuer les essais d'étalonnage, un échantillon métallique de dimension analogue à celle de l'échantillon réel est installé à l'intérieur de la cellule. Afin de mesurer la compressibilité du système de drainage, la pression d'eau à l'intérieur du système de drainage est augmentée par application de la pression avec le CPV de contre pression et le changement de volume correspondant est mesuré par le CPV. Pour éliminer l'effet parasite dû à la compressibilité du CPV et du tuyau situé entre la cellule et le CPV, le même essai a été répété une autre fois uniquement pour le CPV et le tuyau de raccordement, en fermant le robinet entre le CPV et le système de drainage**.** Le changement de volume du système de drainage dV_L dû à la variation de pression de fluide *(du_w)* est la différence entre les deux mesures.

La compressibilité de système de drainage C_L est décrite par la relation suivante :

$$\frac{dV_L}{V_L} = (C_L + C_w)du_w \qquad \textbf{(3-3)}$$

où C_w est la compressibilité du fluide égale pour l'eau à 0,447 GPa^{-1} à 25°C (Spang, 2002). Sachant que le volume du système de drainage est égal à V_L = 2683 mm^3, sa compressibilité

C_L est trouvée égale à 1,6 GPa^{-1}. Tous les paramètres poro-mécaniques étudiés par ce dispositif devront donc être corrigés en considérant la compressibilité du système de drainage.

L'autre essai d'étalonnage effectué sur l'échantillon métallique est l'essai chauffage-refroidissement non drainé. Dans cet essai, le chauffage est effectué selon la même procédure que celle adoptée pour l'essai thermique effectué sur l'échantillon de COx (chauffage par paliers de deux degrés) et la variation de pression est mesurée par le capteur de pression (Figure 3-12).

Pour l'échantillon métallique, la porosité est nulle ($\phi = 0$) et la compressibilité « drainée » est égale à celle de la phase solide ($C_d = C_s$). Donc le coefficient de pressurisation thermique Λ_{mes} du système avec l'échantillon métallique peut être exprimé comme :

$$\Lambda_{mes} = \frac{\alpha_w - \alpha_L}{C_w + C_L} \qquad \textbf{(3-4)}$$

où α_L est le coefficient de dilatation thermique du système de drainage.

En considérant le coefficient de pressurisation thermique mesuré par l'essai d'étalonnage, les coefficients de dilatation thermique α_w (de 2,52×10^{-4}(°C)$^{-1}$ à 25°C et de 5,8×10^{-4}(°C)$^{-1}$ à 80°C) et de compressibilité C_w de l'eau (de 0,447 GPa^{-1} à 25°C) qui remplit le système de drainage, le coefficient de dilatation thermique du système de drainage contenant le géotextile et le papier filtre est calculé avec une valeur obtenue égale à 5×10^{-5}(°C)$^{-1}$. Cette valeur est indépendante de la température (Figure 3-12). Ce paramètre sera utilisé pour corriger la pressurisation thermique mesurée de l'échantillon COx.

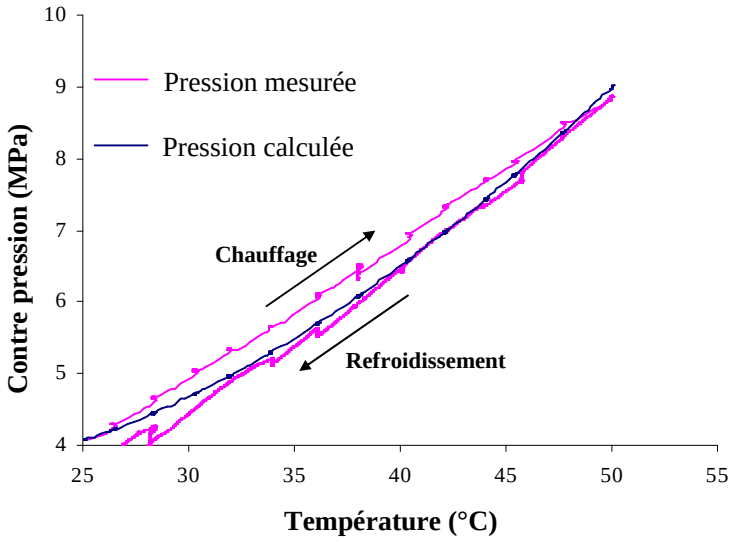
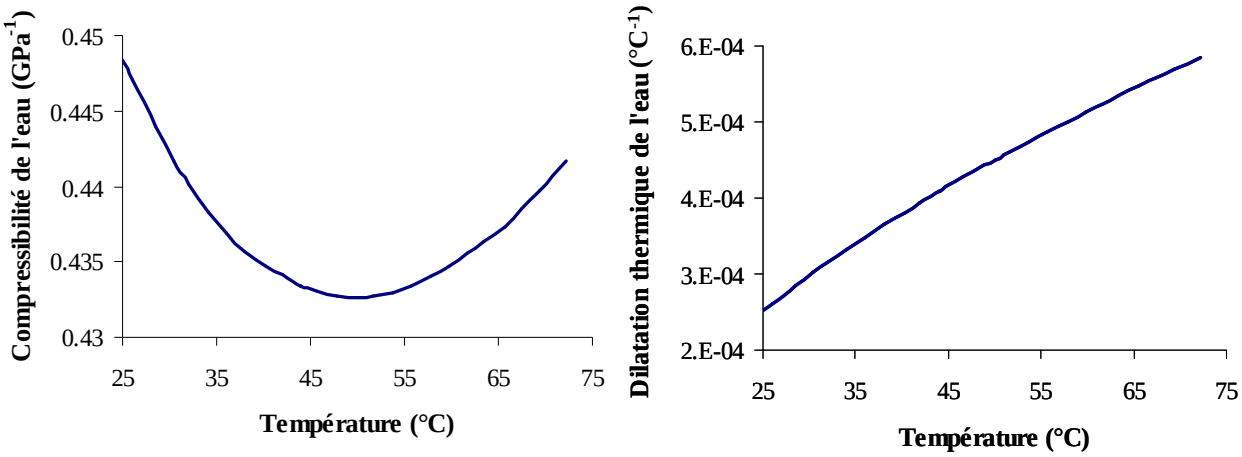


***Figure 3-12*: Pression de pore de système de drainage pendant l'essai chauffage refroidissement, comparaison des valeurs mesurées et calculées en utilisant $\alpha_L = 5\times 10^{-5}$(°C)$^{-1}$.**

Dans cette cellule, l'eau de remplissage du système de drainage est la même que l'échantillon, α_w et C_w sont la dilatation thermique et la compressibilité de l'eau, ces paramètres sont connus comme les fonctions de la température (Spang, 2002) qui est montré dans la Figure 3-13.



(a) *(b)*

Figure 3-13 : (a) La dilatation thermique et (b) La compressibilité de l'eau en fonction de la température (Spang, 2002).

3.2.3. Cellule Triaxiale à Cylindre Creux

Afin d'étudier le comportement THM des roches argileuses peu poreuses de faible perméabilité en incluant l'étude de l'endommagement, une cellule triaxiale à cylindre creux (diamètre extérieur 100 mm, diamètre intérieur 60 mm) d'un type nouveau a été développée dans le cadre du projet européen TIMODAZ (Monfared et al., 2011). Ce système a été repris dans le cadre des programmes de l'ANDRA et le développement des deux cellules a été conduit en parallèle pendant la réalisation de cette thèse et de celle de M. Monfared (Monfared, 2011).

Ce système (Figure 3-14) permet l'application des mêmes sollicitations qu'un système triaxial classique (les pressions totales appliquées à l'intérieur et à l'extérieur du cylindre creux sont égales) mais il présente plusieurs avantages, sachant que les faces intérieures et extérieures du cylindre creux sont drainées par des géotextiles. Ce système permet :

- de réduire significativement la longueur de drainage qui est proche de la demie-épaisseur de l'éprouvette drainée, soit de l'ordre de 10 mm à comparer aux 38 mm des échantillons classiques drainés par le haut et le bas. En réduisant ainsi la longueur de drainage d'un rapport proche de 4, on peut estimer obtenir cinétique de l'ordre de 16 fois plus rapide que les essais triaxiaux classiques. Il s'ensuit également une réduction significative des temps de saturation

et une investigation plus efficace car plus rapide des notions de comportement drainé, non drainé et des propriétés poro-mécaniques de la roche ;

- une mesure précise des déformations par mesures locales axiales et radiales sur le tiers central de l'éprouvette à distance des effets de bord dont l'effet se retrouve réduit ;

- une mesure couplée endommagement-perméabilité par une mesure de la perméabilité radiale (distance à traverser de 20 mm) de l'épaisseur du cylindre creux au niveau du tiers central d'une éprouvette cisaillée Cette mesure est réalisée à l'aide de deux contrôleurs pression-volume contrôlant respectivement les pressions dans le cylindre intérieur et dans le volume externe de la cellule. Il est prévu que l'apparition des fissures soit détectable par un changement net dû à la création et au développement de la perméabilité de fissures.

- d'imposer des conditions de température contrôlée entre 20 et 100 °C selon les techniques déjà mises en œuvre au CERMES (Sultan et al., 2002).

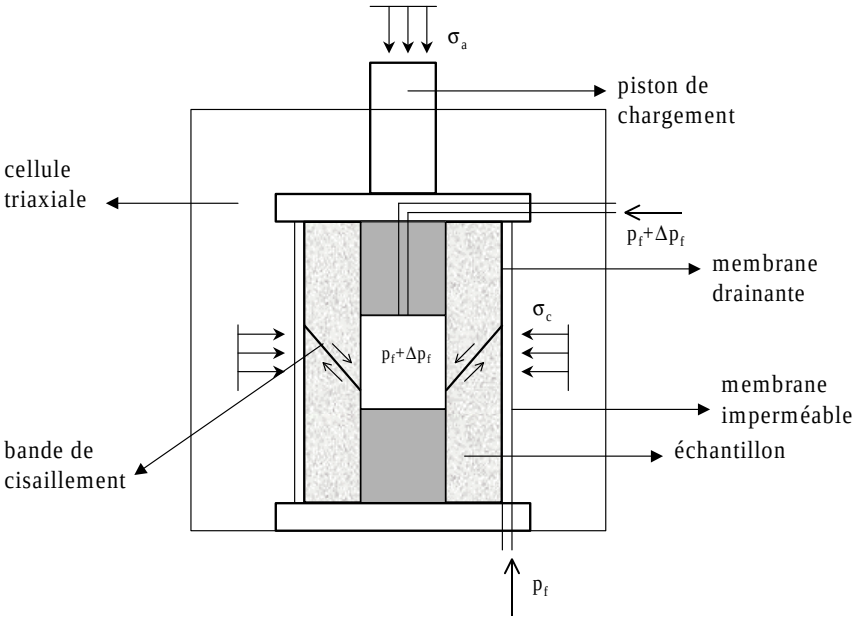


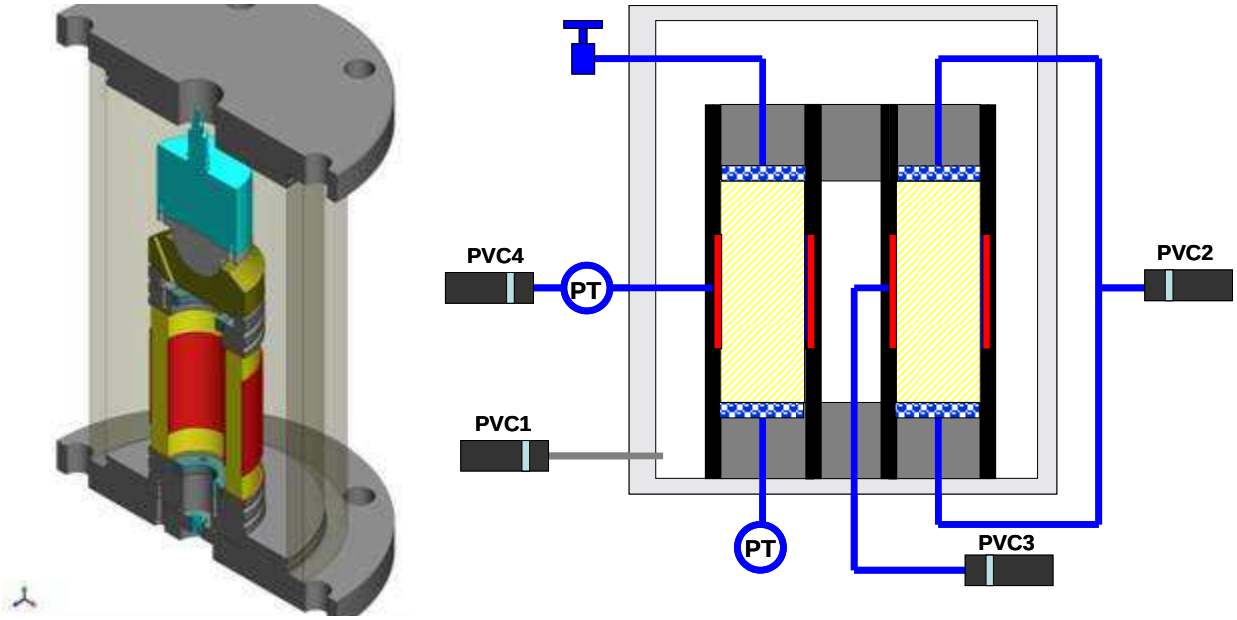
Figure 3-14 : Principe de l'appareil triaxial à cylindre creux.

Alors que le système TIMODAZ est placé sur une presse triaxiale de 25 T qui permet l'application des efforts déviatoriques, il a été nécessaire de développer pour le système ANDRA un système déviatorique hydraulique autonome non compensé mû par un CPV.

3.2.3.1. Dispositif expérimental

Le principe général de la cellule est présenté sur le schéma de la Figure 3-15a où l'on observe en rouge les deux géotextiles drainants qui permettent de réaliser des essais de perméabilité en cours de cisaillement pour l'étude des couplages perméabilité-endommagement. Les pressions sont appliquées à l'aide de contrôleurs pression-volume

(CPV) et les déformations mesurées localement par un système de LVDT permettant des mesures locales. Le système de thermostatisation (de 25° à 80°C) se fait à l'aide d'une résistance électrique placée autour de la cellule de confinement. Il est contrôlé par une mesure par thermocouple de la température dans le fluide de confinement qui permet l'asservissement en température. Un aspect délicat du système a été la mise au point des embases supérieures et inférieures qui doivent permettre d'assurer la fixation des membranes néoprène internes et externes de façon étanche. Les connexions des géotextiles intérieurs et extérieurs et leur tenue sous forte contrainte ont posé également des problèmes techniques difficiles.



(a) *(b)*

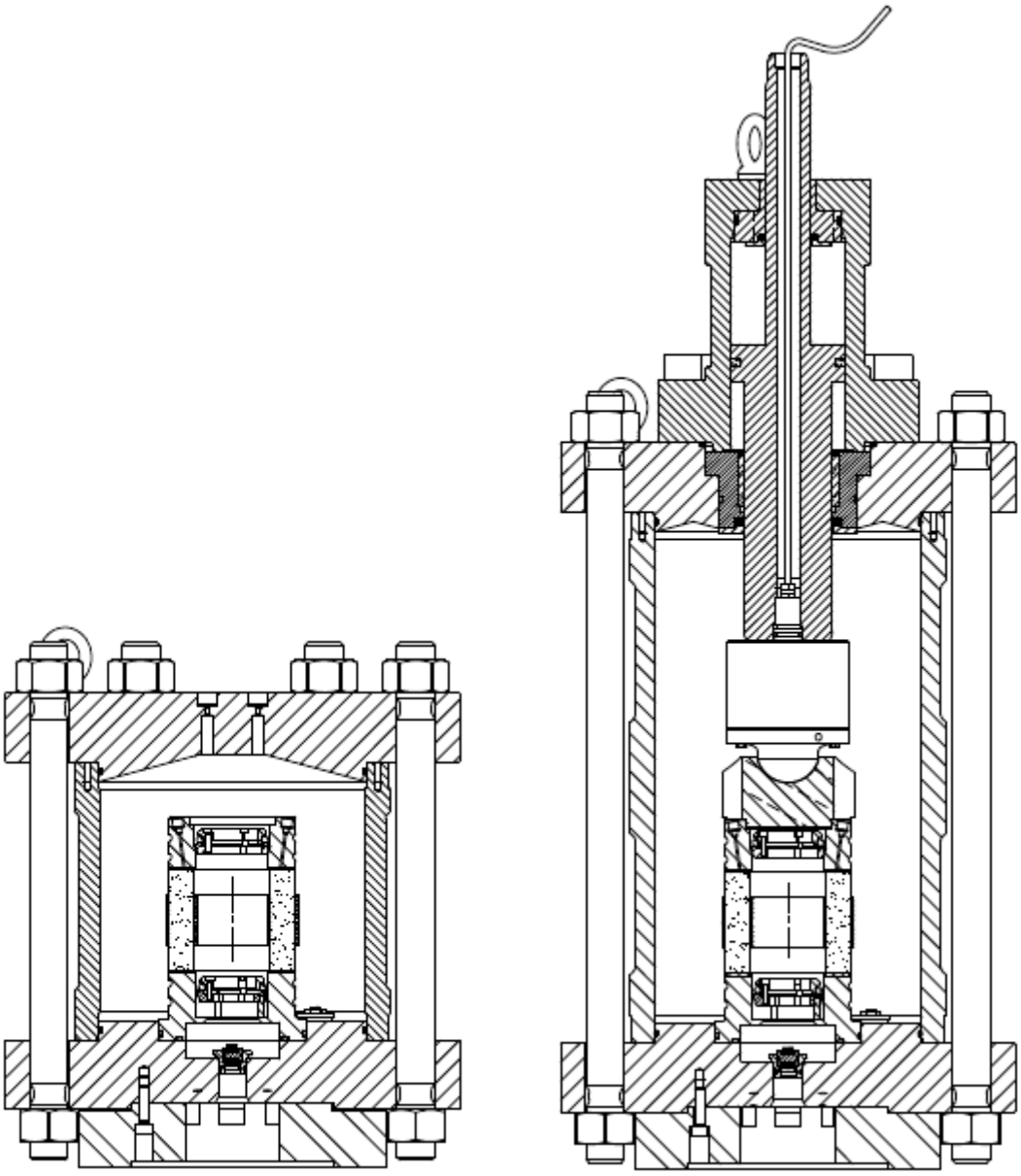
Figure 3-15 : Schéma de la cellule triaxiale à cylindre creux.

Ce dispositif expérimental se constitue des parties suivantes :

1) la cellule triaxiale ;
2) le système d'application de pression par 5 CPV (3 CPV de contre pression, un CPV de pression de confinement, un CPV de pilotage de piston déviatorique) (Figure 3-15b) ;
3) le système de mesure de la déformation locale ;
4) le système de connexions latérales ;
5) le système d'acquisition.

La Figure 3-16 montre en coupe le schéma du dispositif. Ce dispositif est utilisé avec deux embases supérieures différentes :

- une embase supérieure simple destinée à la réalisation d'essais isotropes (Figure 3-16a) développée et utilisée dans un premier temps pour des raisons de simplicité ;
- une embase supérieure développée spécifiquement pour le projet ANDRA avec un système de piston hydraulique permettant l'application d'un déviateur à l'aide de la pression appliquée par un CPV. Ce système, dont la réalisation et la mise en œuvre ont été plus longues et problématiques que prévu, n'a finalement pu être efficace qu'en début d'année 2011.



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

Figure 3-16 : Coupes schématiques du dispositif à cylindre creux; (a) cellule isotrope ; (b) cellule triaxiale équipée de piston piloté par CPV.

On présente plus en détail quelques parties de la cellule qui ont été spécifiquement conçus pour l'échantillon cylindre creux.

Embase de la cellule :

La Figure 3-17 montre les détails de l'embase inférieure avec les nombreux conduits destinés au contrôle des pressions et débits de fluide dans les différents espaces cylindriques ainsi qu'à la transmission des signaux électriques relatifs à la mesure des déformations locales. Deux circuits de pression de confinement à l'intérieur et à l'extérieur de l'échantillon (1), deux circuits de contre pression reliant le bas de l'échantillon et CPV (2), deux circuits de contre pression reliant le haut de l'échantillon et CPV (3), deux circuits reliant le géotextile à la paroi intérieur de l'échantillon et CPV (4), deux circuits reliant le géotextile à la paroi extérieur de l'échantillon et CPV (5), les connections électriques (6), la sonde de température(7), la soupape de rupture (8) sont situées dans cette embase. Un des deux orifices des circuits (1), (2), (3), (4) et (5) servent à la saturation des circuits et aussi en cas nécessaire un capteur de pression peut être ajouté à un des orifices.

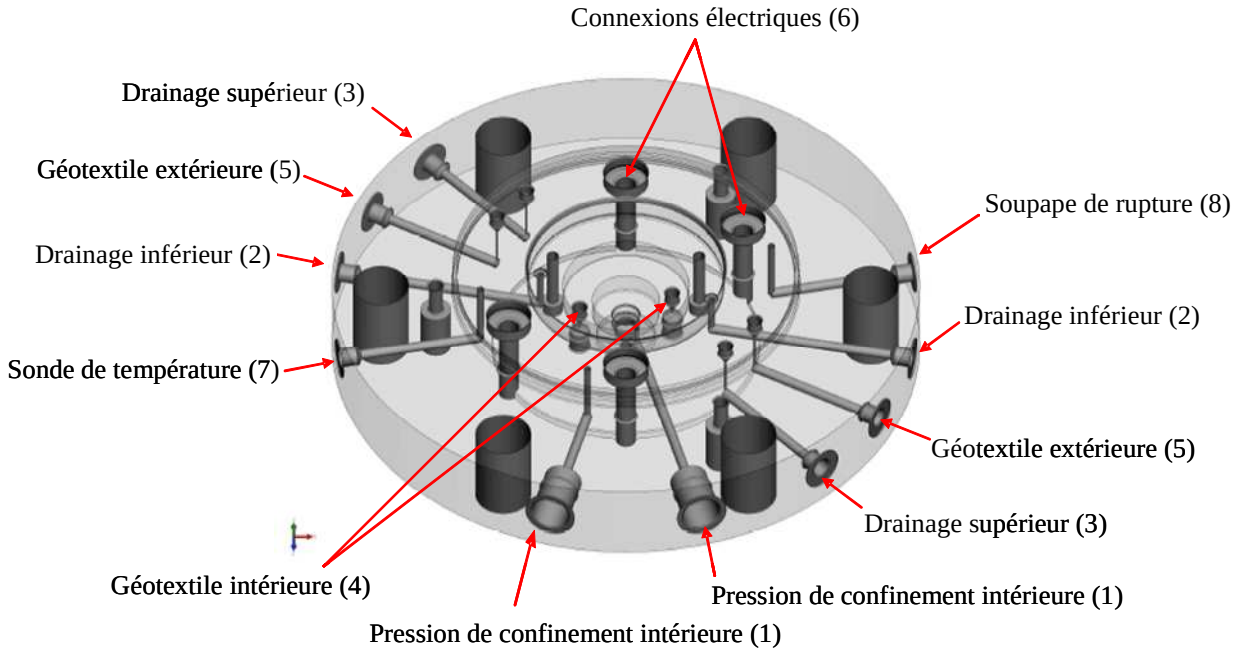
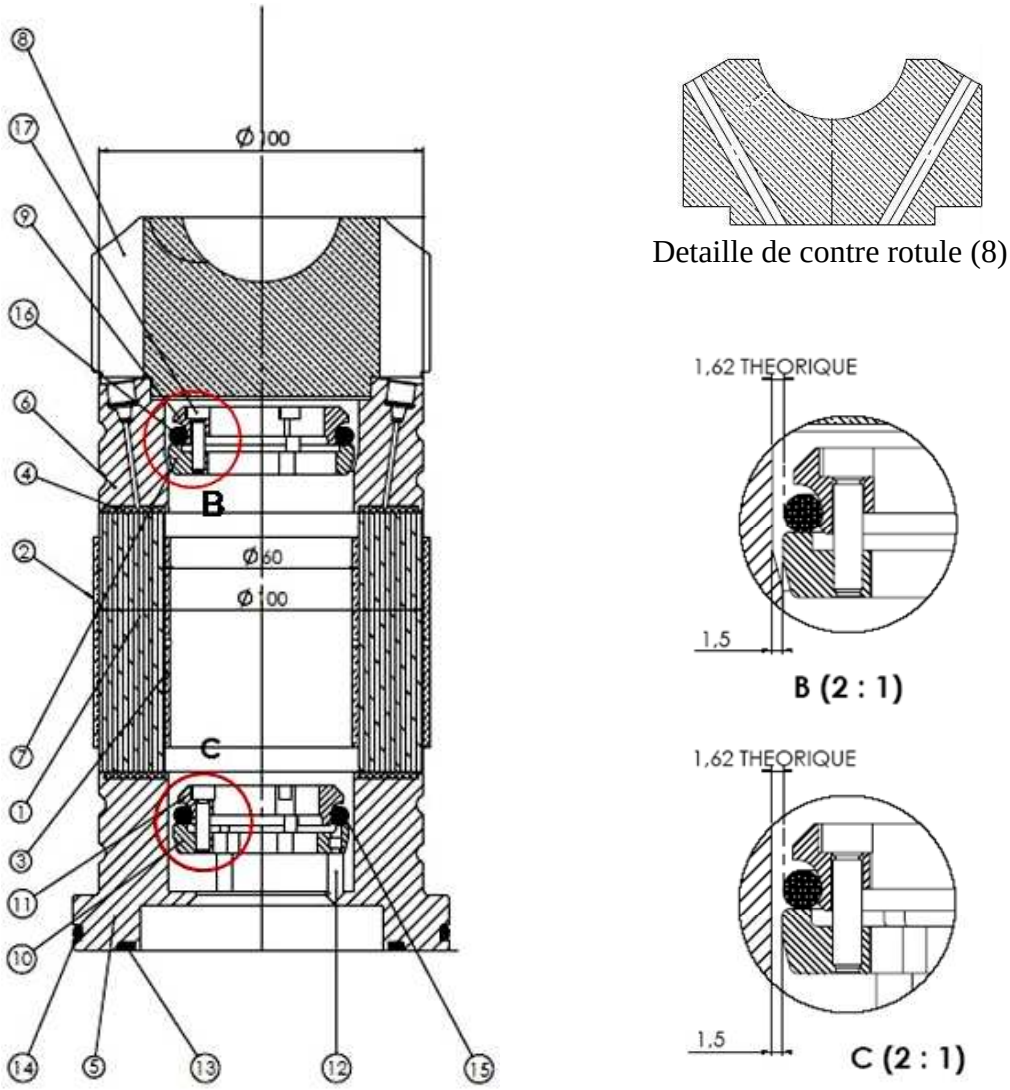


Figure 3-17: Embase inférieure de la cellule avec toutes les connexions.

Chambre de confinement :

Sur la Figure 3-18a on observe l'intérieur de la chambre de confinement, montrant l'échantillon cylindrique creux qui repose entre l'embase inférieure (5) et l'embase supérieure (6). Afin de connecter l'échantillon au circuit de contre pression, deux pierres poreux creuses (4) sont placées entre l'échantillon et les deux embases (Figure 3-19).



(a) *(b)*

Figure 3-18: (a) Schéma de l'intérieur de chambre de confinement ; (b) Coupe des écarteurs de la membrane intérieure.

Figure 3-19 : Pierre poreuse creuse.

Deux membranes imperméables de néoprène de 1,2mm d'épaisseur et de 100mm et 60 mm de diamètre assurent l'isolation de l'échantillon vis à vis du fluide de confinement. Quatre joints toriques (deux en haut et deux en bas de l'échantillon) sont utilisés afin de fixer la membrane extérieure. La mise en place (délicate) et l'étanchéité au niveau de la membrane

intérieure sont permises par un système de type presse-étoupe développé au CERMES : ce système est constitué de deux écarteurs avec un joint torique dans chaque écarteur (9,11) ; le serrage des trois vis (17) dans chaque écarteur établit un contact complet entre la membrane intérieure et les joints toriques. Les détails de ce système sont présentés dans les coupes B et C de Figure 3-18b.

Mesure locale de déformation par LVDTs :

Les déformations de l'échantillon sont mesurées par un système de mesures locales constitué de deux LVDT axiaux et de quatre LVDT radiaux, installés sur un système de trois anneaux parallèles. Les capteurs LVDT sont adaptés pour les essais haute pression et haute température. Les capteurs radiaux sont en contact avec la membrane au milieu de l'échantillon et quatre ressorts installés sur les anneaux assurent un contact parfait entre l'échantillon et la membrane. La mesure de la déformation axiale est basée sur le principe de déformation proportionnelle du premier et troisième anneau. La mise en place (délicate) des capteurs radiaux et axiaux est montrée sur la Figure 3-20. Ces LVDTs fonctionnent correctement dans l'huile qui sera utilisée comme fluide de confinement.

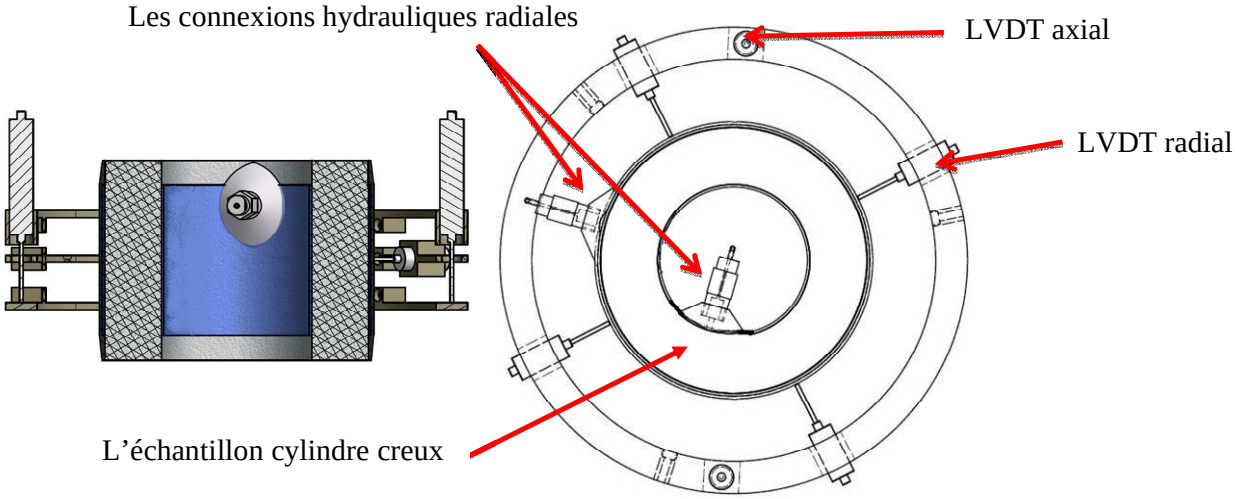


Figure 3-20: Système de LVDTs axiaux et radiaux.

Les caractéristiques des LVDTs axiaux et radiaux sont récapitulées dans le Tableau 3-3 :

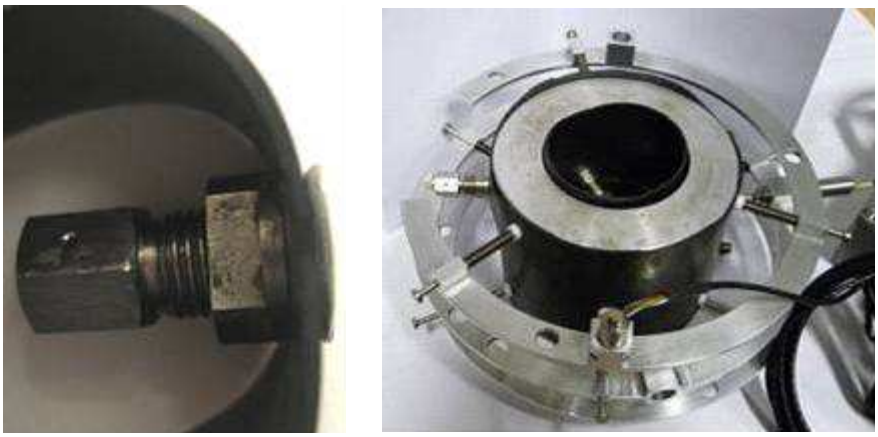
Tenue spéciale haute pression (MPa)	3
Pression maximale admissible (MPa)	7
Etendue de mesure (mm)	+/- 6.35
Diamètre extérieur (mm)	9.5

Tableau 3-3: Caractéristiques de capteur de déformation (LVDT).

Connexions hydrauliques radiales :

Les connexions hydrauliques permettant le raccordement des géotextiles intérieurs et extérieurs du cylindre creux au CPV ou à un capteur de pression en assurant l'étanchéité vis-à-vis du fluide de confinement sont présentées en Figure 3-21a (connexion intérieure). Leur mise au point a été confrontée à des problèmes de poinçonnement de membrane à haute pression qui a imposé d'ajuster leur forme en respectant la courbure de l'éprouvette. Un système d'écrou permet de traverser la membrane néoprène en la comprimant afin d'assurer l'étanchéité.

Sur la Figure 3-21b on observe l'ensemble de système des LVDTs et des connexions hydrauliques radiales installés sur un échantillon métallique, L'anneau supérieur de système des LVDTs est coupé afin de mettre en place de connexion hydraulique radiale à l'extérieur de l'échantillon.



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

Figure 3-21 : (a) Connexion hydraulique radiale intérieure ; (b) Système de LVDTs installées sur un échantillon métallique.

Générateur de la pression :

Deux types de contrôleurs de la pression de volume (CPV) sont utilisés afin d'appliquer la pression de confinement (haute pression), la contre pression (basse pression) et de piloter le piston déviatorique. Les caractéristiques de ces CPVs sont présentées dans les Tableau 3-4, Tableau 3-5 et Tableau 3-6 .

Gamme de pression	4 MPa
Capacité volumique	200 000 mm3
Résolution en pression/volume	2 kPa /1 mm3
Commande Par clavier et afficheur LCD (ou interface RS-232 pour le pilotage et le transfert des paramètres)	

Tableau 3-4: Spécifications des CPV de contre pression.

Gamme de pression	64 MPa
Capacité volumique	200 000 mm3
Résolution en pression/volume	15 kPa/1 mm3
Tolérance de pression Erreur caractéristique	64 kPa + 0,05% valeur mesurée
Erreur environnementale	0,025%/°C valeur mesurée
Tolérance de volume Erreur caractéristique	0,25% valeur mesurée
Erreur environnementale	0,02%/°C + 0,2%/MPa volume d'eau dans le cylindre
Commande par clavier et afficheur LCD (ou interface IEEE-488)	

Tableau 3-5 : Spécifications du GDS à haute pression à fin d'appliquer la pression de confinement.

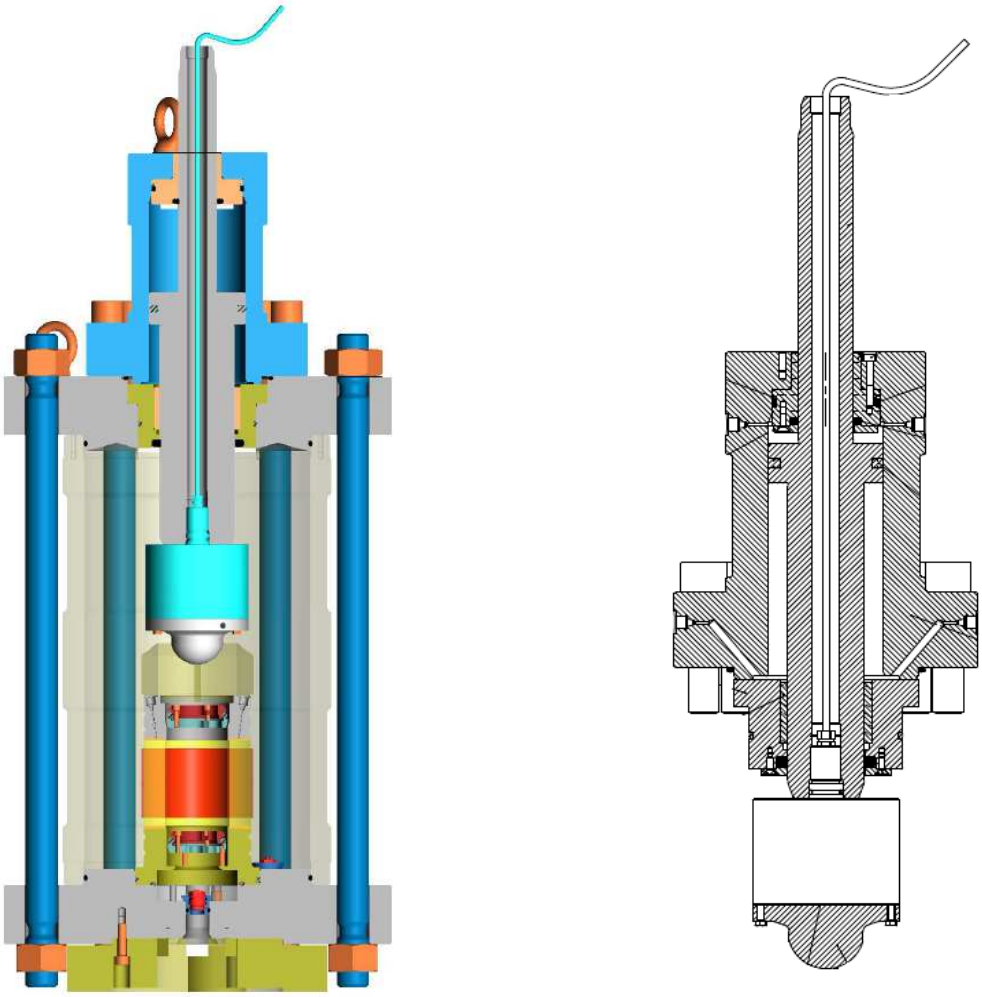
Afin de piloter le piston déviatorique par le CPV un type nouveaux de CPV (Wille Geotechnics) a été utilisé (Tableau 3-6).

Gamme de pression	30 MPa
Capacité volumique	250 000 mm^3
Résolution en pression/volume	1 kPa /1 mm^3
Commande par PC et afficheur LCD (ou interface RS-232)	

Tableau 3-6 : Spécification du CPV (Wille Geotechnics) de pilotage du piston déviatorique.

Piston déviatorique piloté par le CPV :

Afin de réaliser les essais déviatoriques, on a développé un système de piston intégré présenté en Figure 3-16a. Le piston est activé hydrauliquement par un CPV (Wille) et l'effort qu'il applique sur l'éprouvette est repris par les tirants de la cellule, permettant à la cellule d'être autonome sans nécessité d'utiliser une presse. La capacité maximale est de 320 kN correspondant à une contrainte maximale de 64 MPa sur une éprouvette de 5027 mm^2.



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

Figure 3-22 :(a) La cellule triaxiale avec le piston piloté par le CPV ; (b) Le détaille du piston déviatorique piloté par le CPV.

Thermostatisation par la résistance chauffante :

La thermostatisation est effectuée par une résistance chauffante entourée autour de la cellule de confinement. La chaleur émise par la résistance est transmise par la cellule métallique au fluide de confinement et à l'échantillon. Le système est isolé thermiquement par une enveloppe isolante placée autour de la cellule. Un tel système dans lequel la régulation se fait par thermocouple mesurant la température du fluide de confinement dans la cellule a été utilisé avec succès sur des cellules triaxiales thermiques classiques (Sultan et al. 2002). La bonne qualité de cette régulation est attestée par la courbe de la Figure 3-24 qui montre une stabilisation et un contrôle autour de la consigne de 70°C avec une précision de 0,1°C.

Etanchéité du système en haute pression et haute température

Les essais d'étanchéité de la cellule ont été réalisés sur un échantillon métallique. La courbe de la Figure 3-24 montre une bonne étanchéité sous 7 MPa et 70 °C. Le fonctionnement de la cellule s'avère satisfaisant, même sous les pressions et les températures plus élevées.

On a observé que l'étanchéité de certaines valves de connexion à la cellule du CPV de contre pression diminuait avec l'augmentation de température, en particulier au-dessus de 50°C. Ce point n'est pas gênant pour la réalisation des essais drainés, mais il a empêché de fournir une condition non-drainée satisfaisante en température élevées. Une solution serait peut-être de thermostater ces valves, qui sont extérieures à la cellule, pour les maintenir à une température où leur fonctionnement est satisfaisant.

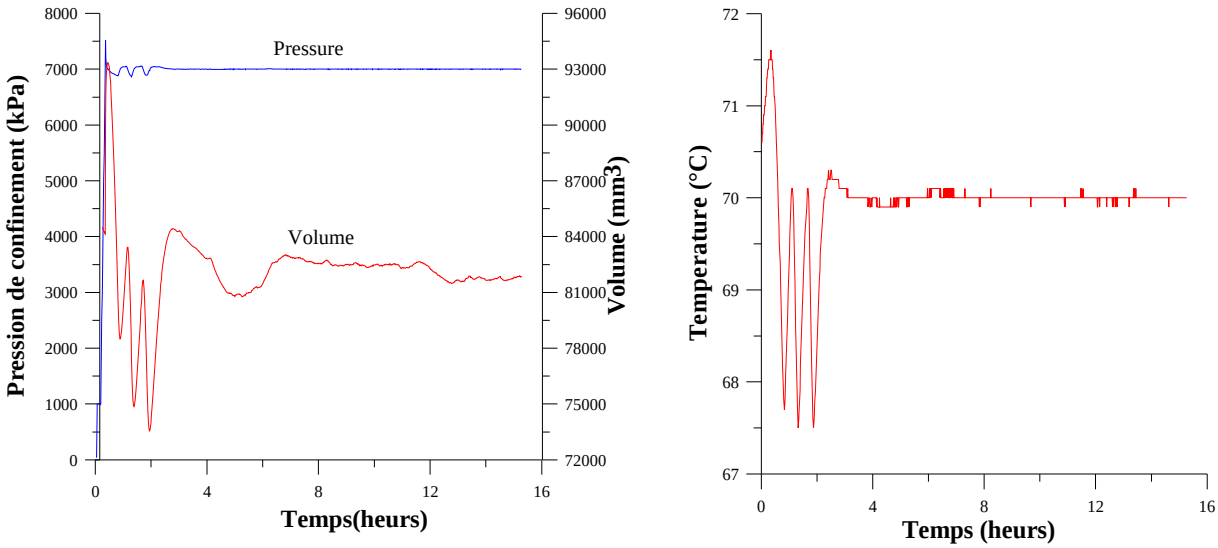


Figure 3-23 : Cellule à cylindre creux : test d'étanchéité sous pression de 7 MPa.

Système d'acquisition :

Tous les données sont transmises par deux ports série RS232 à l'ordinateur et l'acquisition des donnés fait par la programme Labview. Le schéma général de poste du dispositif triaxial à cylindre creux avec toutes les connectiques est présenté sur la Figure 3-24**.**

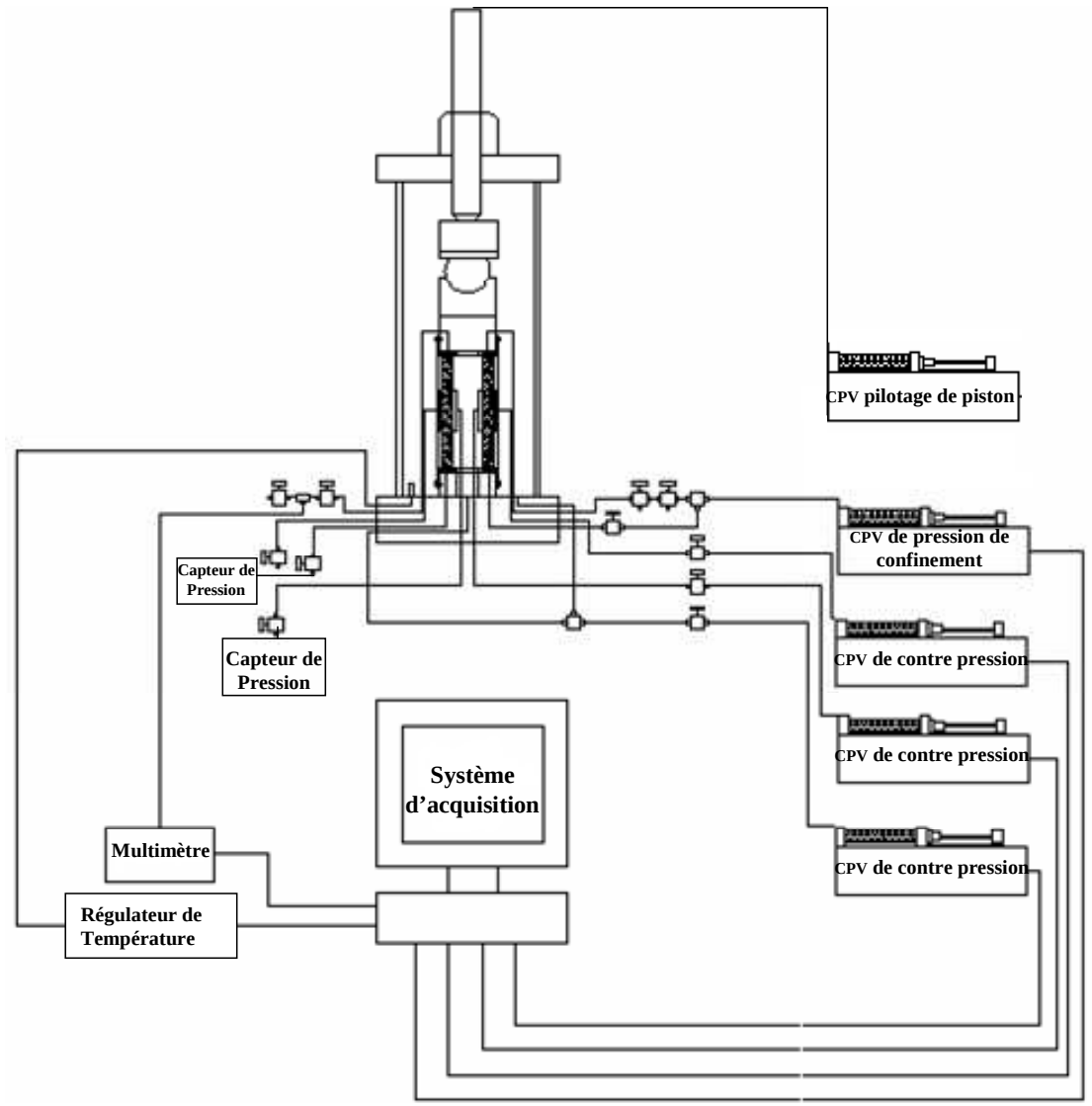


Figure 3-24 : Schéma général du dispositif triaxial à cylindre creux avec toutes les connexions.

3.2.3.2. Préparation de l'éprouvette cylindrique creuse

L'éprouvette est confectionnée à partir des carottes fournies par l'ANDRA de diamètre extérieur proche de 100 mm, qui est conservé. La carotte est tout d'abord taillée manuellement à la longueur voulue à la scie de métaux et la rectification des surfaces planes est faite manuellement au papier de verre en vérifiant le parallélisme des faces par un niveau en différents points (Figure 3-25).

Pour réaliser le cylindre intérieur de l'éprouvette cylindrique, le tronçon de carotte est tout d'abord placé dans un système de confinement spécialement développé et présenté en Figure 3-26. Le cylindre intérieur est réalisé avec une carotteuse diamant à l'air comprimé de diamètre 60 mm, comme indiqué en Figure 3-27. Ce système présent l'inconvénient de désaturer l'échantillon et des dispositions ont été prises pour minimiser cette désaturation

(réduction du débit d'air, humidification de l'air par un pulvérisateur placé loin de l'échantillon).

Figure 3-25 : Taille et rectification de l'éprouvette

Un système de confinement spécial, dont on présente une photo en Figure 3-26, a été développé. Il possède un système d'ajustement à vis permettant d'enserrer précisément une éprouvette cylindrique de 100 mm de diamètre.

Figure 3-26: Système de confinement spécial de l'éprouvette cylindrique creuse.

Figure 3-27: Réalisation du cylindre intérieur au carottage diamant.

Finalement, la Figure 3-28 montre un échantillon cylindrique creux réalisé avec l'argilite du COx.

Figure 3-28: Echantillon cylindrique creux de l'argilite du COx.

3.2.3.3. Mis en place de l'échantillon

La mise en place de l'échantillon cylindrique creux s'est révélée être une opération délicate et longue durant deux jours. Les connexions hydrauliques (Figure 3-29a) sont fixées sur la cellule et à la membrane intérieure (Figure 3-29b, c) qui est placée dans l'embase inférieure et fixée par l'écarteur inférieur (Figure 3-29d). Le géotextile et le papier filtre sont ensuite placés autour de la membrane intérieure (Figure 3-29e) et la pierre poreuse et le papier filtre sont mis sur l'embase inférieure (Figure 3-29e) ; l'échantillon est ensuite installé sur l'embase inférieure (Figure 3-29f).

Le géotextile et le papier filtre extérieur sont fixés sur l'échantillon (Figure 3-29f), la membrane extérieure est placée autour de l'échantillon et le système de LVDTs est mis en place (Figure 3-30a).

(a)

(b)

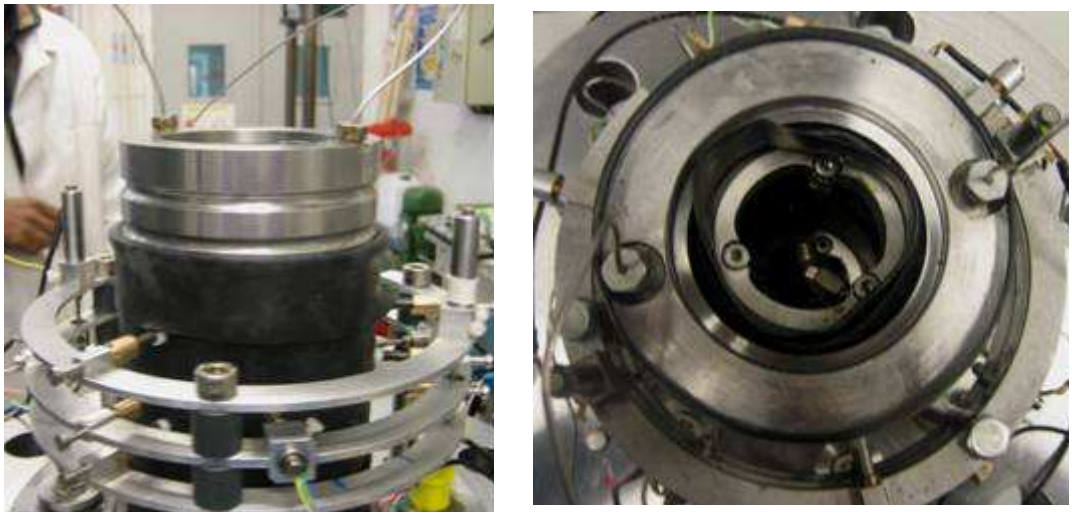
(c)

(d)

(e) ***(f)***

Figure 3-29 : Etapes de mise en place de l'échantillon sur l'embase inférieure.

Ensuite le papier filtre et la pierre poreuse supérieure et l'embase supérieure sont placées sur l'échantillon (Figure 3-30a) et l'écarteur supérieur est installé dans la membrane intérieure (Figure 3-30b).



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

Figure 3-30 : la mis en place de l'embase supérieure et les LVDTs.

Finalement les joints toriques sont placés sur la membrane extérieure et les écarteurs sont serrés pour plaquer les membranes sur les embases supérieure et inférieure (Figure 3-30b).

On observe sur la Figure 3-31 l'échantillon et le système de LVDTs installés sur l'embase inférieure.

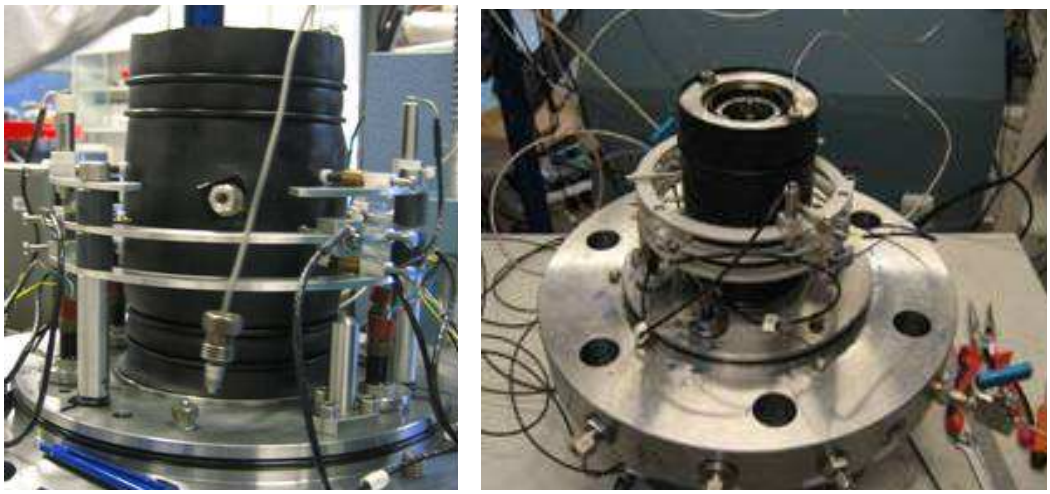
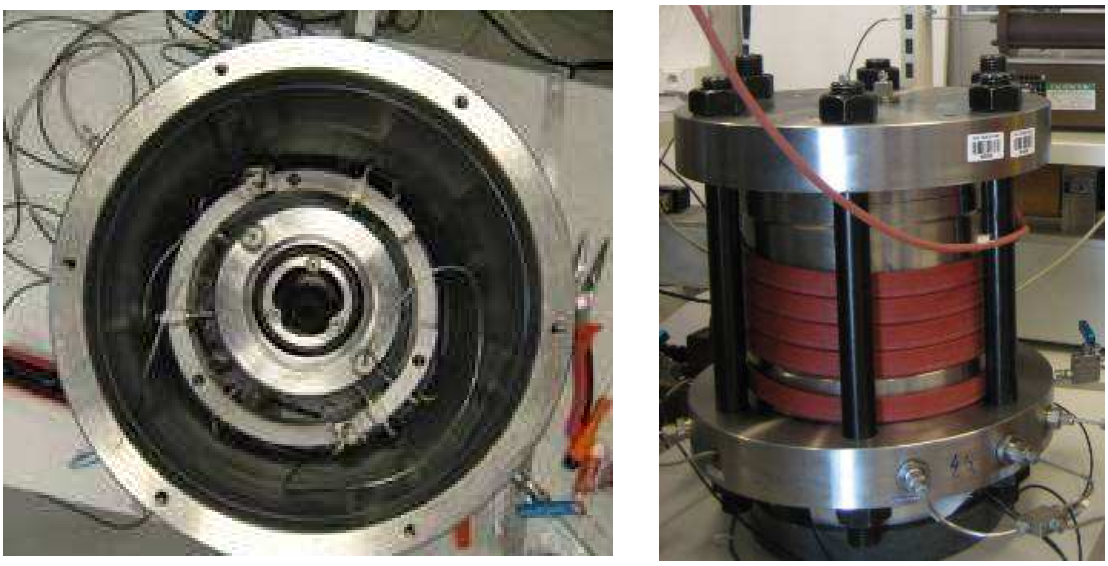


Figure 3-31: Mise en place de l'ensemble de l'échantillon et les LVDTs sur l'embase inférieure.

3.2.3.4. Montage de la cellule

Après la mise en place de l'échantillon et des capteurs LVDTs, le cylindre de confinement (type isotrope : diamètre: 210 mm, hauteur : 220 mm, poids: 21 kg ; type triaxiale : diamètre: 210 mm, hauteur: 420 mm, poids: 42 kg) est mis en place et l'huile de confinement versée (Figure 3-32a). On enlève des bulles d'air adhérées sur la membrane ou piégées au niveau des joints afin de minimiser le piégeage d'air dans la cellule et l'embase supérieure (poids: 2,2kg) est placée et les six tirants haute résistance sont mis en place et serrés. Le remplissage de la cellule est complété et la vis de purge fermée.



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

Figure 3-32 : (a) Echantillon, LVDTs, cylindre et fluide de confinement ; (b) Assemblage final.

Afin d'éviter les effets dus aux variations de température de la salle (et également de pouvoir réaliser des essais en température), la résistance chauffante est placée autour de l'enceinte (Figure 3-32b).

3.2.3.5. Essai d'étalonnage

Pour permettre des mesures précises en conditions non drainées, il est nécessaire d'évaluer, à travers un essai d'étalonnage en pression réalisé avec un échantillon métallique, les effets parasites dus au système de drainage (ensemble eau et métal). Ces essais d'étalonnage ont été effectués en collaboration avec M. Monfared dans la cellule analogue développée dans le cadre du projet TIMODAZ (Monfared et al., 2011). On présente ici le principe de l'essai et les valeurs obtenues.

Avant l'installation de l'échantillon métallique, tous les circuits sont vidés à l'air comprimé, l'ensemble des connexions hydrauliques radiales, les géotextiles et les membranes sont installés à l'intérieur et l'extérieur de l'échantillon métallique et l'air est évacué par une mise sous vide de l'ensemble.

Pour mesurer le volume de chaque partie du système de drainage, une pression de confinement de 12MPa est appliqué sur l'échantillon et chaque partie est connectée à un CPV de contre pression. L'eau est injectée sous une pression de 4MPa à chaque partie et le volume correspondant est estimé a partir de la variation de volume du CPV. En considérant la géométrie et la porosité de la pierre poreuse et du géotextile (respectivement égales à 0,22 et 0,3), on estime le volume d'eau nécessaire pour leur saturation. On présente dans le Tableau 3-7 les volumes des pierres poreuses supérieure et inférieure, des deux géotextiles intérieur et extérieur et des circuits.

Drainage	$V_{drainage}$ (mm^3)	$V_{élément\ porous}$ (mm^3)	Porosité	$V_{circuit}$ (mm^3)
Inférieur (métallique)	13934	10053	ϕ_p=0,22	11722
Supérieur (métallique)	8975	10053		6763
Extérieur (géotextile)	7100	5654	ϕ_g=0,3	5403
Intérieur (géotextile)	3500	4241		2228

Tableau 3-7 : Volumes des différentes parties du système de drainage.

La compressibilité drainée du système de drainage est trouvée par réaliser un essai de compression isotrope sur un échantillon métallique, en négligeant la compressibilité de l'échantillon métallique la variation de volume de CPVs de contre pression donne la compressibilité drainée du système de drainage. La réponse d'échange d'eau des éléments poreuses pendant l'essai de compression drainée pour les deux pierres poreuses et les deux géotexiles , dont C_{dg}=9,33 GPa^{-1} de la compressibilité drainée des géotextiles et C_{dp}=1,2 GPa^{-1} de la compressibilité drainée de pierres poreuses (Monfared et al., 2011).

Afin de trouver la compressibilité des circuits, un CPV de contre pression est connecté aux deux drainages en haut et en bas de l'échantillon par un T-robinet, ensuite la contre pression est augmentée, la variation de volume de CPV (ΔV_{dr}) est égale à la variation de volume du système de drainage du à la compression des circuits et la compression des pierres poreuses et la compression d'eau.

$$\Delta V_{dr} = C_L V_{Lp} \Delta u + C_w (V_{Lp} + \phi_p V_p) \Delta u + C_{dp} V_p \Delta u \qquad \textbf{(3-5)}$$

Où le volume total des deux pierres poreuses est V_p, le volume total des deux géotextiles est V_g et le volume total des circuits est V_L (Connecting Lines) ainsi que V_{Lp} signifie le volume des circuits en contact avec la pierre poreuse. Alors on peut en déduit la compressibilité du circuit (C_L) :

$$C_L = \frac{\Delta V_{dr} - C_w (V_{Lp} + \phi_p V_p) \Delta u - C_{dp} V_p \Delta u}{V_{Lp} \Delta u} \qquad \textbf{(3-6)}$$

Etant donné que tous les circuits sont de même type et de même matériaux donc on peut utiliser cette compressibilité trouvée pour tous les conduits. La valeur estimée de C_L =0,32 GPa^{-1}.

On a vérifié les paramètres de compressibilité du système de drainage par un essai de compression non drainée effectué sur l'échantillon métallique, ou le coefficient de Skempton de chaque élément poreux ($B^{mes}=\Delta u_{element\text{-}poreux}/\Delta\sigma$) a été mesuré, dont 0,92 pour le géotextile et 0,52 pour la pierre poreuse.

En considérant □=*0*, $C_d=C_s$ pour l'échantillon métallique, le coefficient de Skempton de chaque élément poreux a été ainsi calculé théoriquement à partir de l'équation (2-32) présentée en chapitre 2 et à l'aide des paramètres du système de drainage, les valeurs calculées et mesurées sont bien compatibles qui confirme la validité des paramètres du système de drainage trouvées par l'essai d'etalonnage. (La méthode est expliquée plus précisément en Article Monfared et al. (2011) en annexe).

Afin d'estimer les paramètres thermiques de β et α_L du système de drainage, un essai de chauffage non-drainé a été réalisé sur l'échantillon métallique, pendant cet essai la température a été élevée de 27°C à 45°C et la pression interstitielle a été surveillée par un capteur de pression connecté à la pierre poreuse inferieure, la surpression interstitielle peut être estimé théoriquement par l'équation (2-38) (Chapitre 2) , dans cet essai $\square=0$, $C_d=C_s$ pour l'échantillon métallique et étant donné que la pierre poreuse est le géotextile ne sont pas reliés, alors la surpression mesurée par le capteur est seulement affectée par la pierre poreuse inferieur et le circuit entre le CPV et cette pierre poreuse, alors la surpression engendrée en pierre poreuse inferieur peut être calculée par la formule suivante :

$$\Delta u = \frac{V_p \phi_p (\alpha_w - \alpha_{sp}) + V_{Lp} \beta (\alpha_w - \alpha_L)}{V_p (C_{dp} + \phi_p C_w) + V_{Lp} (C_L + C_w)} \Delta T \qquad \textbf{(3-7)}$$

Le coefficient de dilatation thermique de la pierre poreuse est celui de l'acier inoxydable $\alpha_{sp} = 5,2 \times 10^{-5} (°C)^{-1}$, on a estimé $\beta = 0,6$ et $\alpha_L = 20 \times 10^{-5} (°C)^{-1}$ par l'analyse inverse de la réponse du capteur de pression.

Le coefficient de dilatation thermique de géotextile est également de $\alpha_{sg} = 23,1 \times 10^{-5} (°C^{-1})$.

3.3. Phase de saturation

Une difficulté connue des essais sur les argilites de faible porosité est la saturation des éprouvettes, qui peut nécessiter des durées très longues dans le cas d'éprouvettes triaxiales de dimensions classiques à propos desquelles certains essais sont qualifiés de « pseudo-saturés ». Les dispositifs utilisés ici (oedomètre, cellule isotrope et cylindre creux), sont volontairement à chemin de drainage réduits afin d'en permettre une saturation satisfaisante dans des délais raisonnables. On décrit ici en détail les procédures de saturation de la cellule isotrope et du cylindre creux dans lesquelles il est possible d'appliquer une contre-pression et d'effectuer des mesures de coefficient de Skempton. La saturation complète dans la cellule oedométrique est plus difficile à contrôler dans la mesure où l'on ne dispose pas de mesure de pression de pore. Elle sera décrite dans le chapitre consacré à ces essais.

Dans la cellule isotrope comme dans la cellule triaxiale à cylindre creux, la phase de re-saturation a toujours été effectuée sous des conditions de contraintes proches des conditions in situ (12MPa de confinement et 4MPa de contre pression (Wileveau et al. 2006)) afin d'éviter tout gonflement initial dommageable pendant cette phase.

3.3.1. Procédure de saturation

Lors la mise en place de l'échantillon, les circuits et les éléments poreux sont maintenus secs afin d'éviter toute perturbation de l'échantillon qui serait liée à une hydratation et au gonflement engendré. Après montage de la cellule, le système de drainage est sous un vide de 60kPa ; la pression de confinement est augmentée jusqu'à 100kPa et la température jusqu'à 25°C et la pression de confinement est augmentée lentement jusqu'à une pression proche de la contrainte effective institue (8MPa). L'eau interstitielle est alors injectée sous une pression faible de 100kPa. Après stabilisation du volume d'eau injecté, on laisse s'évacuer l'eau quelques minutes d'un côté de système de drainage en évacuant ainsi les bulles d'air piégées dans le système de drainage.

La pression de confinement et la contre pression sont ensuite augmentées simultanément par palier de 500kPa jusqu'à 12MPa de pression de confinement et 4MPa de pression interstitielle et on attend la stabilisation de déformation volumique de l'échantillon et de volume d'eau injecté (V_{in}) pendant la phase de saturation. Les quatre échantillons testés ont été laissés sous une contrainte isotrope de 12MPa et une pression de pore de 4MPa pendant 10 jours.

La Figure 3-33 (V_{in}/V_{sample}) montre la stabilisation du volume d'eau injecté des échantillons EST27396 n°1-iso et EST27396 n°2-iso dans la cellule isotrope. La tendance à la stabilisation intervient au bout de quatre jours, suivie d'un faible débit de volume d'eau injectée relevé par le CPV.

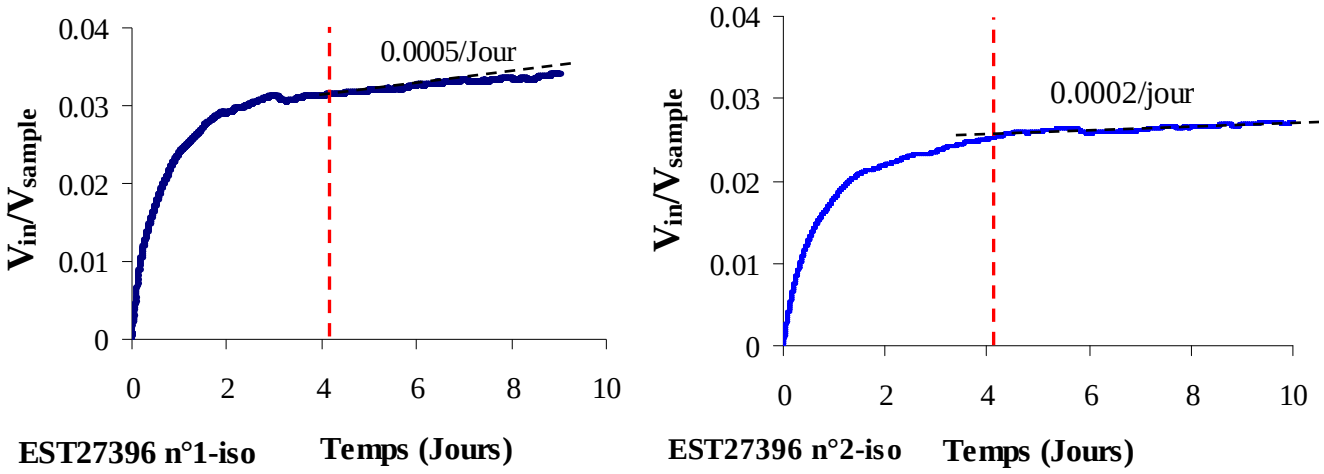
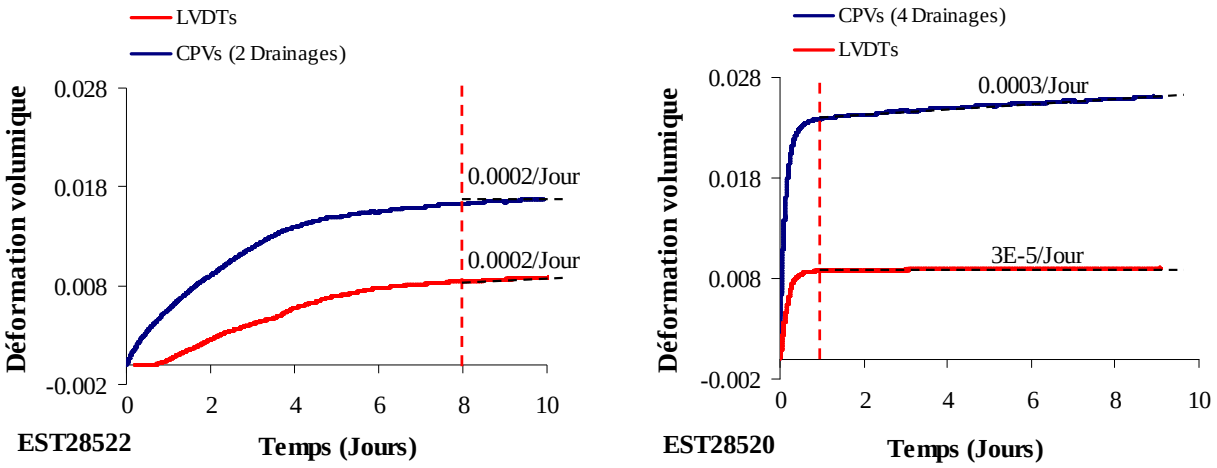


Figure 3-33 : Stabilisation du volume d'eau injecté à l'échantillon; EST28396 n°1-iso et EST28396 n°2-iso.

Dans la cellule à cylindre creux, le premier essai EST28522 a été réalisé avant la mise au point définitive des connections radiales des faces intérieures et extérieures du cylindre creux avec uniquement le drainage par le haut et par le bas.

On observe sur la Figure 3-34a que la stabilisation intervient au but de 8 jours. Pour le deuxième essai EST28520, les connexions radiales internes et externes ont été mises en œuvre.



***(a)** Déformation volumique (LVDTs) et volume d'eau injecté (CPVs) en haut et en bas de l'échantillon ; (Essai N°1, 2 drainages);EST28522.*

***(b)** Déformation volumique (LVDTs) et volume d'eau injecté (CPVs) en haut, en bas, à l'extérieur et l'intérieur de l'échantillon ; (Essai N°2, 4 drainages) ; EST28520.*

Figure 3-34 : Stabilisation de la déformation volumique des échantillons après la saturation : (a)EST28522 ; (b) EST28520.

Comme on l'observe en Figure 3-34b, les quatre drainages en haut et en bas et sur les faces cylindriques intérieures et extérieures de l'échantillon ont permis d'obtenir une durée de saturation beaucoup plus courte que celle du premier essai drainé uniquement en haut et en bas de l'échantillon. La stabilisation des volumes injectés atteinte au bout de 1 jour (contre 8 jours dans l'autre cas) est plus franche. Cette observation est confirmée par les calculs (Monfared et al. 2011) qui montrent qu'un facteur de 7 peut être atteint.

Une fois la saturation complétée, un gonflement proche de 0,8% (mesuré par les LVDTs) est observé pour les deux échantillons.

3.3.2. Vérification de la qualité de saturation

Une fois la saturation complétée, sa qualité est vérifiée par la mesure du coefficient de Skempton B ($B = \Delta u/\Delta\sigma_{iso}$) par un essai de compression non-drainée dans lequel l'incrément de pression de pore Δu engendrée par l'application d'un incrément de pression de confinement $\Delta\sigma_{iso}$ est mesurée à l'aide d'un capteur de pression. Dans le cas des sols saturés, où la compressibilité de la matrice solide est beaucoup plus importante que celle de l'eau (considérée comme incompressible), ce coefficient peut atteindre la valeur de 1, ce qui signifie que l'eau reprend l'intégralité de l'effort appliqué. Dans le cas des roches indurées comme l'argilite du COx, la compressibilité de la matrice solide est proche de celle de l'eau et la valeur de coefficient de Skempton est toujours inférieure à 1, ce qui signifie qu'il y a toujours une partie de l'effort appliqué qui est supportée par la matrice solide.

La vitesse de chargement non drainé a été choisie assez lente afin d'optimiser l'homogénéisation de la pression de pore dans l'échantillon et le système de drainage.

On observe sur les Figure 3-35 a et b la réponse de l'essai de compression non-drainé réalisé sur l'échantillon EST27396 n°1-iso dans la cellule isotrope. La pression de confinement a été soumise à un cycle entre 12 MPa et 15 MPa avec une vitesse de 10 kPa/min. La valeur de coefficient de Skempton mesuré (B_{mes}) est de 0,7.

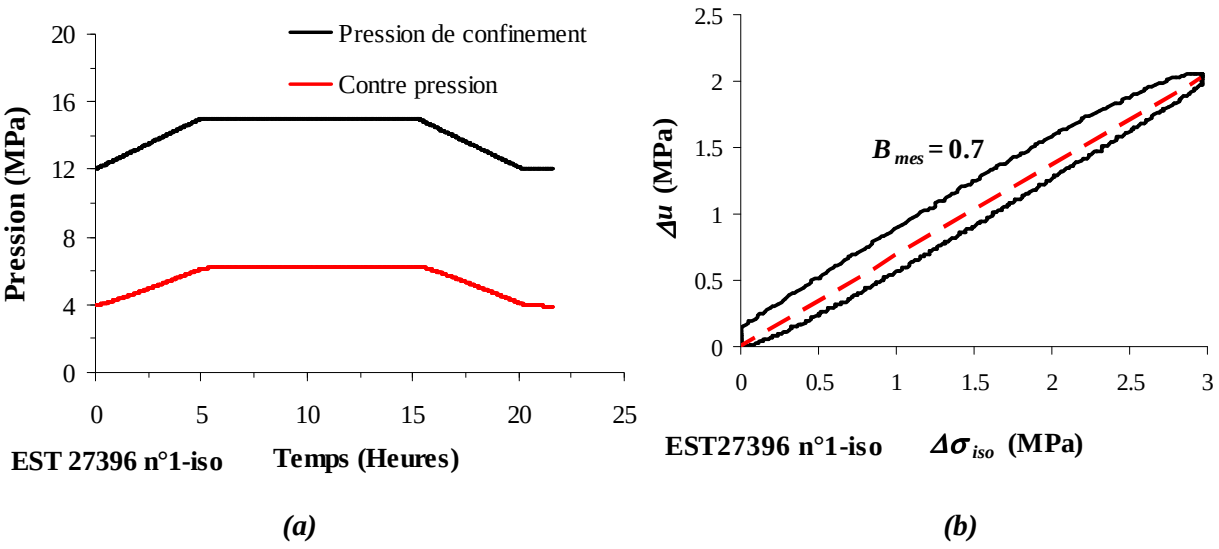
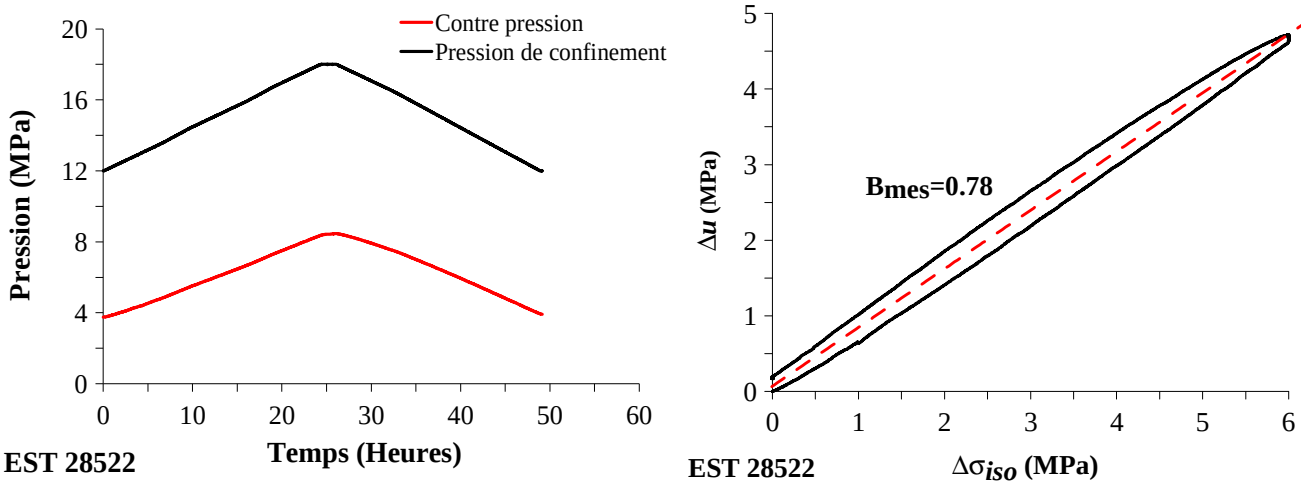


Figure 3-35 : Essai de compression isotrope non – drainée en cellule isotrope : (a) évolution de la pression interstitielle avec le temps ;(b) variation de contre pression avec le confinement.

Sur les Figure 3-36 a et b, on observe la réponse de l'essai de compression non-drainée réalisé sur l'échantillon EST28522 en cellule à cylindre creux (sans drainages latéraux) dans lequel la pression de confinement a été soumise à un cycle entre 12MPa et 18MPa avec une

vitesse de 4 kPa/min. La valeur du coefficient de Skempton mesuré (B_{mes}) est de 0,78, comparable avec celle mesurée précédemment en cellule isotrope.



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

Figure 3-36 : Essai de compression isotrope non – drainée au cylindre creux : (a) évolution de la pression interstitielle avec le temps ; (b) variation de contre pression le confinement.

Ces valeurs de coefficient de Skempton (*B)* doivent être corrigées en considérant la compressibilité du système de drainage déterminée lors des essais d'étalonnage. Une correction a été proposée par Monfared et al. (2011) pour les roches incompressibles et peu poreuses (expliqué dans le chapitre 2 Equation (2-21)), cette correction est plus générale que celle proposée par Bishop (1976) en considérant la compressibilité des éléments poreux qui ont ici un volume poreux important par rapport au volume des pores de la roche. Dans le cas de la cellule à cylindre creux où il y a deux types d'éléments poreux (géotextiles et pierres poreuses), le coefficient de Skempton corrigé est défini par l'équation suivante :

$$B^{cor} = \frac{B^{mes}}{1+\frac{1}{V(C_d - C_s)}\left(V_p C_{dp} + V_g C_{dg} - B^{mes}\left(V_p(C_{dp}+\phi_p C_w)+V_g(C_{dg}+\phi_g C_w)+V_L(C_w+C_L)\right)\right)}$$

(3-8)

où V est le volume de l'échantillon, C_{dp} et C_{dg} sont les compressibilités drainées des éléments poreuses (pierres poreuses en bas et en haut de l'échantillon, C_{dp} et couches de géotextiles à l'intérieur et l'extérieur de l'échantillon, C_{dg}), ϕ_p est la porosité des pierres poreuses, ϕ_g est la porosité des géotextiles et C_L, V_L sont la compressibilité et le volume des tuyaux des connexions. Dans cette formule, les compressibilités de la matrice solide des éléments poreuses sont négligées devant les compressibilités drainées.

B^{cor}=0,82 est calculé avec les paramètres trouvés lors des essais d'étalonnages de deux cellules. Dans le cas de l'essai sur l'échantillon EST28522 (cylindre creux), le volume total de l'échantillon (V) est égal à 366 938 mm^3 et comme expliqué dans la partie étalonnage, les paramètres du système de drainage sont les suivants : volume poreux des pierres poreuses V_P = 20106mm^2, C_{dp} =1,08GPa^{-1}, ϕ_p = 22%, compressibilité des circuits C_L = 0,32GPa^{-1}, volume de circuits V_L = 26262mm^2 (on n'a pas utilisé de géotextiles dans cet essai donc V_g = 0).

Les paramètres de la roche sont les suivants : compressibilité drainée de l'argilite à 25°C C_d = 0,8GPa^{-1} (Chapitre 6) ; compressibilité de la matrice solide C_s = 0,12GPa^{-1} (Chapitre 6) ; porosité ϕ = 0,177 (Chapitre 3) ; compressibilité de l'eau à 25°C C_w = 0,447GPa^{-1} (Spang, 2002).

Dans le cas de l'essai EST27396 n°1 en cellule isotrope sans pierre poreuse avec un volume de géotextile négligeable devant le volume de l'échantillon, l'équation de coefficient de Skempton corrigée devient la même que celle de Bishop (1976):

$$B^{cor} = \frac{1}{\frac{1}{B_{mes}} - \frac{\frac{V_L}{V}(C_L + C_w)}{(C_d - C_s)}} \qquad \textbf{(3-9)}$$

D'après l'essai étalonnage réalisé en cette cellule, la compressibilité C_L du système de drainage est égale à 1,6GPa^{-1}, le volume du système de drainage (V_L) est de 2683 mm^3, le volume de l'échantillon (V) est de 50265 mm^3 et la masure de la compressibilité drainée de cet échantillon a donné une valeur de 0,56GPa^{-1} (Chapitre 6) ainsi que sa porosité ϕ = 0,22 (Chapitre 3). On obtient une valeur du coefficient de Skempton corrigé (B^{cor}) de 0,85.

Dans la cellule à cylindre creux, la valeur corrigée de coefficient de Skempton de l'échantillon EST 28522 obtenue d'après l'équation (3-8) est de 0,82.

Les deux valeurs 0,85 et 0,82 obtenues sur deux systèmes distincts à drainage réduit après des durées de saturation assez courtes malgré la faible porosité de l'argilite (4 jours pour la cellule isotrope et 8 jours pour le cylindre creux) sont satisfaisantes pour une argilite et attestent d'une bonne saturation des éprouvettes.

CHAPITRE 4 : COMPORTEMENT EN COMPRESSION/GONFLEMENT OEDOMETRIQUE DE L'ARGILITE DU CALLOVO-OXFORDIEN

4.1. Introduction

L'excavation des galeries souterraines crée une zone endommagée (EDZ) autour des galeries et les fissures induites peuvent présenter une conductivité hydraulique sensiblement supérieure à celle de la roche hôte, ce qui peut affecter les performances de sécurité du système de confinement des déchets. Toutefois, une reconsolidation progressive et la fermeture de l'EDZ interviennent après la fermeture des galeries du fait du fluage et des propriétés de gonflement de l'argilite du COx, et cette capacité d'auto-colmatage des roches argileuses pendant la phase de resaturation de l'EDZ les rend particulièrement adaptées pour le confinement des déchets. Les fissures au sein de l'argilite peuvent être créées par cisaillement avec une dégradation du module d'élasticité, mais également pendant les phases de séchage et de remouillage.

Certains travaux (par exemple, Davy et al. 2007) ont établi un lien entre la capacité de gonflement et la présence de fissures dans l'argilite, montrant que le gonflement de la fraction argileuse (interstratifiés illite-smectite) hydratée est mobilisé sur la surface des fissures. La capacité de gonflement peut être liée à la densité de fissures, un gonflement plus important illustrant un niveau d'endommagement plus important.

Dans ce contexte, on présente dans ce chapitre les résultats d'une série d'essais oedométriques réalisés pour étudier le potentiel de gonflement de l'argilite du COx lors de l'hydratation, ainsi que la relation entre la capacité de gonflement de l'argilite et le niveau d'endommagement. Deux séries d'essais ont été réalisés : i) des essais de compression oedométrique à teneur en eau constante et à différents degrés de saturation correspondant à l'état initial des éprouvettes avec saturation sous des contraintes encadrant l'état in-situ et ii) des essais de compression-déchargement haute pression sur des échantillons préalablement saturés sous état de contrainte proche de l'état in-situ, également utilisés pour la détermination de la perméabilité de l'argilite.

Ce travail a été publié dans la revue « *International Journal of Rock Mechanic and Mining Science*», on reproduit ici l'article dans sa version en anglais.

International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences 48 (2011) 606–615

Contents lists available at ScienceDirect

International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences

journal homepage: www.elsevier.com/locate/ijrmms

Oedometric compression and swelling behaviour of the Callovo-Oxfordian argillite

M. Mohajerani [a,*], P. Delage [a], M. Monfared [a], A.M. Tang [a], J. Sulem [a], B. Gatmiri [b]

[a] Ecole des Ponts ParisTech, UR Navier/CERMES, 6-8 av. B. Pascal, F 77455 Marne la Vallée cdx 2, France
[b] ANDRA, Châtenay—Malabry, France

Abstract

The Callovo-Oxfordian (COx) argillite is a possible host rock for radioactive waste disposal in which the ANDRA underground laboratory of Bure (East of France) has been excavated. In this paper some aspects of the volume change behaviour of the COx argillite are investigated. To do so, high pressure oedometers with a maximum capacity of 113 MPa have been used. In a first stage, swelling tests were carried out on samples initially compressed at constant initial water content (unsaturated) that were afterwards soaked under vertical loads, respectively, smaller and higher than the in-situ vertical stress. All samples exhibited swelling, even at stress higher than the in-situ one. In a second stage, standard step loading compression tests were carried out on samples previously saturated under the in-situ vertical load, so as to investigate the volume change behaviour under load cycles. The strain-stress curves obtained appear to be different to what is currently observed in overconsolidated or cemented clays with no clear appearance of yield and pre-yield reversible behaviour. The volumetric behaviour during both compaction and swelling is interpreted in terms of damage created by the collapse of pores within a fragile matrix. The amount of swelling observed is related to the extent of damage.

Keywords: Argillite, saturation, high pressure oedometer compression, swelling behaviour.

1. Introduction

The ANDRA underground research laboratory of Meuse-Haute-Marne, located near the village of Bure in the North-east of France [1,2], is composed of galleries excavated at the depths of 445 m and 490 m in a 200 m thick subhorizontal (1°-1.5° tilting) layer of the Callovo-Oxfordian (COx) argillite, an indurated clay rock dated 155 million years (limit upper-middle Jurassic). This layer is located in between two several hundred meters thick layers of Dogger (bottom) and Oxfordian (top) limestones. The main characteristics of the COx argillite are a very low hydraulic conductivity that restricts water transfer and a low diffusion coefficient that significantly delays solute transport. The COx argillite also has a low compressibility and its high sorption capacity for radionuclide makes it a proper potential site to store high activity radioactive wastes at great depth [3-5]. The in-situ stress state of the COx argillite formation has been investigated in detail in [1]. At the depth of 490 m where the cores tested in this paper were taken from, the following total stress values have been obtained: σ_v = 12.7MPa, σ_h = 12.4MPa and σ_H = 12.7-14.8MPa, indicating a nearly isotropic stress state.

Excavation of an underground repository induces shear and tensile cracks and creates an excavation damage zone (EDZ) around the galleries. The hydraulic conductivity of these cracks may be significantly higher than that of the undeformed host rock and this can affect the safety performance of the system. However, a gradual reconsolidation and sealing of the EDZ is expected after backfilling and repository closure, due to the creep and swelling capacity of the COx argillite. Hence, in the long-term view, the self-sealing capacity of clay rocks during the resaturation phase of the EDZ makes them particularly suitable for waste confinement.

Indeed, interesting self sealing behaviour of cracks, apparently due to the expansion of the hydrated clay fraction mobilised in the cracks [6, 7] has been experimentally evidenced. As a consequence, it appeared interesting to investigate the effect of damage on the swelling behaviour of argillite. In this context, a recent example of tunnelling in swelling ground has been reported by Carter et al. [8]. From field observations and laboratory tests, they [8] observed that swelling was highly enhanced in sheared zones and showed that either natural mechanical disturbance (fault, shear band) or man induced disturbance (excavating-trimming) could break down the bonds that in normal rock mass confine the swelling clays from freely expanding, thus promoting swelling. Aversa et al. [9], in their study on the mechanical behaviour of Italian tectonised shales, performed oedometric tests and observed that samples

compressed under higher stresses had a greater swelling index, a feature that they related to the presence of discontinuities.

Oedometers were also used to determine the poroelastic parameters of the COx argillite. Vincké et al. [10] performed a series of tests including loading-unloading cycles in axial stress (with constant pore pressure) and loading-unloading cycles in pore pressure (under constant axial stress). They obtained values for the Biot coefficient (*b*) ranging from 0.4 to 0.8 with vertical stress between 9 and 35MPa. Bemer et al. [11] found values ranging from 0.45 to 0.65 and an oedometric modulus ranging from 1 to 5 GPa under values of Terzaghi's effective axial stress between 5 and 25MPa. Homand et al. [12] obtained values of *b* between 0.55 and 0.99 with an axial stress between 8 and 24MPa, and a drained oedometric modulus between 1.4 to 6GPa with an axial stress between 2 and 24MPa. All these parameters have been measured under axial stresses below 25MPa, a value lower than the uniaxial compressive strength of the COx argillite (25-30MPa) [5, 13]. This rather wide range of measured poromechanic parameters is likely to be due to various factors including the natural variability of the deposit (there are some significant changes in clay and carbonate contents with depth), the effects of anisotropy, the different initial state of the tested samples with respect to damage (due to extraction, stress release, drying, storage, transport and specimen trimming), to the initial water content and saturation degrees and to the saturation method applied prior to testing (when performed).

In this paper, the compressive/swelling behaviour of the COx argillite in relation with the effects of damage was investigated by means of oedometric tests. A first series of tests was carried out by soaking specimens that were previously compressed, at their initial water content, under stresses conditions smaller, close or higher than the in-situ one. In well preserved samples, swelling should only appear under a stress lower than the in-situ one and any swelling under higher stress could indicate the existence of pre-induced cracks. A second series of high pressure compression tests was carried out on carefully saturated samples, providing information on the compressive/swelling behaviour along various loading-unloading paths. The 1D configuration of the test also allowed to estimate the sample permeability by using the analytical solution governing the pore fluid dissipation in samples submitted to a constant vertical stress.

2. Material studied and samples preparation

2.1 Callovo-Oxfordian Argillite

The Callovo-Oxfordian (COx) argillite is an indurated clay of low porosity, low permeability and with a relatively high strength. Its mineralogical composition varies with depth. At a 490 m it contains 45% clay with 30-35% illite, 0-5% kaolinite and chlorite and 60-65% interstratified illite\smectite. COx clay also contains 28% carbonate (calcite), 23% quartz and 5% feldspars, pyrite, iron oxides [14]. The smectite percentage in the clay fraction is responsible for the observed swelling capacity. The total porosity measured by Esteban [15] lies between 13% at levels that contain the highest carbonate fraction and 19.5% at levels having the highest clay content. Robinet [16] mentions that porosities as high as 27.5% can be found in layers containing a significant quantity of pyrite. The porosity of the samples tested here that come from the lower layers of the COx argillite deposit was generally found around 22% (Table 1).

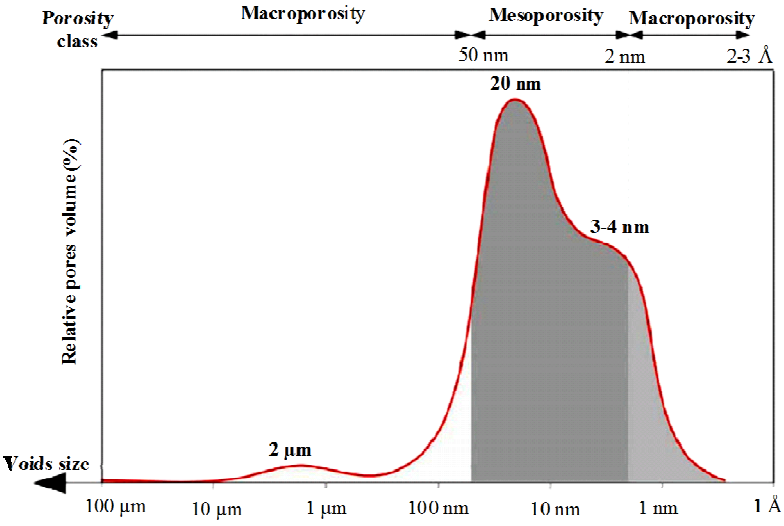


Figure 1: Pore size distribution of the COx argillite (mercury intrusion), after [17].

The clay minerals have a lamellar structure with crystals composed of 10-100 stacked elementary layers of different silicates. Figure 1 presents the pore size distribution curve obtained by using mercury intrusion porosimetry [17] that shows a well represented pore population at 20 nm with a second one at around 3-4 nm. The 20 nm pore population is related to the average entrance porosity within the clay fraction [17]. As quoted by Montes et al. [18], the hydration and/or dehydration of the swelling clay minerals could generate changes in the clay structure of the rock, with a dependency of the water sensitivity on the pore structure, on the particle size and on the total porosity. By using digital image correlation

(DIC), Bornert et al. [19] recently provided interesting results showing, within the same specimen, significant changes in local stiffness according to the clay percentage of the zone considered.

Sample	EST27396 n°1	EST27396 n°2	EST27396 n°3	EST28522 n°1	EST28522 n°2
Depth (m)	483			481	
Water content (%)	5.9	6.6	6.3	7.1	6.1
Degree of saturation (%)	54.2	60.6	57.8	68	56
Porosity(%)	22	22	22	22	22
Measured relative humidity (%)	78	81	80	87	79
Suction (MPa)	34	28	30	17	32
Sample diameter (mm)	50			38	
Sample height (mm)	15			10	
Type of test	Compression followed by swelling under various constant stresses (8, 10 and 12 MPa)			High pressure compression with loading cycles	

Table 1. Initial characteristics of the tested samples.

2.2 Sample preparation and setting

The process of saturation of argillite samples prior to testing is of utmost importance given the sensitivity of argillite to changes in water content. Indeed, the results of Pham et al. [13] showed that decrease in water content (obtained by submitting samples to different values of controlled relative humidity RH) leads to significantly increase the unconfined compressive stress of COx samples (from 27 MPa at 98% RH to 57 MPa at 32% RH). The saturation of low permeability argillite samples (with hydraulic conductivity k around 10^{-20}-10^{-21} m^2) that have been desaturated during the processes of in-situ coring, sample storage, transport to the lab and finally sample trimming is difficult and can be significantly long. Also, saturation under zero stress condition can cause hydraulic damage evidenced by the appearance of cracks resulting from hydration and swelling, as shown by Valès [20] and Bornert et al. [19] by using Digital Image Correlation. The quality of the saturation prior to testing is indeed fundamental to investigate the poromechanical behaviour [11] with respect to microstructure effects and induced cracks [18]. The saturation method used by Bemer et al. [11] consisted in exposing the samples to an atmosphere close to 100% RH by putting them into a dessiccator containing pore water put at chemical equilibrium with crushed COx argillite from the same initial plug. Resaturation occurred through the vapour phase until the sample weight stabilised, which required 1 or 2 months. A 3% swelling was observed during

this phase in which no stress was applied on the sample. In other tests [3?12] resaturation was performed close to in situ stress conditions under a 4MPa confining pressure and a 1MPa back pressure with a chemical composition of the pore water close to the one of the in situ pore water. Since swelling was observed under these conditions, these authors [3, 12] also carried out tests under a confining pressure of 8MPa and a back pressure of 1MPa to prevent swelling.

In this paper, particular care was taken to avoid any swelling prior to testing. To do so, the samples were placed in the oedometer cell with initially dry porous disks that were afterwards water saturated so as to infiltrate the sample while maintaining the vertical strain close to zero by appropriate manually controlled loading. The mineralogical composition of the water injected in clay samples is known to be of utmost importance with respect to the clay-water interactions and to swelling behaviour. Since the specimens to be tested have been somewhat desaturated due to the evaporation of pure water (with salts remaining within the sample), the only way to bring back their pore water to its initial natural chemical composition is to infiltrate pure water at constant volume. This is what has been done here. To conserve afterwards the correct salt concentration, swelling tests should be conducted by infiltrating water with the same salt concentration as that of the pore water. This has not been done here in a purpose of simplicity and pure water was also used in swelling tests (note however that the situation is improved when swelling tests are conducted after compression tests, since some of the natural pore water has been expelled in the porous disk). Compared to natural pore water, the absence of salt in the water used tends to enhance the swelling behaviour.

Two kinds of oedometer cells were used. The three tests EST27396 n°1, EST27396 n°2, EST27396 n°3 were performed in oedometer rings of 50mm in diameter whereas the two tests EST28522 n°1, EST28522 n°2 were carried out in a 38mm diameter rings. Samples were cored to the desired diameter by using a diamond barrel.

The cored specimen was afterwards inserted in the ring and its top and bottom faces were carefully polished by using a sand paper sheet placed on a small plane wooden board. The polishing of the upper and down faces of the sample was completed once the wood piece came in contact with the cylindrical section of the metallic ring, thus achieving exactly the required sample thickness with two flat, regular and parallel faces. The loading direction was taken perpendicular to the stratification of samples.

The initial degree of saturation was determined by carefully measuring the sample volume (by using a precision calliper). The water content was determined by measuring the initial and final weights of a rock piece before and after drying in the oven at 105°C for one day. The

initial suction of the samples was determined by using a chilled mirror dew-point hygrometer [21] fabricated by General Eastern. This device is based on the precise measurement of the relative humidity of the sample. It provides the total suction value within a period of time of about 15 min according to Kelvin's law [22, 23]:

$$s = u_a - u_w = \frac{-RT}{gM} \ln h \qquad (1)$$

where u_a and u_w are respectively the air and water pressure, s is the total suction, R is the universal (molar) gas constant (R=8.3143 J.mol^{-1}.K^{-1}), T is the absolute temperature (K), g is the gravity acceleration (g=*9.81* m.s^{-2}), M is the water molecular mass (M=18.016 g.mol^{-1}) and h is the relative humidity. At 20°C, $\frac{-RT}{gM} = 137.837\text{MPa}$

As any technique based on vapour exchanges, the dew point hygrometer is suitable at high suctions, preferably higher than 3MPa [22, 24]. In this device, the sample is placed in a sealed chamber containing a mirror that can be chilled with a very precise temperature control. Once the relative humidity of the air in the chamber is equilibrated with that of the sample, the mirror is chilled down to the dew point temperature corresponding to the relative humidity in the chamber (the drier the atmosphere, the lower the dew point temperature). The accurate determination of the dew point is made by detecting the condensation of micro water bubbles on the surface of the mirror by an optical system. The suction is deduced from the relative humidity that corresponds to the dew point temperature.

The parameters characterising the initial states of the samples are presented in Table 1. As expected, with initial suctions as high as 17 to 34MPa, the samples were significantly desaturated just after trimming. According to calculations by using Jurin's law [25] based on the pore size distribution curve presented in Figure 1 [17] and adopting the hypothesis of cylindrical pores, one can estimate the air entry value of the COx argillite. Jurin's law [25] is written as follows:

$$u_a - u_w = \frac{4\sigma_s \cos\theta}{D} \qquad (2)$$

in which σ_s is the surface tension at the air-water interface and θ is the contact fluid-solid angle (for water, $\cos\theta$ = 1 and σ_s = 72.75×10^{-3}N/m at 20°C). D is the diameter of the cylinder. With D = 20nm (see Figure 1), the air-entry value of the COx sample can be estimated around 14MPa, indicating probable air continuity within the argillite at higher suction.

In this study, a high pressure oedometer developed in CERMES was used [26]. The apparatus has a double lever arm (with one lever arm multiplying the load by 5 and the second one by 10) able to apply a maximum axial stress of 113MPa on a 38mm diameter specimen. The specimen is placed on a metallic porous disk inserted in the cell base and connected to two lateral valves that allow satisfactory saturation of the porous disk as described later in more details. Another metallic porous disk is placed on top of the sample to allow vertical drainage through the top and bottom faces. Vertical displacements are monitored by using an electronic LVDT transducer connected to a data acquisition system.

An initial calibration of the system was carried out by running a test with no sample in the ring so as to account for the effects of the compression of the top and bottom metallic porous disks, of the cell and of the piston. A reversible response of the system was observed after applying various loading cycles between 0 and 113MPa. During all tests, the compression displacement of the sample was obtained by subtracting the calibrated elastic compression of the system from the total measured compression displacement.

3. Swelling tests

One of the standard techniques used to estimate the swelling stress of soils consists in running in parallel several oedometric tests in which the samples (at given initial water content) are first loaded under various vertical stresses that are chosen smaller and larger than the estimated swelling stress. The samples are then soaked under these stresses while measuring the volume changes. The swelling stress is interpolated by drawing a curve passing through all the experimental points (either after swelling or compaction) at the intersection of the curve with the no volume change line.

This approach has been applied to the COx argillite. Knowing the in-situ condition (approximated by a total vertical stress σ_v= 12MPa and a pore pressure u = 4MPa, [1]), three samples were loaded (at given initial water content, see Table 1) to vertical stresses equal to 8, 10 and 12 MPa under which they were subsequently soaked.

Based on the values of the Biot coefficient presented in the Introduction (between 0.4 and 1), the estimated effective stress could be between 8 and 10.4MPa. Hence, the first load (8MPa) corresponds to the lower bound of the in-situ vertical effective stress, the second value (10MPa) to the upper bound whereas the third one (12MPa) is larger. In such conditions, one should theoretically observe some swelling under 8MPa, little volume change under 10MPa and some compression under 12MPa.

The initial characteristics of the three samples are presented in Table 1. As expected, the water saturation is far from being complete in the samples. The initial compression was conducted at constant initial water content around 6% (see exact values in Table 1) by following a standard step loading procedure with the load doubled at each step.

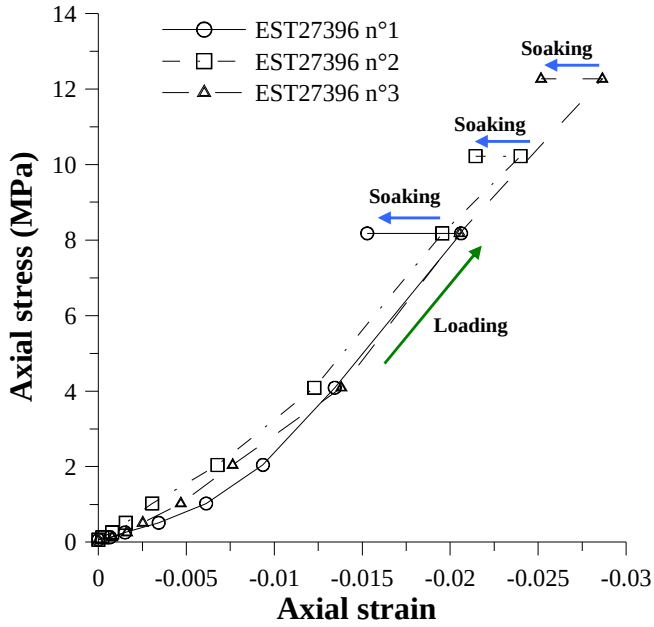


Figure 2: Oedometric compression curves and hydration test under various vertical loads (EST27396 n°1, 2 and 3).

Results are presented in Figure 2 in an axial stress versus vertical strain diagram. One can observe that the three compression curves are reasonably similar, probably due to comparable initial unsaturated states (Table 1). Once soaked, swelling is observed under the three stresses applied, including under the higher one (12MPa) that is larger than the in-situ vertical effective stress. The swelling strains are equal to 0.53, 0.26 and 0.35% under 8, 10 and 12MPa respectively. They are not ordered with respect to the stress applied as expected, since a higher strain is observed under 12MPa compared to 10MPa.

It is well known that a sample should not swell under a vertical effective stress higher than the in-situ effective stress in the case of 'perfect sampling' [27]. However, the quality of the COx samples has been affected by the excavation, stress release, drying, transport and trimming procedures and all samples hence contain some induced cracks that result in an enhanced swelling behaviour.

During the loading phase, some crack closure can occur under low stress level but at higher stress, new cracks can form and propagate. It is thus expected that after loading the swelling properties during hydration would be enhanced.

4. High pressure oedometric compression tests

Two oedometric compression tests were carried out on two samples EST28522 n°1 and EST28522 n°2 (see Table 1). The sample was placed into the oedometer ring that was previously coated with grease to reduce friction along the lateral surface of the specimen. The porous disks were kept dry so as to ensure a well controlled saturation procedure under in-situ stress conditions close to the natural ones. To ensure good contact between the sample, the porous disks and the piston, a previous low stress loading-unloading cycle was applied prior to injecting pore water up to 1MPa (a value deemed small enough to preserve the sample from any change). During this cycle, all pore water valves were closed to avoid any drying of sample. For the same reason, this preliminary stress cycle was run rapidly, in less than 5 minutes.

The saturation of the bottom porous disk was carried out by infiltrating water under small pressure into the disk. To do so, one of the drainage valves of the cell base was connected to the pore water reservoir whereas the other one was kept open so as to allow the evacuation of the air from the dry porous disk during water infiltration. This valve was closed once water started to flow out.

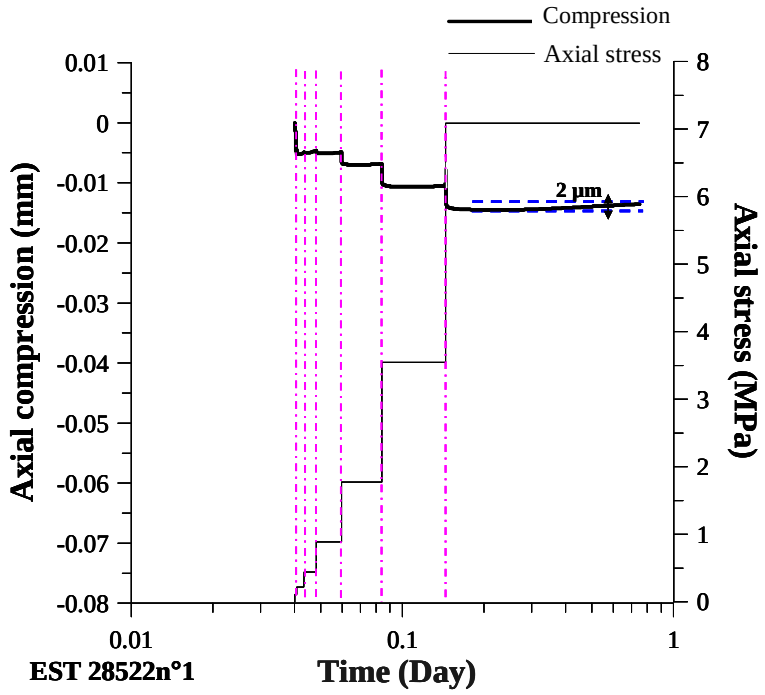


Figure 3: Saturation phase (EST28522 n°1).

Two different saturation procedures with minimised swelling were followed prior to carry out the compression test. In test EST28522 n°1, compression was carried out up to 7.09MPa

at constant water content. Under this stress, water was infiltrated which resulted in a slight swelling as shown in Figure 3. Once a 2 µm swelling was reached, the load was doubled and compression started with no more swelling. The saturation procedure was improved in test EST28522 n°2 as follows. Water was infiltrated under a lower stress of 3.5MPa (a value lower than the interval proposed for the in situ effective stress between 8 and 10.4). As soon as the monitored vertical displacement reached a maximum value of 2 µm, the applied load was doubled. This procedure was carried out until reaching a load with no further swelling.

As shown in Figure 4 (sample EST28522 n°2), swelling is observed up to 1.75MPa with compression starting at 3.5MPa. Further inspection of Figure 4 shows that the constant volume condition is in fact approximate. Whereas, swelling above the initial sample volume is indeed maintained below 2 µm as planned.

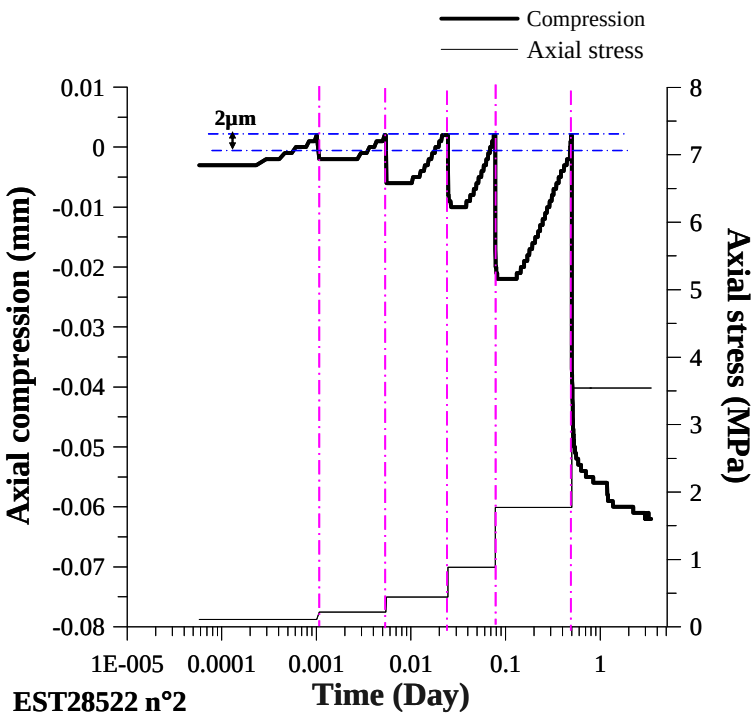


Figure 4: Saturation phase (EST28522 n°2).

Test 1: Test EST28522 n°1 with one load cycle

A loading-unloading cycle was carried out up to the maximum vertical stress of 113MPa on sample EST28522 n°1. The cycle was conducted by steps with the load doubled at each step. The unloading sequence was performed in the same way. Each loading step lasted up to 2-3 days so as to reach vertical strain stabilization. Strain/time curves under constant load were monitored at each step. The total test duration test was about one month (The saturation procedure adopted is the same as that of Figure 3).

The results of test EST28522 n°1 are presented Figure 5 where the changes of the vertical strain and the load are plotted versus time. One can see that a vertical compression strain of 10% is attained under the maximum stress of 113MPa. The behaviour during the unloading phase is also remarkable with a significant swelling observed at each step and a final strain bringing back the sample very close to the initial state.

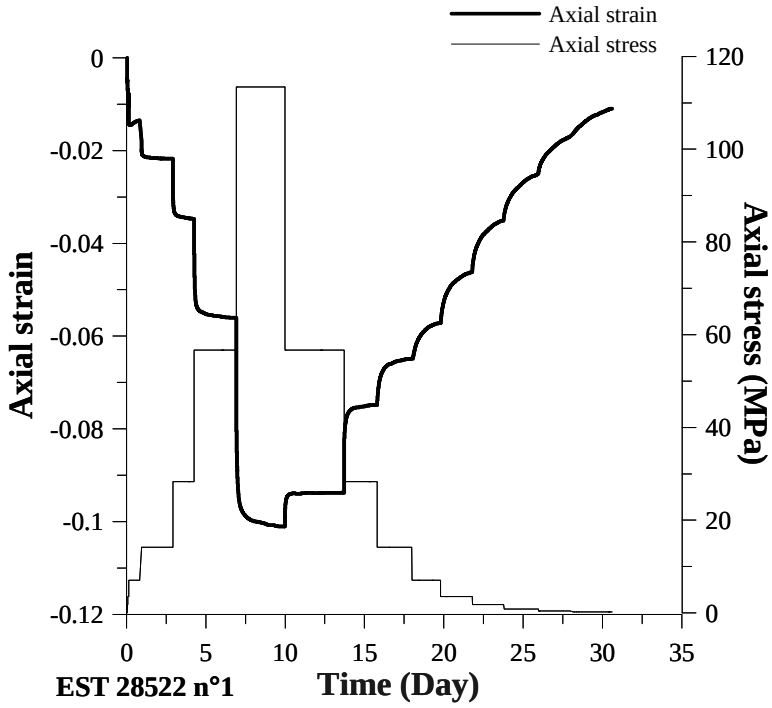


Figure 5: Axial compression and axial stress versus time (EST28522 n°1).

This trend is also observed in Figure 6 in which the changes in vertical load versus vertical strain are plotted in linear scale. Under an applied axial stress as high as 113MPa, the sample is very likely beyond the elastic limit. At maximum axial load the compressive strain is 9.6%, a value comparable with that obtained by Heitz and Hicher [28] who obtained an 8% strain under 100MPa in an oedometer test performed on a COx sample.

The unloading curve is strongly non linear and similar to that of swelling plastic soils with a significant swelling mobilised at the end of the unloading phase. Actually, the progressive mobilisation of swelling is observed in the diagram that clearly shows that the swelling brings back the sample volume very close to the initial volume, with more than 60% of the swelling mobilised between 10 and 0MPa.

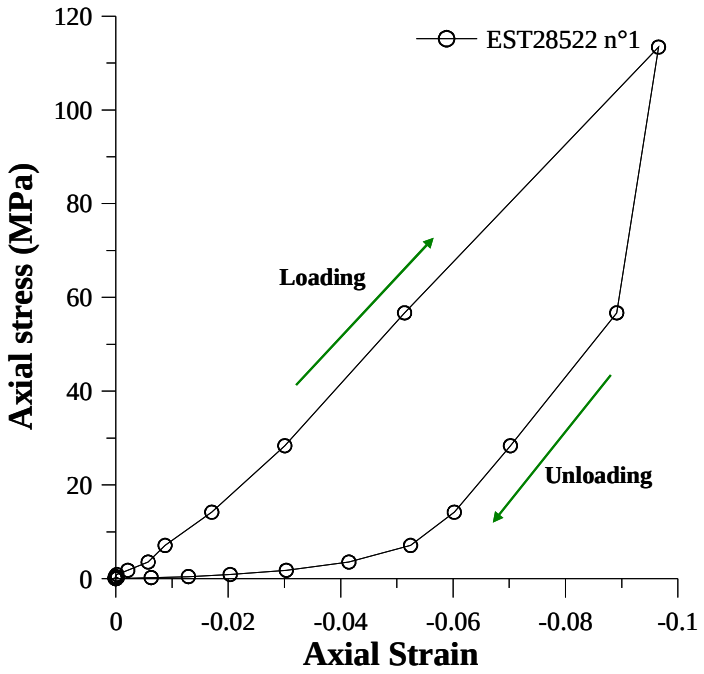


Figure 6: Oedometric compression curve (EST28522 n°1).

Test 2: Test EST28522 n°2 with two loading cycles

To confirm the results of the previous compression test and to further investigate the significant swelling observed upon unloading, a second oedometric test was carried out on sample (EST28522 n°2) in which an intermediate loading cycle was performed before reaching the maximum load of 113MPa (the saturation procedure adopted is the same as that of Figure 4).

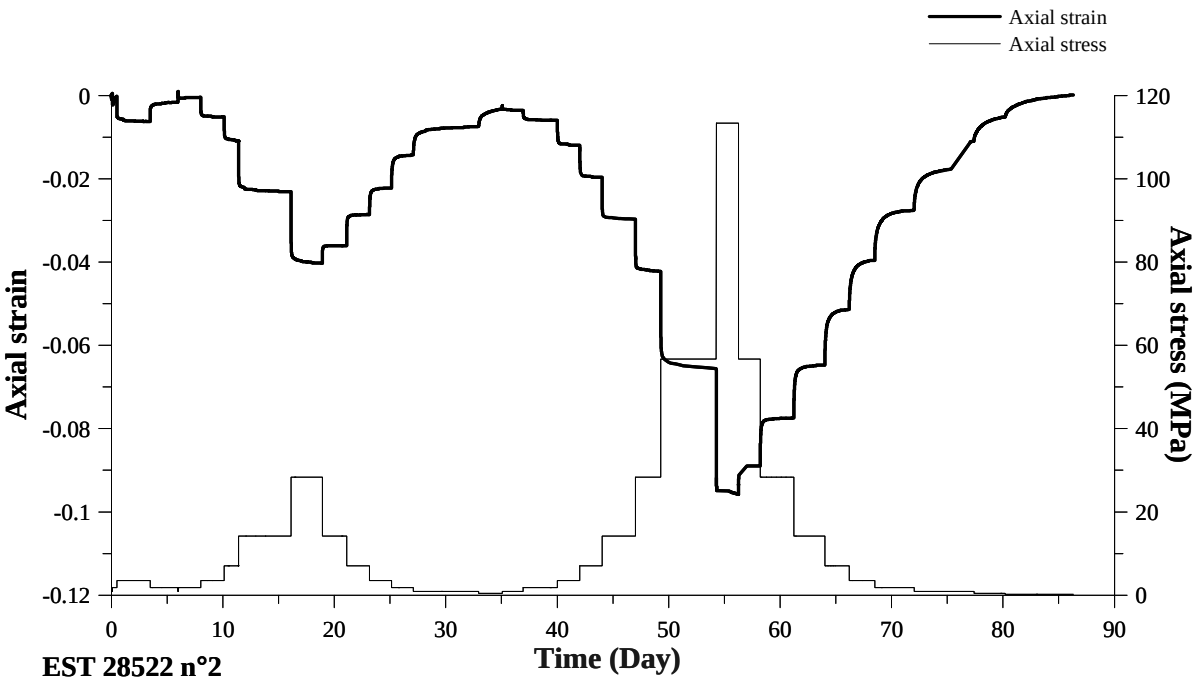


Figure 7: Compression strain and axial stress versus time (EST28522 n°1).

As seen in Figure 7, the sample was first loaded up to 28MPa and subsequently unloaded. It was preferred not to unload the sample below 0.4MPa so as to avoid reaching a void ratio larger than the initial one. The sample was subsequently re-loaded to 113MPa and unloaded down to zero. The test data are presented as a function of time in Figure 7 and the compression curve is presented in a diagram giving the axial stress versus the axial strain in Figure 8.

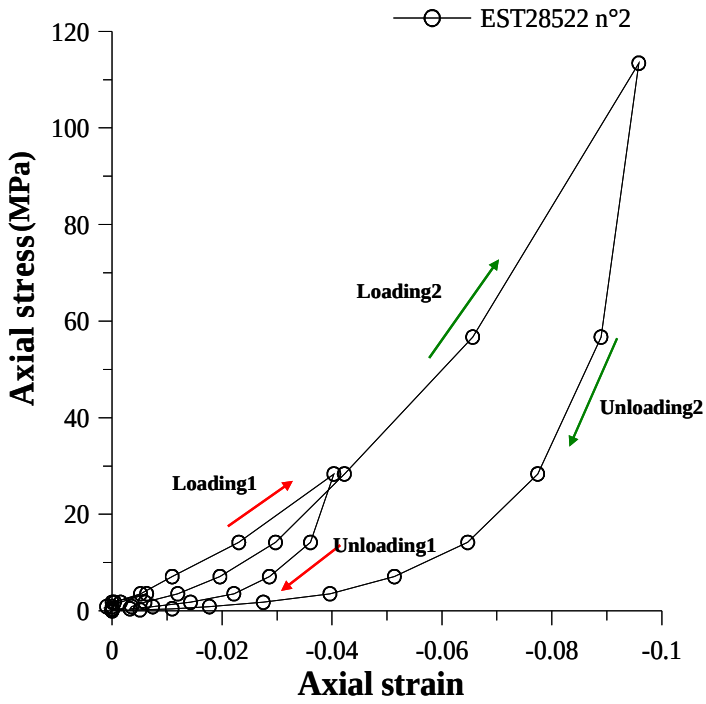


Figure 8: Compression curves (EST28522 n°2).

At the end of the first cycle, the second loading curve between 0.4 and 28MPa passes below the first compression curve to join it at the maximum stress applied (28MPa). At higher stresses, the curve is in the prolongation of that of the first loading sequence.

The second unloading sequence is carried out from the maximum load of 113MPa. The subsequent swelling under unloading is again significant and comparable to that observed in Figure 6. The shape of the plot is similar to the previous one.

In order to compare the compression curves obtained here with the data already published by Aversa et al. [9] on Italian tectonised shales and by Heitz and Hicher [28] on various clay shales including the COx argillite, the strain-stress curves of tests 1 and 2 are now presented like these authors by plotting the changes in axial strain with respect to the decimal logarithm of the vertical stress (the standard presentation of oedometric curves in clays) in Figure 9. One can observe that the compression curves are reasonably similar.

Whereas the curved shape of the curve in the semi-log plot would allow the determination of a yield stress, as usually done in Soil mechanics, the linear plots of Figure 6 (test 1) and Figure 8 (test 2) did not show any evidence of yield behaviour. The curves have a slight curvature (much less than what is currently observed in clays) with no significant change of slope that could allow separate an elastic regime from a plastic one. It seems then difficult to define any yield stress for the COx argillite by using the standard interpretation of oedometric tests.

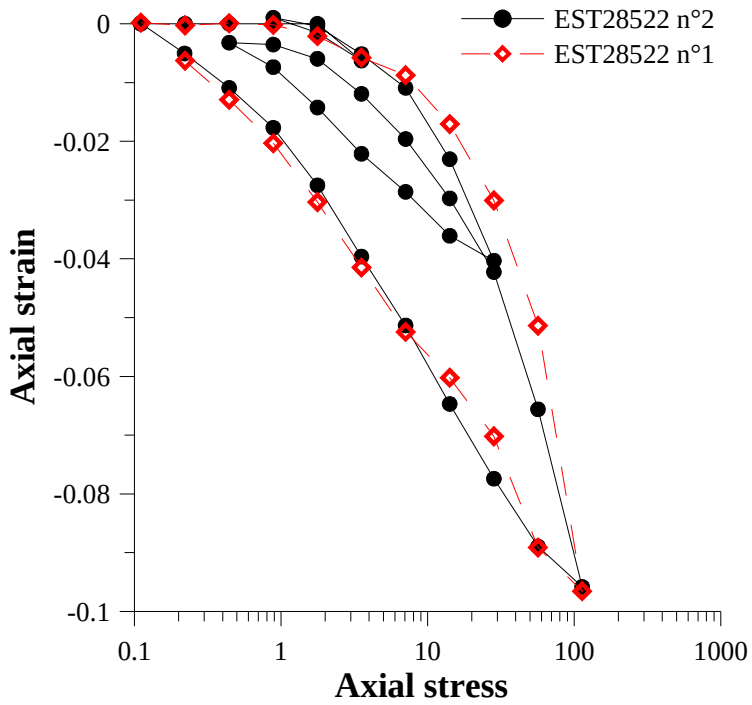


Figure 9: Oedometric strain-stress curves in semi-log plot (EST28522 n°1 and EST28522 n°2).

In Figure 9, one can observe that the average slope of the intermediate unloading curve is less than that of the final one, in accordance with the data obtained by Aversa et al. [9]. Accordingly, the swelling strain under the same stress decrement along the unloading path (between 28 and 14MPa for instance) is much higher in the sample compressed at 113MPa compared to that compressed at 28MPa (Figure 10).

This higher swelling potential at higher density is typical of swelling clays. This trend is illustrated in Figure 10 in which the swelling modulus (the slope of the swelling curve in an axial strain/axial stress diagram) is represented with respect to the axial stress. A clear distinction is observed between the first cycle at intermediate stress and the second one at maximum stress.

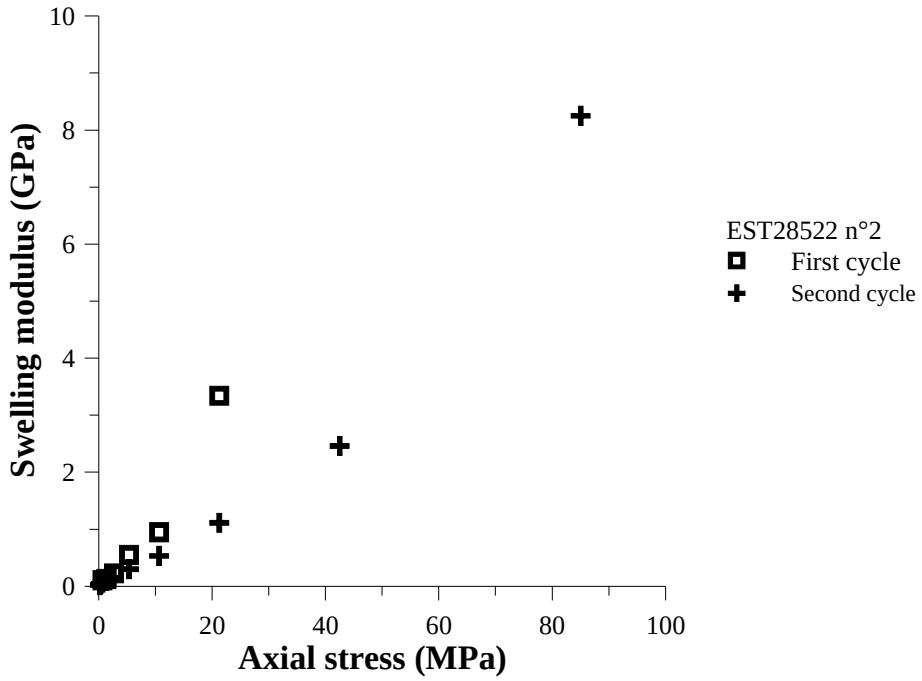


Figure 10: Variation of swelling modulus with axial stresses for two consecutive cycles (EST28522 n°2)

5. Discussion

The main conclusion drawn from the oedometric tests carried out here is that the COx argillite exhibits significant swelling behaviour when hydrated along various hydro-mechanical paths. Some previous works (e.g. [6]) have linked this swelling capacity to the presence of cracks in the argillite, showing, in a sample with an artificial crack, that the swelling of the hydrated clay fraction (interstratified illite-smectite particles) was mobilised along the faces of the crack. The same phenomenon also explains the good sealing capacity of the argillite, made possible by the filling of the pore volume of the cracks by the swollen hydrated clay particles. In this regard, the swelling capacity can be related to the crack density, i.e. to the damage induced in the argillite. Conversely, significant swelling behaviour reflects significant damage.

Argillite is a fragile material and cracks can be created by various phenomena. Besides the cracks induced by shearing that result in a degradation of the elastic modulus as described in standard damage theory, the appearance of cracks has also been visually observed during drying and wetting phases (as an extreme case, a COx specimen placed in pure water progressively disaggregates due to the generation of a crack network along the bedding). Hydration cracks have also been locally observed by Valès [20] and Bornert et al. [19] by using digital image correlation (DIC) techniques. These observations confirmed the necessity

of performing preliminary sample saturation under in-situ stresses to minimise any perturbations due to swelling, as observed in stiff swelling clays like Boom clay [29].

Swelling was observed in the first series of oedometric compression tests at constant water content (around 6%) and initial degrees of saturation close to 60% when wetting the specimens under a vertical stress higher than the in-situ one. This swelling is related to sample disturbance and drying induced damage during coring, extraction, storage, transport and sample trimming.

A further process of crack generation is suspected to occur during oedometric compression. Based on previous results obtained in sensitive soft clays [30-32] in which it appeared that compression occurred by the ordered collapse of pores, starting from the largest and progressively affecting smaller and smaller pores. This mechanism was confirmed by scanning electron microscope (SEM) observations that also showed that the elastic unloading rebound was due to the local swelling of the collapsed zones.

Although no SEM analysis has been performed in the COx argillite, it is proposed to also consider it as a fragile porous matrix that exhibits pore collapse during compression. Cracks are supposed to be formed due to local pore collapse, resulting in local disturbed zones with enhanced swelling capacity once hydrated. Since compression at higher stress induces the collapse of more pores, the swelling capacity of the compressed argillite is enhanced by the creation of additional cracks. For this reason, a sample compressed under a higher stress exhibits, under the same vertical load, a higher swelling potential (Figures 9 and 10).

The two oedometric compression curves obtained here are now compared to those of Bemer et al. [11] in Figure 11. The data of test EST28522 n°1 with no loading cycle are quite comparable with one of the curves of Bemer et al. [11] whereas those of the test EST28522 n°2 with an intermediate loading cycle exhibit a higher compressibility. Drained elastic oedometric moduli (M_{oedo}) of the COx argillite are the slopes of stress-strain linear curve calculated from the unloading sequence close to the maximum applied stress, in an area where swelling appears to be impeded by the applied stress, with reasonably low swelling strain.

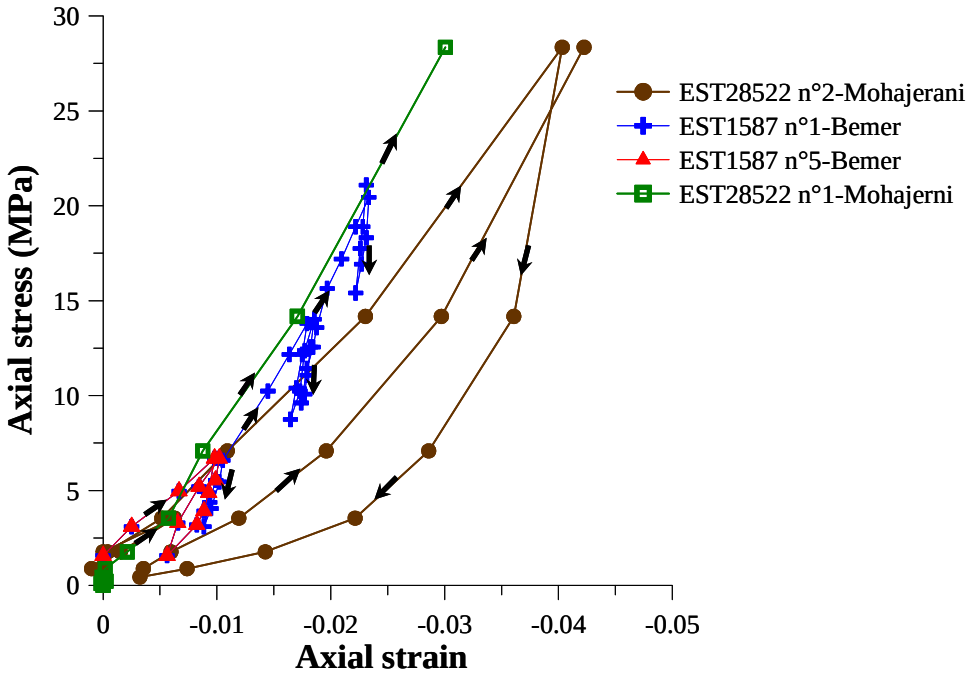


Figure 11: Comparison of the data obtained here with the oedometric compression tests of Bemer et al. [11].

In Figure 12, the calculated drained oedometric moduli M_{oedo} are plotted and compared to that obtained by Bemer. A reasonably good agreement is observed between 28.4 and 14.2MPa axial stress with a value of M_{oedo} = 3.34GPa. This study extends the data with two M_{oedo} values of 8.25 (EST28522 n°2) and 7.64GPa (EST28522 n°1) obtained between 113.4 and 56.7MPa. It also confirms the non linear stress dependency of the oedometric modulus.

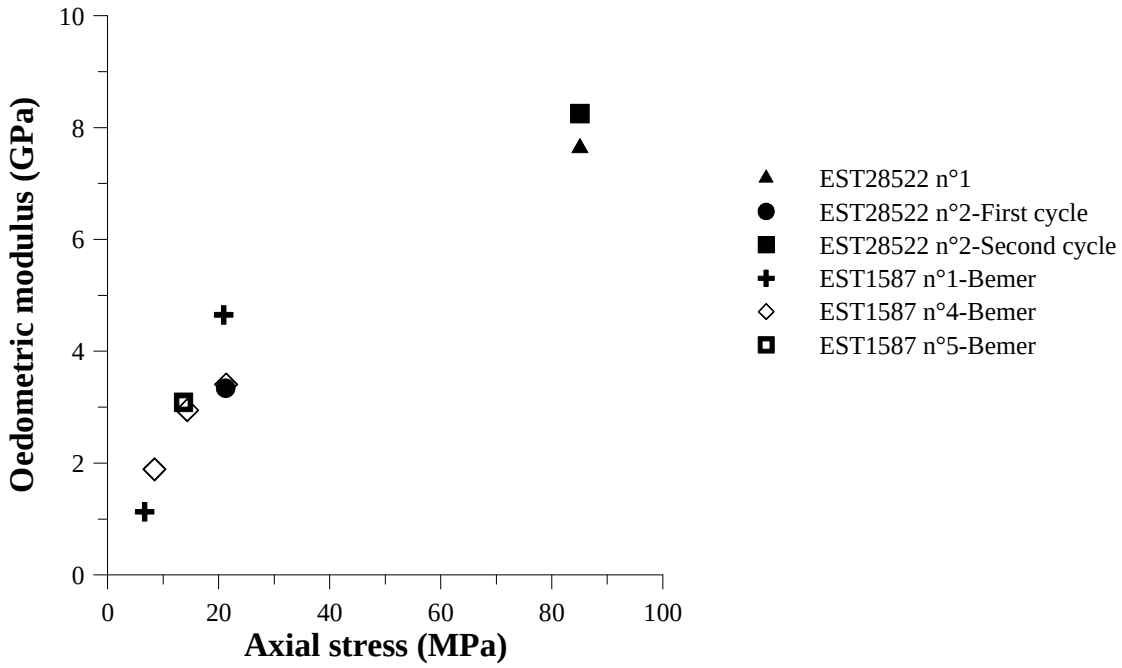


Figure 12: Stress dependency of the oedometric modulus: comparison of the data obtained here with that of Bemer et al. [11]

6. Permeability estimation from oedometric tests

Oedometric tests are currently used in Soil mechanics to indirectly determine changes in permeability during compression by back analysing the transient response obtained once the sample has been loaded under a constant total stress. Given the difficulty of measuring permeability in low porosity claystones, this method is now examined based on the data obtained here.

The diffusion boundary value problem corresponding to the changes in excess water pore pressure of saturated geomaterials during transient loading or unloading phases has been considered in detail within the Biot poroelastic theory framework by various authors [33– 36]. The two transient unloading phases that have been previously used to compute the elastic oedometric moduli are interpreted on the basis of the analytical solution obtained for one dimensional diffusive flow [33]. The first transient phase studied is the unloading phase from 28.35 to 14.17MPa in test 2 and the second one is the unloading phase from 113.4 to 56.7MPa in test 1. The well known general form of the consolidation equation is as follows:

$$\frac{du_w}{dt} = c_v \frac{\partial^2 u_w}{\partial z^2} \qquad (3)$$

The following expression for the coefficient of consolidation (c_v) was proposed by Coussy [33]:

$$c_v = \frac{k}{\eta_w}\left(\frac{1}{1+b^2 M C_{oedo}}\right) \qquad (4)$$

in which:

$$\frac{1}{M} = (b-\phi)C_s + \phi C_w \qquad (5)$$

$$b = 1 - \frac{C_s}{C_d} \qquad (6)$$

C_d is the drained isotropic compressibility of the sample, C_s is the compressibility of the solid grains (0.02GPa^{-1} [37]), C_w is the water compressibility (0.447 GPa^{-1}; [38]), ϕ is the sample porosity at the beginning of each transient phase (ϕ = 18.7% in the first unloading phase of test 2 from 28.35 to 14.17MPa and ϕ = 13.7% in the second unloading phase of test 1 from 113.4 to 56.7MPa).

One can observe in Eq.6 that the equivalent isotropic compressibility C_d is needed to compute the Biot coefficient. To relate C_d to the oedometric compressibility ($C_{oedo} = 1/M_{oedo}$), the stress–strain elastic relationship is written for both isotropic loading and oedometric conditions for a transverse isotropic material [39]:

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_1} & \frac{-\nu_{12}}{E_1} & \frac{-\nu_{12}}{E_1} \\ \frac{-\nu_{21}}{E_2} & \frac{1}{E_2} & \frac{-\nu_{23}}{E_2} \\ \frac{-\nu_{21}}{E_2} & \frac{-\nu_{23}}{E_2} & \frac{1}{E_2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \end{pmatrix} \tag{7}$$

where E_2 ,ν_{23} are the Young modulus and Poisson ratio in the isotropic plane (x_2 , x_3) (the bedding plane) and E_1 ,ν_{12} are the Young modulus and Poisson ratio in the (x_1 , x_2) plane (perpendicular to bedding plane), respectively. The following relationship holds:

$$\frac{\nu_{12}}{E_1} = \frac{\nu_{21}}{E_2} \tag{8}$$

Under oedometric conditions ($\varepsilon_{rad} = \varepsilon_2 = \varepsilon_3 = 0$, $\sigma_{rad} = \sigma_2 = \sigma_3$, $\varepsilon_1 = \varepsilon_{ax}$ and $\sigma_1 = \sigma_{ax}$), the strain-stress relationship becomes:

$$\varepsilon_1 = \frac{1}{E_1}\left[1 - 2\frac{\nu_{12}\nu_{21}}{1-\nu_{23}}\right]\sigma_1 \tag{9}$$

$$C_{oedo} = \frac{1}{E_1}\left[1 - 2\frac{\nu_{12}\nu_{21}}{1-\nu_{23}}\right] \tag{10}$$

Under isotropic loading ($\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3 = \sigma$)

$$\varepsilon_v = \varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3 = \left[\frac{1}{E_1}\left(1 - 4\nu_{12}\right) + \frac{2}{E_2}(1-\nu_{23})\right]\sigma \tag{11}$$

$$C_d = \frac{1}{E_1}\left[\left(1 - 4\nu_{12}\right) + 2\frac{\nu_{12}}{\nu_{21}}(1-\nu_{23})\right] \tag{12}$$

Comparing Eq.7 and Eq.9, the relationship between C_{oedo} and C_d is written as:

$$C_d = C_{oedo}\frac{\left[\left(1 - 4\nu_{12}\right) + 2\frac{\nu_{12}}{\nu_{21}}(1-\nu_{23})\right](1-\nu_{23})}{(1-\nu_{23}) - 2\nu_{12}\nu_{21}} \tag{13}$$

According to [12], the Poisson coefficients of the COx argillite are:

$\nu_{12} = 0.35,\ \nu_{21} = 0.37,\ \nu_{23} = 0.29$.

Giving, for the COx argillite:

$$C_d = 1.5 C_{oedo} \tag{14}$$

According to these relations, the estimated values of the equivalent drained isotropic compressibility (C_d) and of the Biot coefficient (b) are hence respectively equal to 0.45GPa^{-1} and 0.96 for the unloading phase from 28.35 to 14.17MPa (test 2) and 0.195GPa^{-1} and 0.96 for the unloading phase from 113.4 to 56.7MPa (test 1).

To solve the diffusion equation (Eq.3), the boundary and initial conditions must be prescribed. In one dimension compression, the sample is drained from top and bottom with a drainage length (H_{dr}) equal to half of the sample thickness (5 mm) giving $u_w = 0$ at $z = 0$ and 2 H_{dr} at any time. At $t = 0$, the instantaneous response in pore pressure (u_{w0}) is undrained and defined by the relation:

$$u_{w0} = B\Delta p \tag{15}$$

where B is the Skempton coefficient [40] and (Δp) is the mean stress increment. In oedometric conditions, this relation becomes:

$$u_{w0} = B(\Delta\sigma_{ax} + 2\Delta\sigma_{rad})/3 \tag{16}$$

σ_{rad} is calculated from the elastic relationships (Eq.7) assuming ε_{rad}=0;

The Skempton coefficient is defined as:

$$B = \frac{C_d - C_s}{C_d - C_s + \phi(C_w - C_s)} \tag{17}$$

The Skempton coefficient B is equal to 0.84 for the unloading phase from 28.35 to 14.17 MPa (test 2) and equal to 0.75 for the unloading phase from 113.4 to 56.7MPa (test 1).

The analytical solution of the consolidation equation that provides the pore pressure as a function of time (t) and altitude (z) is as follows [41]:

$$u_w(z,t) = \sum_{i=0}^{i=\infty}\left[\frac{2u_{w0}}{m}\sin\left(\frac{mz}{H_{dr}}\right)\right]e^{-m^2 T_v} \tag{18}$$

in which i is an integer and $m = \frac{\pi}{2}(2i+1)$ and $T_v = \frac{c_v t}{H_{dr}^2}$ is the time factor.

Knowing the pore pressure changes, the changes in strain can be computed. To do so the sample is subdivided into different elementary layers with thickness dz at the altitude z.

The displacement of this layer at time *t* ($dis^t_{elem(z)}$) is estimated from the constitutive equation as follows:

$$dis^t_{elem(z)} = -bC_{oedo}(u_w(z,t) - u_{w0}).dz \tag{19}$$

The total displacement of the sample at time *t* is the integral of $dis^t_{elem(z)}$ from the bottom to the top of the sample:

$$dis^t_{total} = -bC_{oedo}\int_{z=0}^{z=2H_{dr}}(u_w(z,t) - u_{w0})dz = 2H_{dr}bC_{oedo}u_{w0} - bC_{oedo}\int_{z=0}^{z=2H_{dr}} u_w(z,t)dz \tag{20}$$

Assuming homogeneous deformation inside the sample,

$$\varepsilon^t_{ax} = bC_{oedo}u_{w0}(1 - \frac{1}{2H_{dr}}\frac{\int_{z=0}^{z=2H_{dr}} u_w(z,t)dz}{u_{w0}}) \tag{21}$$

where ($2H_{dr}$) is the sample height.

Using the expression of u_w (eq. 18), we get:

$$\varepsilon^t_{ax} = bC_{oedo}u_{w0}(1 - \sum_{m=0}^{m=\infty}\frac{2}{m^2}e^{-m^2T_v}) \tag{22}$$

The observed strain/time data from the unloading sequences have been fitted with the analytical solution by adjusting the permeability value.

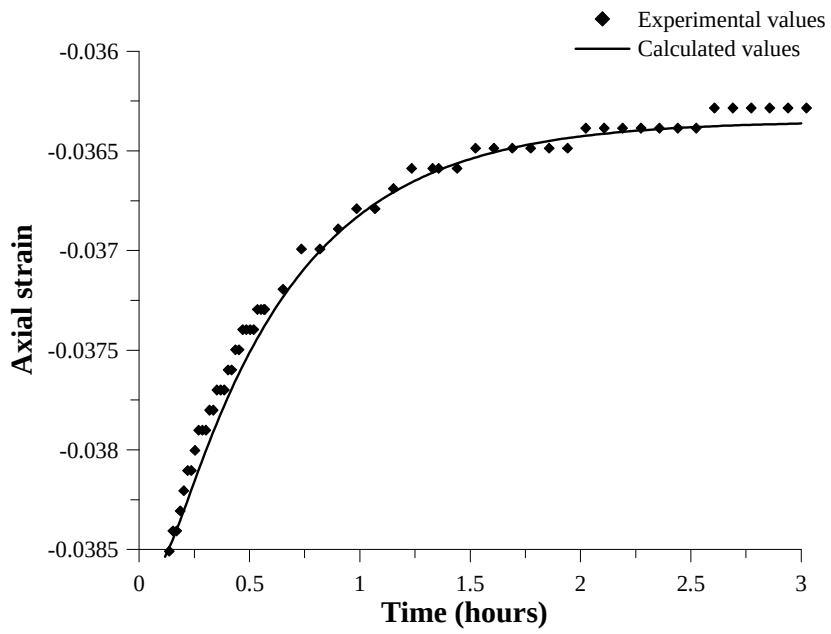


Figure 13: Experimental (EST28522 n°2) and calculated strain changes with time during generated pore pressure diffusion, vertical load equal to 14.17MPa.

The fitting presented in Figure 13 and Figure 14 have been obtained with permeability values of $2\times10^{-21}m^2$ and $0.6\times10^{-21}m^2$ under loads of 14.17 and 56.7MPa, respectively. These values are reasonable for highly compressed COx argillite [42].

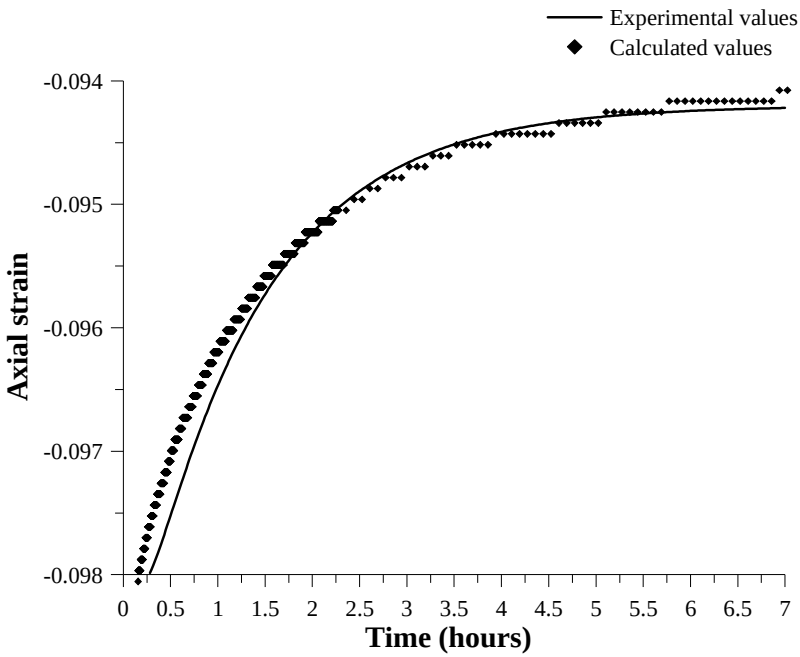


Figure 14: Experimental (EST28522 n°1) and calculated strain changes with time during generated pore pressure diffusion, vertical load equal to 56.7 MPa.

In Figure 15 one can observe that the permeability of the sample decreases at higher applied stress. The sample at higher applied stress has also the smaller porosity.

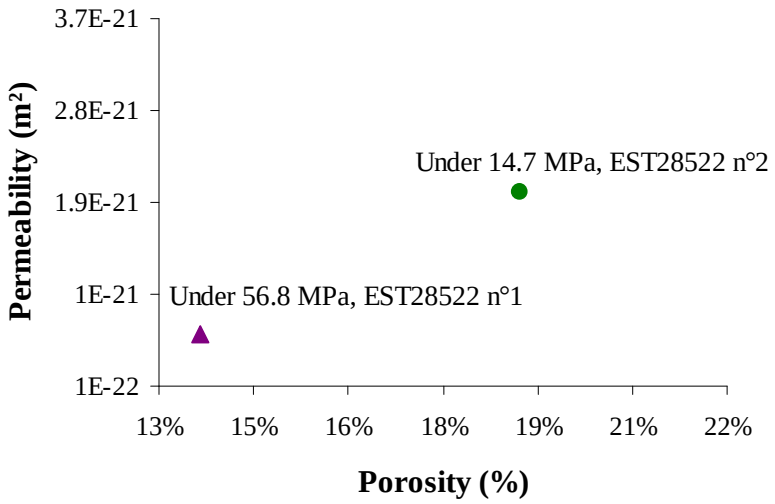


Figure 15: Estimated permeability of COx argillite versus porosity.

7. Conclusion

Clay shales often exhibit swelling properties, an interesting property regarding the long term safety of radioactive waste disposal. In the literature, swelling behaviour in rocks has often been linked with the development of cracks and damage, either of a natural or of a man-made origin. An experimental investigation of the compression and swelling behaviour of the Callovo-Oxfordian argillite was conducted to further investigate these aspects. To do so, two series of oedometric tests were carried out. In the first series, the argillite appeared to exhibit a swelling behaviour even when soaked under stresses higher than the in-situ stress. In the second series of tests, the swelling capacity appeared to increase with compression. In both cases, swelling was related either to pre-existing cracks due to sample coring, storage, drying, wetting and trimming or to cracks induced during compression. In this regard, compression was suspected to occur by local pore collapse that created micro-cracks that afterwards swelled when hydrated. Indeed, sample compressed at higher stress exhibited higher swelling potential.

Oedometer tests also provided some information on the compression behaviour of the argillite, showing that the determination of a yield stress in a graph giving the volumetric changes with respect to the logarithm of the stress was not as straightforward as in clays. As a consequence, the similarity somewhat considered between argillites and overconsolidated clays is not confirmed. Finally, the transient unloading sequences of the oedometer tests were used to estimate the argillite hydraulic conductivity. This parameter which is essential to assess the long-term safety of radioactive wastes, is difficult to measure and this simple approach provides new useful data.

Acknowledgements

The work presented in this paper has been carried out during the preparation of the PhD thesis of the first author that was partly funded by ANDRA, the French Agency in charge the management of radio-active waste disposal. The PhD thesis was co-funded by ENPC, Paris. The views presented here are those of the authors and do not engage ANDRA in any matter.

References

[1] Wileveau Y, Cornet F.H, Desroches J, Blümling P. Complete in situ stress determination in an. argillite sedimentary formation. Physics and Chemistry of the Earth, Parts. A/B/C, 2007; 32 (8–14), pp 866–878.

[2] Fouche O, Wright H, Cléac'h J.M, Pellenard P. Fabric control on strain and rupture of heterogeneous shale samples by using a non-conventional mechanical test, Applied Clay Science 2004; 26, pp 367–387.

[3] Escoffier S. Caractérisation expérimentale du comportement hydromécanique des argilites de Meuse/Haute-Marne. PhD Thesis, INPL, 2002.

[4] Ozanam O, Hoteit N, Bemer E, Heitz J.F. Experimental determination of poroelastic parameters of a clayey rock. Second Biot Conference on Poromechanics, Grenoble, France, 2002, Zwets & Zeitlinger, pp 275–280.

[5] Zhang C, Rothfuchs T. Experimental study of the hydro-mechanical behaviour of the Callovo-Oxfodian argillite. Applied Clay Science, 2004; 26, pp 325–336.

[6] Davy C. A, Skoczylas F, Barnichon J.D, Lebon P. Permeability of macro-cracked argillite under confinement: Gas and water testing. Physics and Chemistry of the Earth, 2007; 32 (8–14), pp 667–680.

[7] Zhang C, Rothfuchs T. Damage and sealing of clay rocks detected by measurements of gas permeability. Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C, 2008; 33, Supplement1, pp S363–S373.

[8] Carter T.G, Castro S.O, Carvalho J.L, Hattersley D, Wood K, Barone F.S, Yuen D, Giraldo C.M.K. Tunnelling Issues with Chilean tertiary volcaniclastic rocks . Mir conference; Problemi di stabilità nelle opere geotecniche. Capitolo 11, Torino 2010 .

[9] Aversa S, Evangelista A, Leroueil S, Picarelli L. Some aspects of the mechanical behaviour of structured soils and soft rocks. Geotechnical Engineering of Hard soils- Soft Rocks, Anagnostopoulos et al. (eds), 1993, Balkema, Rotterdam, ISBN 90 54103442.

[10] Vincké O, Boutéca M, Longuemarre P. Investigation of the poromechanical behavior of shales in elastic domain, SPE/ISMR 475, 1998, pp 515–520.

[11] Bemer E, Longuemare P, Vincke O. Poroelastic parameters of Meuse/Haute Marne argillites: effect of loading and saturation states. Applied Clay Science 2004; 26, pp 359–366.

[12] Homand F, Shao J, Giraud A, Auvray C, Hoxha D. Pétrofabrique et propriétés mécaniques des argilites. Comptes Rendus Geosciences, 2006; 338 (12–13), pp 882–891.

[13] Pham Q.T, Vales F, Malinsky L, Nguyen Linh D, Gharbi H. Effects of desaturation-resaturation on mudstone. Physics and Chemistry of the Earth, 2007; 32, pp 646–655.

[14] Abou-Chakra Guéry A,Cormery F, Shao J.F, Kondo D. A micromechanical model of elastoplastic and damage behavior of a cohesive geomaterial. International Journal of Solids and Structures, 2008; 45(5), pp 1406–1429.

[15] Esteban L. Anisotropies magnétique et de porosité des argilites du Callovo-Oxfordien du laboratoire souterrain de l'Andra (Meuse/Haute-Marne, Bassin de Paris). PhD Thesis, University of Toulouse III, 2006.

[16] Robinet J.C. Mineralogie, porosité et diffusion des solutes dans l'argilite du Callovo-Oxfordien de Bure (Meuse/Haute-Marne, France) de l'échelle centimétrique à micrométrique. PhD Thesis, University of Poitier, France, 2008.

[17] ANDRA. Dossier Argiles, Référentiel du site Meuse/Haute Marne, 2005.

[18] Montes H.G, Duplay J, Martinez L, Escoffier S, Rousset D. Structural modifications of Callovo-Oxfordian argillite under hydration/dehydration conditions. Applied Clay Science, 2004; 25 (3–4), pp 187–194.

[19] Bornert M, Vales F, Gharbi H, Nguyen Minh D. Multiscale full-field strain measurements for micromechanical investigations of the hydromechanical behaviour of clayey rocks, Strain, 2010; 46 (1), pp 33–46.

[20] Valès F. Modes de déformation et d'endommagement de roches argileuses profondes sous sollicitations hydro-mécaniques. PhD Thesis, Ecole Polytechnique, 2008.

[21] Leong E.C, Tripathy S, Rahardjo H. Total suction measurement of unsaturated soils with a device using the chilled-mirror dew-point technique, Géotechnique, 2003; 53 (2), pp 173 – 182.

[22] Delage P, Howat M, Cui Y.J. The relationship between suction and swelling properties in a heavily compacted unsaturated clay. Engineering Geology,1998; 50 (1 –2), pp 31–48.

[23] Fredlund D.G. Rahardjo H. Soil mechanics for unsaturated soils, Wiley, 1993.

[24] Romero E. Characterization and thermo-hydro-mechanical behaviour of unsaturated Boom clay; an experimental study. PhD Thesis, Universitat politècnica de Catalunya, Spain, 1999.

[25] Jurin, J. An account of some experiments shown before the Royal Society; with an enquiry into the cause of the ascent and suspension of water in capillary tubes. Philosophical Transactions of the Royal Society, 1719; 30, pp 739–747.

[26] Marcial D, Delage P, Cui Y.J. On the high stress compression of bentonites. Canadian Geotechnical Journal, 2002; 39, pp 1–9.

[27] Skempton, A.W, Sowa V.A. The behaviour of saturated clays during sampling and testing. Géotechnique, 1963; 13, No. 4, pp 269–290.

[28] Heitz J.F, Hicher P.Y. The mechanical behaviour of argillaceous rocks – Some questions from laboratory experiments. Proc. Int. Symp. Hydromechanical and Thermohydromechanical Behaviour of Deep Argillaceous Rock, 2002; pp 99–108.

[29] Delage P, Le T.T, Tang A.M, Cui Y.J, Li X.L. Suction effects in deep Boom clay block samples. Géotechnique, 2007 ; 57 (1), pp 239–244.

[30] Delage P. A microstructure approach of the sensitivity and compressibility of some Eastern Canada sensitive clays. Géotechnique, 2010; 60 (5), pp 353–368.

[31] Delage P, Lefebvre G. Study of the structure of a sensitive Champlain clay and its evolution during consolidation. Canadian Geotechnical Journal, 1984; 21 (1), pp 21–35.

[32] Cerrolaza M, Delage P. Microstructure and volume change behaviour of soft clays: a boundary elements simulation. International Journal for Analytical and Numerical Methods in Geomechanics, 1997; 21, pp 665–686.

[33] Coussy O. Poromechanics, Wiley, 2004.

[34] Detournay E, Cheng A.-H.-D. Fundamental of poroelasticy, Chapter 5 in Comprehensive Rock Engineering: Principles, Practice and Projects, Vol. II, Analysis and Design Method, ed. C. Fairhurst, Pergamon Press,1993, pp 113-171.

[35] Hart D.J., Wang H.F. A single test method for determination of poroelastic constants and flow parameters in rocks with low hydraulic conductivities, International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences, 2001; 38, pp 577–583.

[36] Hsieh P.A., Tracy J.V., Neuzil C.E., Bredehoeft J.D., Silliman S.E. A Transient Laboratory Method for Determining the Hydraulic Properties of' Tight Rocks. Int. J. Rock Mech. Min. Sci. & Geomech. Abstr, 1981 Vol. 18, pp 245 to 252.

[37] McTigue D.F. Thermoelastic response of fluid-saturated porous rock, Journal of Geophysical Research, 1986; 91(B9), pp 9533–9542.

[38] Spang B. Excel Add-In for Properties of Water and Steam in SI-Units http://www.cheresources.com/staff.shtml, 2002.

[39] Cheng A.H.D. Material coefficients of anisotropic poroelasticity. Int J Rock Mech Min 10 Sci 1997; 34(2): pp 199-205.

[40] Skempton A.W. The Pore Pressure Coefficients A and B, Géotechnique, 1954; 4, pp 143–147.

[41] Carslaw H.S, Jaeger J.C. Conduction of Heats in Solids, Clarendon press, Oxford, 1959.

[42] Escoffier S, Homand F, Giraud A, Hoteit N, Su K. Under stress permeability determination of the Meuse/Haute-Marne mudstone. Engineering Geology, 2005; 81(3), pp 329–340.

CHAPITRE 5 : COMPORTEMENT THERMO-HYDRO-MECANIQUE DE L'ARGILITE DU CALLOVO-OXFORDIEN

5.1. Introduction

Afin de connaître et de modéliser le comportement à court et long terme des formations argileuses hôte des déchets radioactifs, une investigation approfondie des paramètres intrinsèques de la roche argileuse est nécessaire afin de compléter les données existantes, particulièrement rares pour les aspects thermo-hydro-mécaniques dans le cas de l'argilite du Callovo-Oxfordien. La phase thermique due à l'émission de chaleur des déchets implique un chauffage de la roche argileuse à proximité des galeries de stockage dont il convient de mieux connaître les effets. Comme tout matériau soumis à une élévation de température, les géomatériaux sont soumis à des dilatations thermiques. Cependant, l'hétérogénéité de leur composition minéralogique et le caractère diphasique (à l'état naturel saturé d'eau) ou triphasique (du fait de l'évaporation à proximité des parois de galeries) peuvent engendrer des dilatations différentielles dont il convient d'étudier les conséquences, en particulier lors du chauffage rapide de l'argilite saturée qui, du fait de sa très faible perméabilité, engendre une mise en pression de l'eau qui se dilate beaucoup plus que les constituants solides (pressurisation thermique). D'autre part, une meilleure connaissance de l'effet de la température le comportement mécanique des roches argileuses est nécessaire pour une meilleure compréhension des phénomènes affectant les argilites lors de la phase thermique.

On présente dans ce chapitre les résultats d'une étude expérimentale du comportement thermo-hydro-mécanique de l'argilite du COx obtenus à l'aide de deux cellules de compression isotropes à faible chemin de drainage et de la cellule triaxiale à cylindre creux (les avantages de ces cellules pour les roches argileuses peu déformables et peu perméables ont été présentés dans le chapitre 3). Cette investigation a été effectuée sur des échantillons saturés. La méthode de saturation et l'état initial des échantillons ont été présentés au Chapitre 3 et le principe théorique des essais dans le Chapitre 2. On présente ici, dans un premier temps, la caractérisation hydromécanique effectuée à l'aide d'essai de compression isotrope drainé, et non-drainé à température ambiante. On aborde ensuite le comportement thermique en plusieurs étapes : i) la caractérisation des paramètres thermiques à l'aide d'essais de chauffage drainé et non-drainé, ii) l'étude des effets de la température sur les paramètres hydromécanique à l'aide d'essais de compression isotrope drainé à 80°C et iii) l'étude du phénomène pressurisation thermique à l'aide d'essais de chauffage non-drainé. Cette dernière partie, présentée lors du Symposium International «*Clays in Natural & Engineered Barriers for Radioactive Waste Confinement* » à Nantes en 2010 a ensuite fait l'objet d'un manuscrit

soumis à la revue «*International Journal of Rock Mechanic and Mining Science*» qui est intégré dans le Chapitre.

5.2. Comportement hydro-mécanique à 25°C

Le comportement hydromécanique à 25°C a été étudié par le biais d'essais de compression isotrope drainé et non-drainé dans les deux types de cellules. Il est probable que la différence de forme entre le disque plein et le cylindre creux ait un impact sur l'endommagement créé lors de la taille des échantillons (en intégrant également les effets du séchage), la forme plus compacte de l'échantillon en disque plein étant a priori plus adaptée pour minimiser l'endommagement.

Dans la première partie, on décrit les résultats d'un essai compression isotrope drainé réalisé par cycles de charge et décharge sur le disque plein. La deuxième partie contient les résultats d'un essai de compression drainé par paliers au cylindre creux qui a également permis une estimation par analyse inverse de la perméabilité perpendiculaire au litage de l'argilite sous différentes pressions de confinement. En troisième partie, on présente les résultats d'un essai de compression isotrope non-drainé.

5.2.1. Compression isotrope drainée à 25°C, disque plein

Cet essai a été réalisé sur l'échantillon EST27396 n°3 provenant de la carotte EST27396. Après saturation de l'échantillon, l'essai de compressibilité drainé a été effectué avec une vitesse de chargement de 1kPa/min, suffisamment lente pour avoir une condition drainée avec un chemin de drainage de 1 cm (le choix de cette vitesse a été vérifié par un calcul simple de diffusion unidimensionnelle avec un drainage simple pendant le chargement isotrope drainé). Pendant cet essai dans lequel la variation volumique globale est obtenue à partir du CPV de contrepression, trois cycles de chargement-déchargement ont été suivis.

A partir d'un état de contrainte moyenne initial proche de l'état in-situ (σ = 12MPa, u_w = 4MPa), la pression de confinement a été augmentée de 12MPa à 16MPa, diminuée à 14MPa, augmentée à 18MPa et déchargée à 12MPa et rechargé à 16MPa et finalement déchargée à 12MPa (Figure 5-1).

Durant cet essai, tout le système contenant la cellule, le bain thermostaté et le contrôleur pression volume (CPV) de contre pression sont placés dans une pièce isolée. Un système de thermostatisation a été ajouté pendant le deuxième cycle pour contrôler la température de l'ensemble du dispositif et le CPV autour de 25°C. Durant les cycles de chargement-

déchargement, la variation de volume de l'échantillon est obtenue à partir de la variation de volume mesurée par le CPV de contre pression.

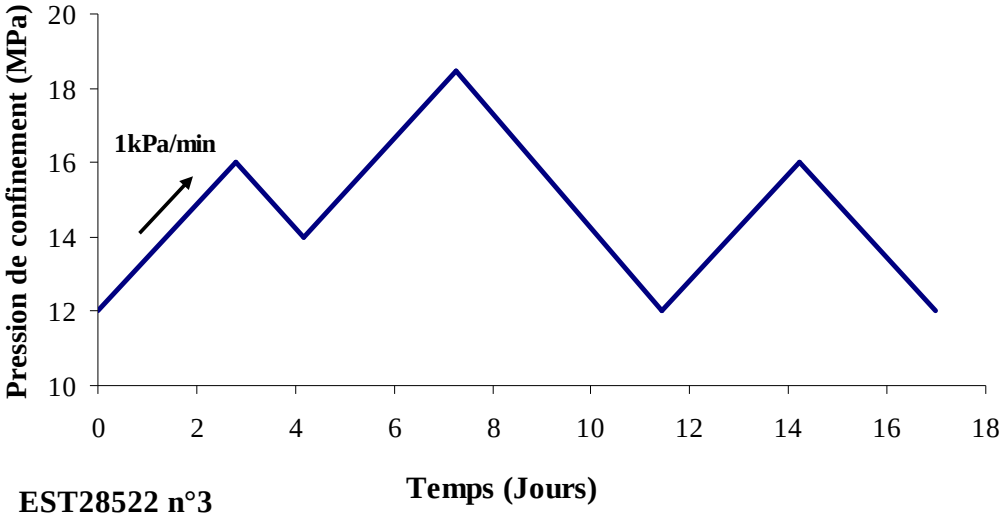


Figure 5-1: Cycle de charge-décharge suivi pour l'essai drainé.

Les résultats obtenus sont présentés en Figure 5-2**.** Durant le premier cycle entre 12, 16 et 14 MPa, la température de la chambre d'isolation n'était pas bien contrôlée et les perturbations liées aux changements de température ambiante ont influencé sur la variation de volume mesurée par le CPV et les valeurs n'ont pas été exploitables. Ce problème a été résolu pendant le deuxième cycle grâce à la thermostatisation.

On observe de faibles déformations irréversibles, de l'ordre respectivement de 0,07 % pour chacun des deux derniers cycles. Pendant un essai drainé la variation de volume d'eau mesuré par le CPV de contre pression est égale à la variation du volume poreux. En considérant l'équation (2-6) donnant la variation du volume poreux en condition de compression drainée isotherme définie par l'équation suivante :

$$\frac{dV_\phi}{V} = -\phi C_p d\sigma = -bC_d d\sigma \qquad \textbf{(5-1)}$$

La courbe présente pour les cycles suivants des variations régulières avec la même pente entre le chargement et le déchargement, comme en attestent les droites de pente 0,5GPa^{-1} représentées aux diverses phases La réponse du troisième cycle entre 12 et 15,5MPa devrait théoriquement être réversible, une part de la déformation irréversible obtenue est donc probablement due à des perturbations de mesure de volume global liées au changement de direction du piston du CPV.

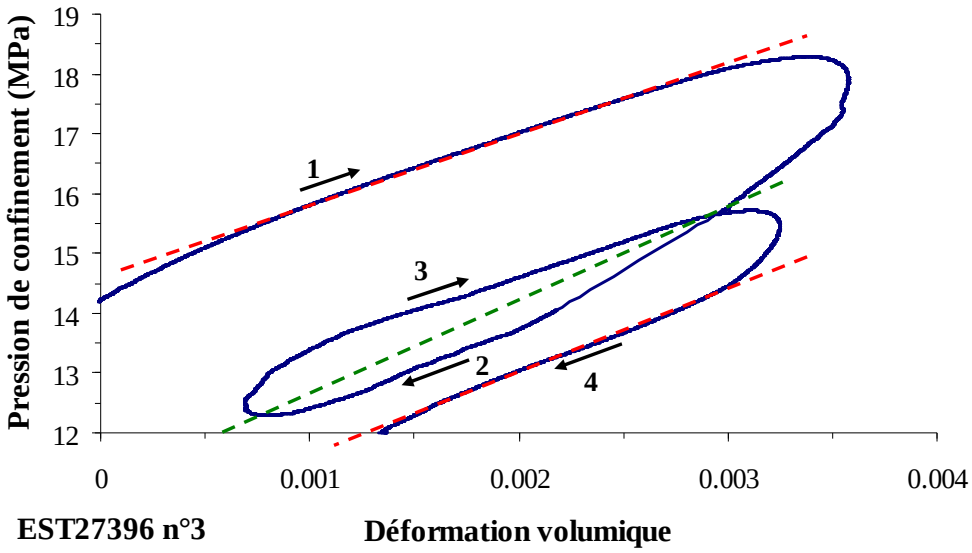


Figure 5-2: Essai de compression drainé à 25°C.

On en déduit donc que la pente élastique (bC_d) calculée à partir du dernier cycle décharge/recharge (Chemin 2-3) est égale à 0,5GPa^{-1} (K_d/b = 2GPa). Un module de compressibilité de volume poreux de C_p=2,27GPa^{-1} en considérant la porosité de cet échantillon égale à 0,22 (Chapitre 3). Avec une valeur de coefficient de Biot entre 0,86 et 0,9 pour la charge entre 12-16MPa (D'après l'essai drainé EST28522 N°1) on obtient une valeur de C_d entre 0,58 et 0,56GPa^{-1}.

5.2.2. Compression isotrope, cylindre creux

On présente ici la phase isotherme à 25°C de l'essai thermomécanique (EST28522 N°1) réalisé sur une éprouvette provenant de la carotte EST28522 dont les caractéristiques initiales ont été présentées au Tableau 3-1 du Chapitre 3. L'essai EST28522 N°1 n'a pas pu être réalisé avec les drainages intérieur et extérieur car les systèmes de connexions des géotextiles n'étaient pas disponibles quand il a été démarré. Les mesures de la compressibilité drainée et non-drainée ont été effectuées après une phase de saturation sous contrainte moyenne initiale (σ = 12MPa, u_w = 4MPa) qui a duré dix Jours, le coefficient de Skempton B_{cor} = 0,82 trouvé prouve la bonne saturation de l'échantillon (Chapitre 3).

5.2.2.1. EST28522N°1 : Compression isotrope drainée à 25°C

Afin de mesurer la compressibilité drainée de l'argilite du COx, on a réalisé un cycle de chargement-déchargement isotrope par paliers de 2MPa de 12MPa à 18MPa (Figure 5-3), Dans chaque palier on augmente d'abord la pression de confinement de 2MPa avec une

vitesse de 0,5MPa/min en condition non-drainée, ce qui engendre une surpression interstitielle au sein de l'échantillon. Cette phase dure 3 - 4 heures. On ouvre ensuite la vanne de drainage en haut et on mesure l'évolution de la contre pression par le capteur de pression connecté en bas de l'échantillon. Après stabilisation de la contre pression et des déformations mesurées par les LVDTs, on réalise le palier suivant. Durant la phase non-drainée de chaque palier, on a mesuré le coefficient de Skempton et la compressibilité non-drainée.

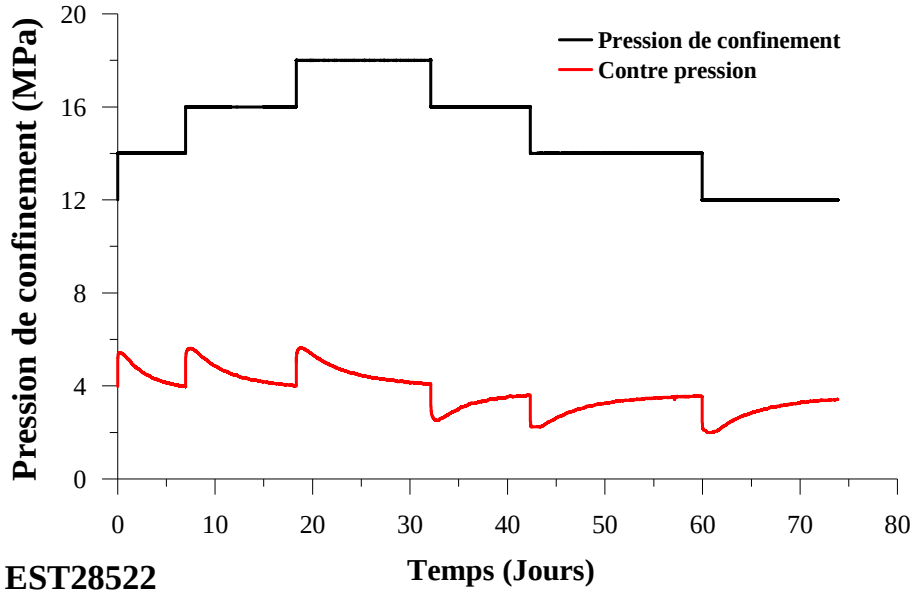


Figure 5-3 : Essai de compression isotrope drainé, évolution de la pression interstitielle et la pression de confinement avec le temps.

La Figure 5-3 présente la réponse en dissipation de pression de pore à chaque palier de chargement et déchargement, d'allure classique et conforme à une cinétique gouvernée par l'équation de consolidation et la Figure 5-4a présente les réponses en déformations axiale (perpendiculaire au litage) et radiale (parallèle au litage) au cours de la dissipation de la contre pression.

La Figure 5-4b présent le chargement et déchargement par palier et les déformations axiale (perpendiculaire au litage) et radiale (parallèle au litage). On observe que, le capteur LVDT axial présente lors du chargement une réponse satisfaisante, bien couplée et plus importante que la déformation radiale moyenne. La forme de l'évolution des déformations en fonction du temps est également compatible avec celle d'un phénomène de dissipation de surpressions interstitielles. Il est cependant à noter que le LVDT semble avoir été bloqué lors du déchargement de 18 à 16MPa et qu'il est probable que l'ensemble de la déformation de la phase 18-14MPa ait été récupéré entre 16 et 14MPa. Les mesures entre 14 et 12MPa ne sont pas non plus satisfaisantes.

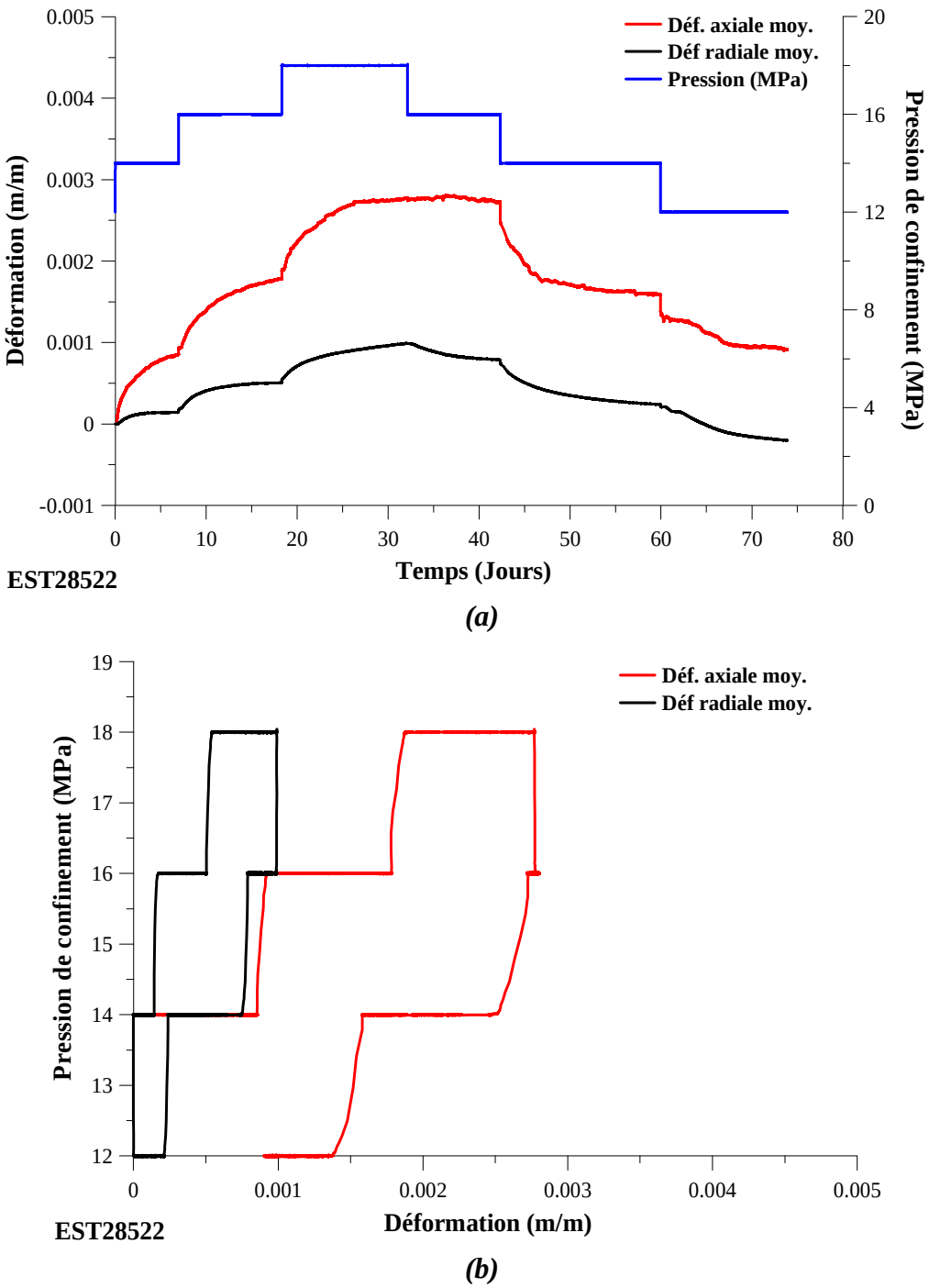


Figure 5-4 : Essai de compression isotrope drainé, évolution des déformations axiale et radiale moyenne (a) au cours du temps ; (b) en fonction de la pression de confinement.

Sur la Figure 5-5, la déformation volumique calculée à partir des réponses des LVDTs est comparée à celle calculée à partir de la variation de volume de CPV de contre pression pour les trois paliers de chargement. La stabilisation de la réponse du CPV montre la bonne étanchéité du système.

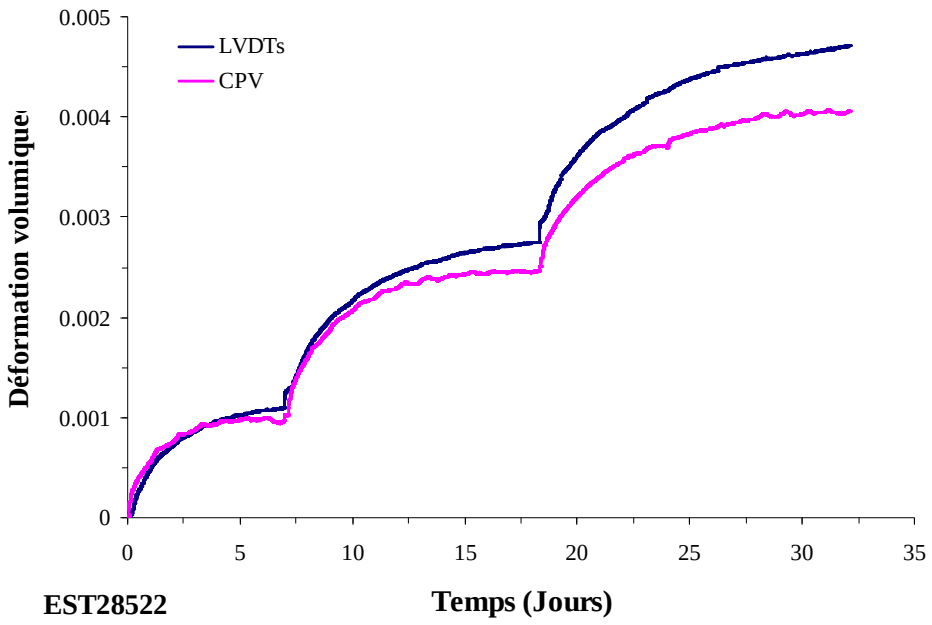


Figure 5-5 : Comparaison de la déformation volumique calculée par les réponses des LVDTs et par la variation de volume de CPV de contre pression.

La déformation volumique calculée par les réponses des LVDTs est de 0,114% entre 12 et 14 MPa (par rapport à 0,1% pour le CPV), 0,164% entre 14 et 16 MPa (0,147% pour le CPV) et de 0,196% entre 16 et 18MPa (0,158% pour le CPV). En utilisant les équations (2-5) et (2-6) pour les déformations d'un milieu poreux en condition drainée, la formule suivante est obtenue pour le rapport entre la variation de volume poreux (dV_ϕ) mesurée par le CPV de contre pression et la variation de volume de l'échantillon (dV) mesuré par les LVDTs.

$$\frac{dV_\phi}{dV} = \frac{dV_\phi / V}{\varepsilon_v} = b \qquad \textbf{(5-2)}$$

D'après l'équation (5-2) la valeur du coefficient de Biot est calculée pour chaque palier de chargement (Tableau 5-1), Une valeur moyenne du coefficient de Biot (b) de 0,85 est considérée pour le chargement entre 12 et 18MPa.

Les rapports entre la déformation axiale et radiale ($R = \Delta\varepsilon_{ax} / \Delta\varepsilon_{rad}$), présentés au Tableau 5-1, considérés uniquement pendant la phase de chargement, décroissent avec la contrainte de 5,95 à 1,96. Cet ordre de grandeur est compatible avec les résultats de Escoffier (2002) (R environ égal à 2) et Coste (1999) (R entre 1 et 5). Les résultats confirment, par le biais d'un essai de compression isotrope, l'anisotropie transverse de l'argilite du COx.

Charge	12-14MPa	14-16MPa	16-18MPa
$\Delta\varepsilon_{ax}$ %	0,085	0,094	0,095
$\Delta\varepsilon_{rad}$ %	0,014*	0,036	0,048
R ($\Delta\varepsilon_{ax}/\Delta\varepsilon_{rad}$)	5,94	2,6	1,96
$\Delta\varepsilon_{vol}$	0,114	0,164	0,196
$\Delta V_{\phi}/V$	0,1	0,146	0,158
b ($\Delta V_{\phi}/V/\Delta\varepsilon_{vol}$)	0,87	0,89	0,81
C_s (GPa^{-1}) $C_d(1-b)$	0,1	0,09	0,156

Tableau 5-1 : Coefficient de Biot et rapport d'anisotropie de déformations au cours de chargement. (*blocage des LVDTs au début d'essai)

On observe que les valeurs de déformation du premier palier et inférieure à celle des deux autres paliers, du fait d'un blocage au niveau des mesures radiales, souvent observé au début de chaque essai.

En utilisant la déformation volumique finale de chaque palier, on a tracé la courbe contrainte-déformation volumique (Figure 5-6). Comme dans l'essai de compression isotrope drainé à taux de chargement constant réalisé dans la cellule isotrope, on observe une réponse assez réversible, mais à présent significativement plus molle et une déformation totale supérieure à celle observée précédemment dans l'essai sur disque plein. Une valeur moyenne de compressibilité drainée de 0,8GPa^{-1} peut être déduite de la courbe de déchargement, compatible avec une valeur moyenne de compressibilité qui serait déduite de la courbe de chargement. Cette valeur est plus élevée que celle de 0,56GPa^{-1} trouvée plus haut. La plus grande déformabilité observée au cylindre creux peut-être due à trois raisons :

- Un endommagement de plus grande ampleur dû à la taille d'un échantillon moins massif du fait du forage intérieur réalisé au sein d'un cylindre dont la paroi extérieure a été réalisée lors du forage en place, avec probablement une exposition plus grande au séchage ;
- Diminution du rapport d'anisotropie des déformations pour l'échantillon en disque plein après les deux premiers cycles chargement-déchargements appliqués.
- un frettage significativement moindre du fait de l'élancement de l'échantillon. Le paramètre significatif dans le cas du cylindre creux est le rapport hauteur/épaisseur (surface frettée), soit 1,8 ; le même coefficient vaut 0,125 dans le cas du disque plein. En d'autres termes, on observerait un raidissement apparent dû au frottement non

négligeable de la face inférieure de l'éprouvette sur le géotextile et l'embase et qui doit réduire significativement l'ampleur de la réponse parallèle au litage.

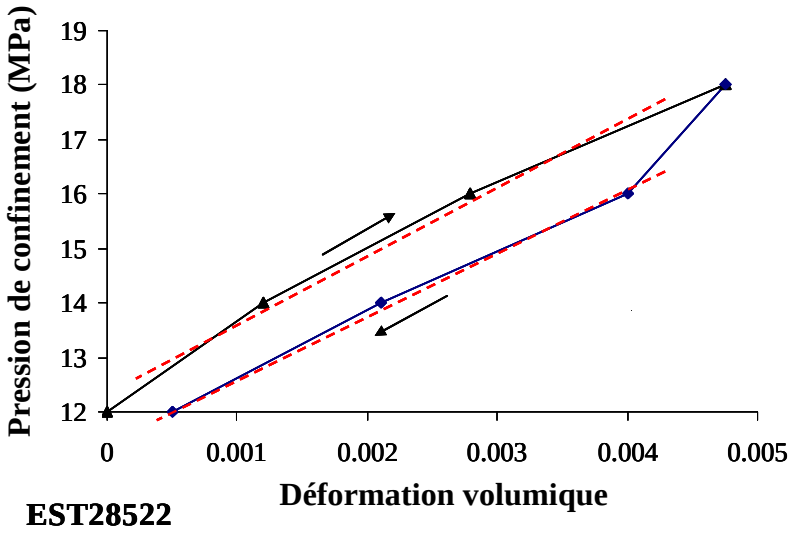


Figure 5-6 : Essai de compression isotrope drainé par paliers : courbe effort-déformation.

Dans l'hypothèse d'une réponse élastique, la relation contrainte-déformation est donnée par l'expression du tenseur élastique :

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_1} & \frac{-\nu_{12}}{E_1} & \frac{-\nu_{12}}{E_1} \\ \frac{-\nu_{21}}{E_2} & \frac{1}{E_2} & \frac{-\nu_{23}}{E_2} \\ \frac{-\nu_{21}}{E_2} & \frac{-\nu_{23}}{E_2} & \frac{1}{E_2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} d\sigma_1 \\ d\sigma_2 \\ d\sigma_3 \end{pmatrix} \qquad \textbf{(5-3)}$$

où E_2 et ν_{23} sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson dans le plan du litage (x_2, x_3) et E_1 et ν_{12} le module d'Young et le coefficient de Poisson dans le plan (x_1, x_2) perpendiculaire au litage. La relation entre les modules d'Young et les coefficients de Poisson est:

$$\frac{\nu_{12}}{E_1} = \frac{\nu_{21}}{E_2} \qquad \textbf{(5-4)}$$

En condition de compression isotrope ($\sigma_1=\sigma_2=\sigma_3=\sigma$ et $\varepsilon_2=\varepsilon_3$) on trouve pour un matériau isotope transverse :

$$\frac{\varepsilon_1}{d\sigma_{iso}} = \frac{1}{E_1}(1-2\nu_{12}) \qquad \textbf{(5-5)}$$

$$\frac{\varepsilon_2}{d\sigma_{iso}} = \frac{1}{E_2}(1-\nu_{21}-\nu_{23}) = \frac{1}{E_2}(1-\frac{E_2}{E_1}\nu_{12}-\nu_{23}) \qquad \textbf{(5-6)}$$

$$\varepsilon_V = \varepsilon_1 + 2\varepsilon_2 = \left(\frac{1}{E_1}(1-4\nu_{12}) + \frac{2}{E_2}(1-\nu_{23})\right) d\sigma_{iso} = C_d d\sigma_{iso} \qquad \textbf{(5-7)}$$

Dans un essai isotrope, le nombre des variables (E_1, E_2, ν_{12}, ν_{21} , ν_{23}) est supérieur au nombre d'équations et la matrice de rigidité drainée ne peut pas être directement calculée à partir d'un essai de compression drainé. La diversité des valeurs du coefficient de Poisson est remarquable et ces valeurs changent avec la teneur en eau, la teneur en carbonate des échantillons testés ainsi que les pressions sous lesquelles les essais de mesure du coefficient a été réalisé, donc on peut pas donner une bonne estimation de E_1 et E_2.

En mécanique des sols, la réponse transitoire en déformation lors de la phase de dissipation des surpressions interstitielles lors de la consolidation des sols saturés est utilisée pour une détermination indirecte de la perméabilité. Dans ce contexte, on utilise une solution analytique uniaxiale décrivant la dissipation de surpression interstitielle engendrée au sein de l'échantillon après un chargement non-drainé ainsi que le volume d'eau sortant de l'échantillon et la déformation de l'échantillon pendant la phase de diffusion (Figure 5-7, Figure 5-8).

Dans le cas d'une dissipation unidimensionnelle, l'équation de diffusion est définie par (Rice, 1976) :

$$\frac{du_w}{dt} = \frac{k}{\eta_w S}\frac{\partial^2 u_w}{\partial z^2} = c_v \frac{\partial^2 u_w}{\partial z^2} \qquad \textbf{(5-8)}$$

S est le coefficient d'emmagasinement en condition isotrope :

$$S = bC_d + \phi(C_w - (1-b)C_d) \qquad \textbf{(5-9)}$$

où k est la perméabilité verticale de l'échantillon à 25°C, η_w la viscosité de l'eau à 25°C (0,00089Pa.s), C_w la compressibilité de l'eau à 25°C (0,447GPa^{-1}) et C_d la compressibilité drainée de l'échantillon à 25°C (0,8 GPa^{-1}) et ϕ la porosité de l'échantillon qui est de 17,7% et b est le coefficient de Biot (0,85). Dans une compression unidimensionnelle avec un seul drainage en bas de l'échantillon la longueur de drainage (H_{dr}) est égale à l'épaisseur de l'échantillon (73mm).

On a également u_w = 0 à z =0 (base de l'échantillon) à tout moment. A t = 0, la réponse de la pression interstitielle après la phase non drainée est u_{w0}. La pression interstitielle de

l'échantillon à l'instant *t* et à la hauteur *z* est calculée par une solution analytique de l'équation de Fourier (Carslaw and Jaeger, 1959) :

$$u_w(z,t) = \sum_{i=0}^{i=\infty} \left[\frac{2u_{w0}}{m} \sin\left(\frac{mz}{H_{dr}} \right) \right] e^{-m^2 T_v} \qquad \textbf{(5-10)}$$

où $m = \frac{\pi}{2}(2i+1)$, *i* est un nombre entier , $T_v = \frac{c_v t}{H_{dr}^2}$ est le temps caractéristique et H_{dr}=la longueur de chemin de drainage.

En remplaçant $z = H_{dr}$ dans l'équation (5-10) on a simulé la pression interstitielle mesurée par le capteur de pression installé en haut de l'échantillon au cours de diffusion (Figure 5-7), La déformation volumique de l'échantillon à l'instant *t* a été calculée en utilisant l'approche du degré de consolidation moyen $\overline{U}$:

$$\overline{U} = \frac{\varepsilon_v(t)}{\varepsilon_{vFinal}} = 1 - \frac{\frac{1}{2H_{dr}} \int_0^{2H_{dr}} u_w dz}{u_{0w}} \qquad \textbf{(5-11)}$$

Où $\varepsilon_v(t)$ est la déformation à l'instant *t*. En utilisant les équations (5-10) et (5-11), la déformation volumique de l'échantillon à l'instant *t* est :

$$\varepsilon_v(t) = \varepsilon_{vFinal}(1 - \sum_{m=0}^{m=\infty} \frac{2}{m^2} e^{-m^2 T_v}) \qquad \textbf{(5-12)}$$

Le volume d'eau sortant de l'échantillon est calculé à partir de la loi de Darcy ($q = \frac{-k}{\eta_w}\frac{\partial u}{\partial z}$) :

$$V(t) = \int dV(t)dt = \int \frac{-kA}{\eta_w}\frac{\partial u}{\partial z} dt = \frac{-kA}{\eta_w}\frac{2u_0}{H_{dr}} \sum_{m=0}^{m=\infty} \left[\frac{H_{dr}^2}{m^2 S} \cos(\frac{mz}{H_{dr}})(1 - e^{-m^2 T_v}) \right]$$

(5-13)

Afin d'avoir une valeur proche du volume sortant en bas de l'échantillon mesuré par le CPV de contre pression, il est nécessaire de considérer dans l'équation (5-13) une valeur petite de *z* par rapport de la hauteur de l'échantillon. (Ex. *z* = 0,01mm).

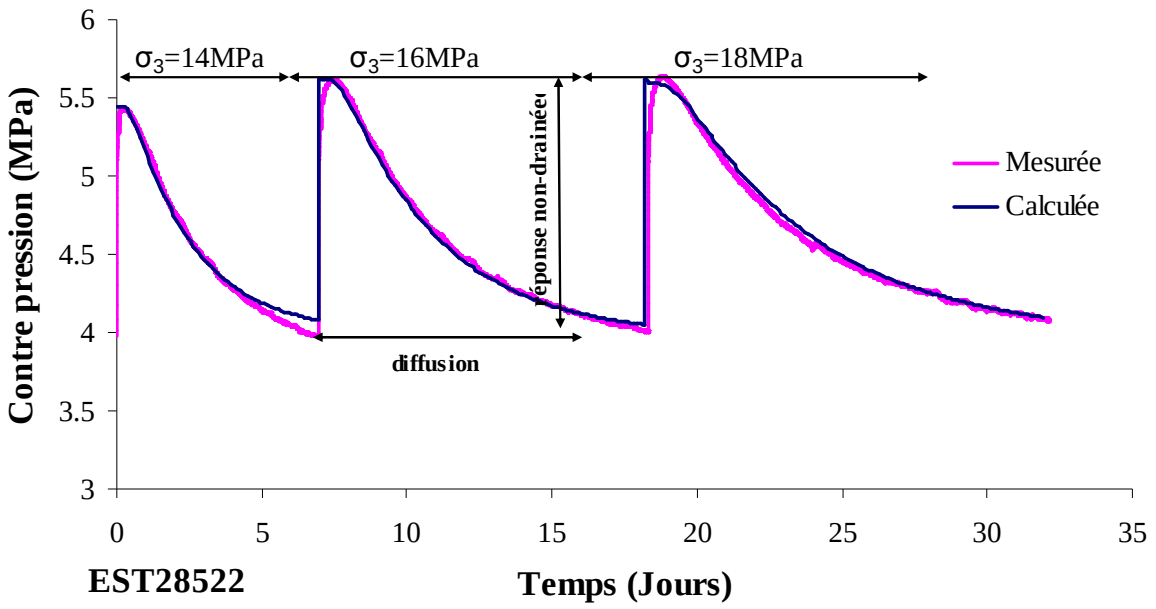


Figure 5-7 : Dissipation de surpression au cours du temps ; réponse mesurée et calculée.

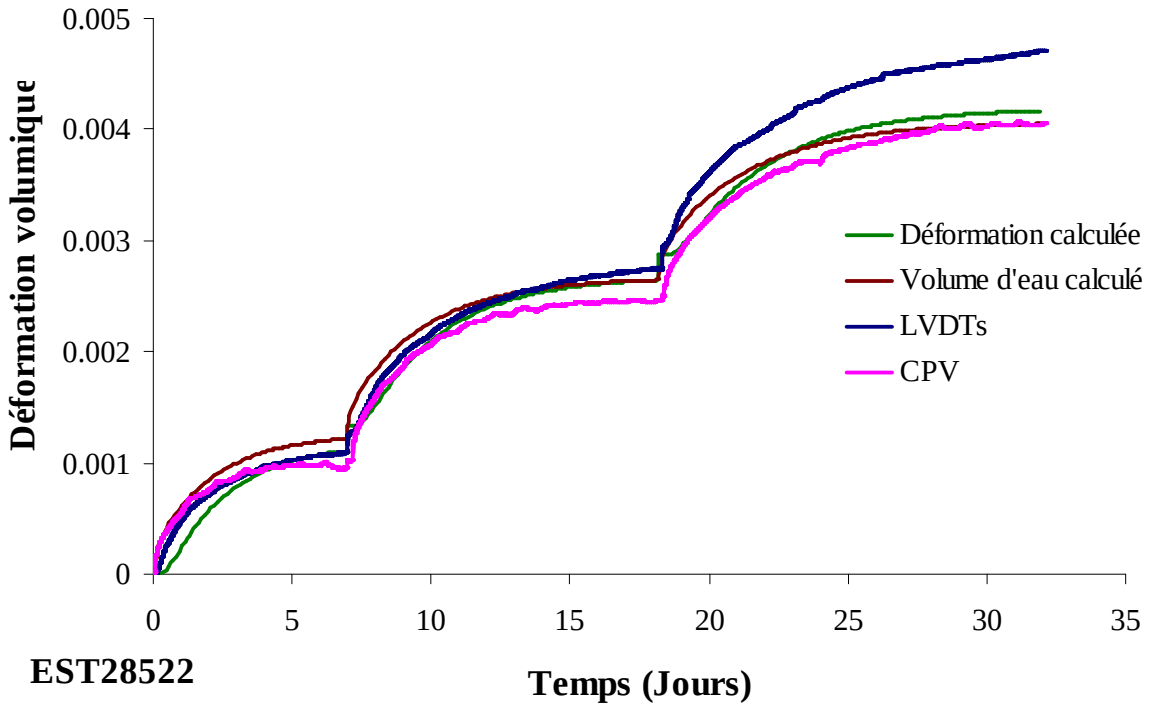


Figure 5-8 : Consolidation de l'argilite en trois phases ; les réponses des LVDTs, des CPVs et les réponses calculées par la solution analytique.

A partir de la solution analytique, on a simulé la diffusion de pression interstitielle (Figure 5-7) ainsi que la déformation volumique de l'échantillon pour les trois paliers de chargement (Figure 5-8).

On a estimé la perméabilité de l'argilite du COx sous les différentes pressions de confinement en simulant la déformation volumique et la contre pression, ce qui a donné les valeurs suivantes :

- k=9×10^{-21} m^2 à 14MPa,
- k=6×10^{-21} m^2 à 16MPa,
- k=4×10^{-21} m^2 à 18MPa.

On représente les variations de perméabilité en fonction de la porosité sur la Figure 5-9 où l'on observe la diminution logique de la perméabilité en fonction de la porosité.

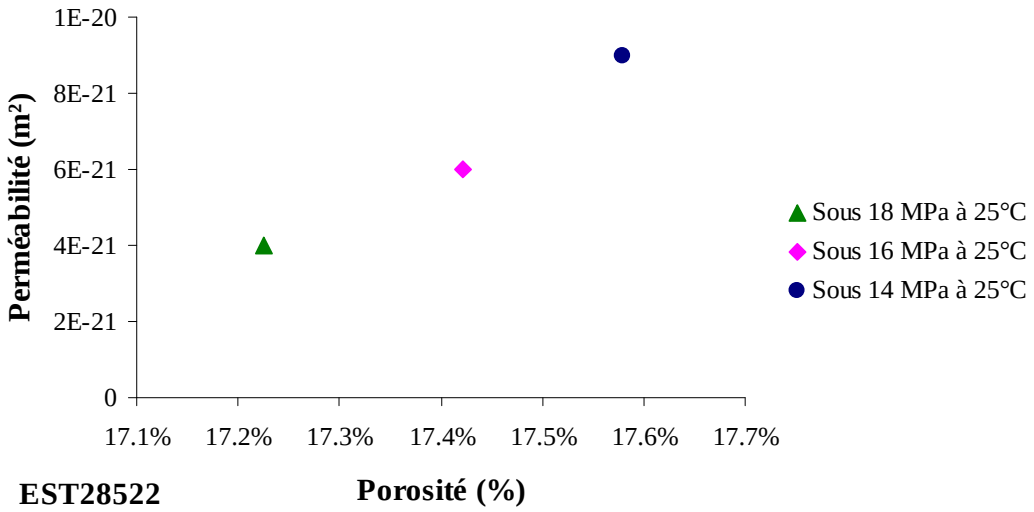


Figure 5-9 : Variation de la perméabilité en fonction de la porosité.

	Pression de confinement (MPa)		
Paramètre	12 à 14	14 à 16	16 à 18
Coefficient de Skempton (non corrigé)	0,71	0,8	0,8
Coefficient de Skempton (Corrigé)	0,74	0,85	0,85
Coefficient de Biot	0,87	0,89	0,81
Compressibilité drainée moyenne (GPa^{-1})	0,8		
Compressibilité non-drainée théorique (GPa^{-1})	0,2		
Perméabilité (m²)	0,9×10^{-20}	0,6×10^{-20}	0,4×10^{-20}

Tableau 5-2 : Paramètres hydro mécaniques de l'argilite du COx pendant la phase de chargement.

Le Tableau 5-2 présente l'ensemble des paramètres hydro-mécaniques de l'argilite du COx déterminés par cet essai de compression isotrope drainé par palier.

Le Tableau 5-2 inclut les mesures et les corrections du coefficient de Skempton lors des phases de compression instantanées (qui montrent une bonne saturation) et les valeurs corrigées du coefficient de compression non-drainé. Par expérience on sait que les LVDTs se bloquent au début de chaque étape de chargement alors les déformations mesurées au début du chaque palier sont très petites et elles ne peuvent pas être utilisés pour le calcul de la compressibilité non-drainée. Afin d'estimer la compressibilité non-drainée, le calcul théorique par l'expression (2-24) rappelée au-dessous est proposé :

$$C_u = C_d(1 - Bb) \qquad \textbf{(5-14)}$$

La valeur calculée pour la compressibilité non-drainée théorique à partir de la compressibilité drainée et le coefficient de Skempton et le coefficient de Biot est présentée au Tableau 5-2.

5.2.2.2. EST28522 N°1 : Compression isotrope non-drainée à 25°C

Le module de compressibilité non-drainé a été mesuré avec un cycle de chargement-déchargement non-drainé avec une vitesse de 4kPa/min. La Figure 5-10 montre la rampe de montée en pression de confinement imposée par le contrôleur pression-volume (CPV) ainsi que la réponse en pression de pore mesurée par le capteur connecté en bas de l'échantillon. Le coefficient de Skempton ($\Delta u_w/\Delta\sigma$) corrigé en considérant l'effet du système de drainage est de 0,82 (Chapitre 3).

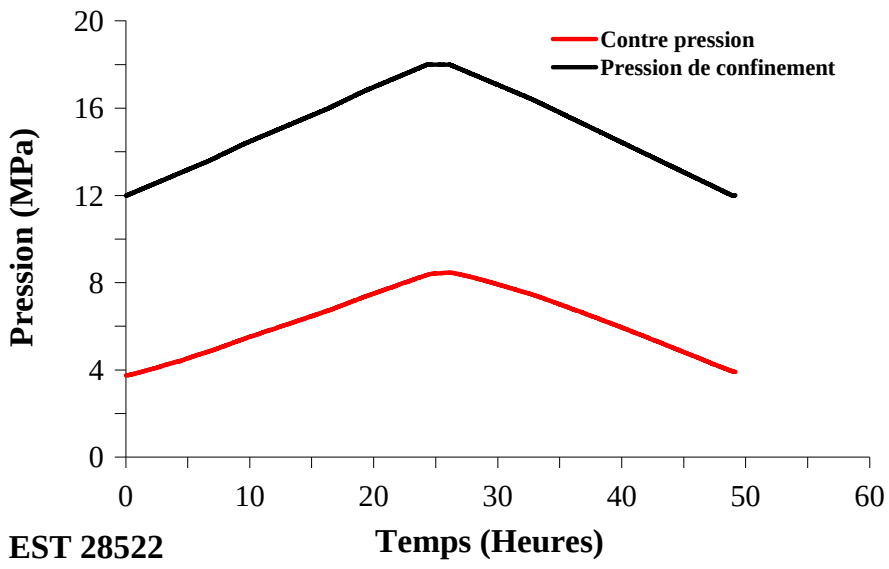


Figure 5-10 : Essai de compression isotrope non-drainé, évolution de la pression interstitielle avec le temps.

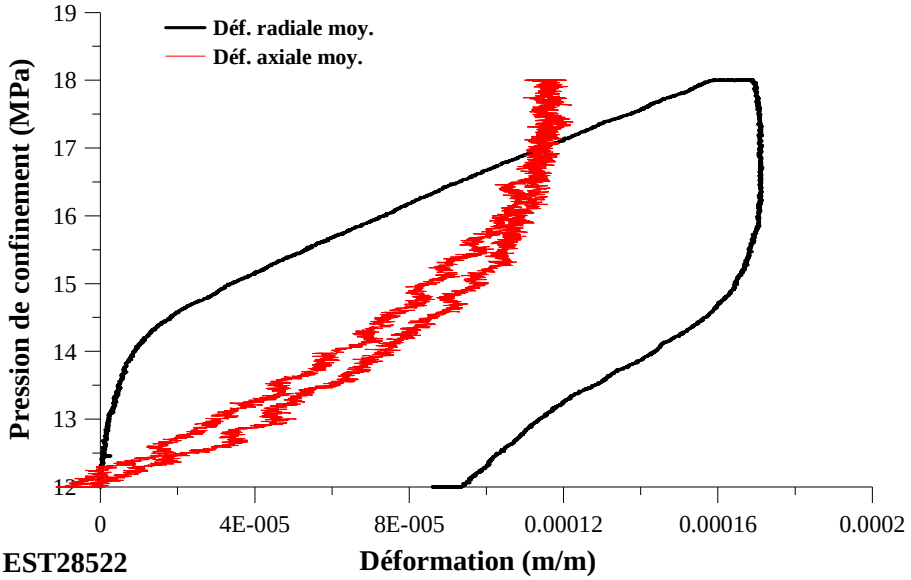


Figure 5-11 : Essai de compression isotrope non-drainé, évolution des déformations axiale et radiale moyennes (LVDTs).

La Figure 5-11 montre les mesures de déformations locales pendant la compression non-drainée. La réponse en déformation radiale semble satisfaisante alors qu'un problème affecte visiblement la mesure axiale avec une très forte rigidité apparente entre 15 et 18MPa. Il convient de rappeler que l'ampleur maximale des déformations axiales mesurées à 18MPa est de 4µm (0,011 %), on est donc un peu à la limite de précision du système, sachant que la résolution du LVDT est de 1 µm. De même, les faibles déformations lues pendant les phases préalables des chemins de charge (entre 12 et 14MPa) et de décharge (entre 18 et 15MPa) sont probablement liées à des phases de mise en place du système (échantillon +membrane+ contact de la tige du LVDT) lors du démarrage de l'essai et du changement de direction du chargement.

Etant donné que dans un matériau anisotrope transverse comme l'argilite du COx, la déformation perpendiculaire au litage (axiale) est plus importante que la déformation parallèle au litage (radiale), la déformation axiale ($\varepsilon_{ax} = R\varepsilon_{rad}$) a été estimé à partir de la valeur moyenne du rapport anisotropie de l'essai précédent (R = 3,5). La déformation volumique est calculée à partir de la déformation axiale estimée et de la déformation radiale mesurée par l'expression suivante :

$$\varepsilon_1 + 2\varepsilon_2 = (R + 2)\ \varepsilon_2 \qquad \textbf{(5-15)}$$

La courbe contrainte-déformation volumique est présentée en Figure 5-12 , le module de compression non-drainé C_u^{mes} de l'argilite est estimé à partir de la gamme de contrainte centrale de charge et décharge afin d'éviter l'effet de blocage des LVDTs.

Il est intéressant d'observer que les valeurs en chargement et en déchargement sont très proches et valent respectivement 0,19 et 0,24GPa^{-1}, la valeur moyenne de la compressibilité mesurée en chargement et déchargement est considérée comme le module de la compressibilité non-drainé mesuré C_u^{mes}= 0,215GPa^{-1}. Il est à noter qu'il conviendrait d'avoir une lecture axiale correcte pour avoir une description plus précise des propriétés de compression non drainée, incluant les aspects anisotropes.

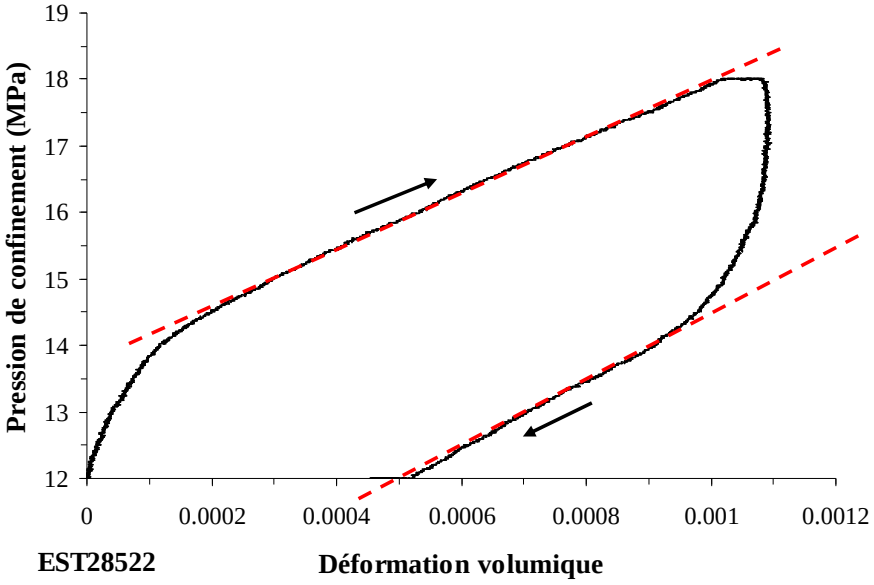


Figure 5-12 : Essai de compression isotrope non-drainé, déformation volumique- pression de confinement.

Comme expliqué au Chapitre 2, la compressibilité non-drainée est affectée par la déformabilité et la porosité du système de drainage et la correction à apporter est donnée par l'équation 2-36. Le module non-drainé corrigé est décrit par l'équation suivante :

$$C_u^{cor} = C_d - \frac{C_d - C_u^{mes}}{1 + \frac{1}{V(C_d - C_s)}\left(V_p C_{dp} - \frac{V_p(C_{dp} + \phi_p C_w) + V_L(C_w + C_L)}{(C_d - C_s)}(C_d - C_u^{mes})\right)} \qquad \textbf{(5-16)}$$

où V est le volume de l'échantillon, C_{dp} est la compressibilité drainée de l'éléments poreuse (pierres poreuses en bas et en haut de l'échantillon, C_{dp}), ϕ_p est la porosité des pierres poreuses et C_L, V_L sont la compressibilité et le volume des tuyaux des connexions. Dans cette formule, les compressibilités de la matrice solide des éléments poreuses sont négligées devant les compressibilités drainées de ces éléments.

C_u^{cor} est calculée avec les paramètres trouvés lors des essais d'étalonnages de la cellule à cylindre creux (Chapitre 3).

Dans le cas de l'essai sur l'échantillon EST28522 N°1, le volume total de l'échantillon (V) est égal à 366938mm^3 et les paramètres du système de drainage sont les suivants (Chapitre2):

Volume poreux des pierres poreuses V_P = 20106mm^2, C_{dp} = 1,08GPa-^{1}, ϕ_p=22%, compressibilité des circuits C_L = 0,32GPa^{-1}, volume de circuits V_L = 26 262mm^2.

Les paramètres de la roche sont les suivants : compressibilité drainée de l'argilite à 25°C C_d =0,8GPa^{-1} (Chapitre 6); compressibilité de la matrice solide C_s = 0,12GPa^{-1} (Considérant le coefficient de Biot b=0,85); porosité ϕ = 0,177 (Chapitre 3) ; compressibilité de l'eau à 25°C C_w = 0,447GPa^{-1} (Spang, 2002).

La valeur mesurée de la compressibilité non-drainée est corrigée par l'équation (5-16) et on obtient la valeur corrigée de C_u^{cor} = 0,18GPa^{-1}. On observe que la valeur corrigée est bien compatible avec la valeur théorique de C_u=0,2GPa^{-1} donnée au Tableau 5-2.

5.2.3. Conclusion sur le comportement hydromécanique

Les essais ont été réalisés sur des échantillons saturés sous des conditions de contraintes proche de celles en place (σ = 12MPa, u_w = 4MPa). Le comportement volumique drainé élastique à 25°C a été étudié d'une part par la cellule isotrope à faible chemin de drainage sur l'échantillon à disque plein et d'autre part par un essai de compression isotrope drainé et par un essai de compression isotrope non-drainé à 25°C à la cellule à cylindre creux. En raison de la faible déformabilité de l'argilite du COx, les mesures des déformations par les capteurs LVDTs en conditions non-drainées et en début de chaque séquence de compression drainée ont été perturbés et à la limite de la précision des capteurs LVDTs.

Les conclusions suivantes sont tirées à partir d'analyses des résultats des essais :

- l'argilite du COx et un matériau isotrope transverse ; le rapport anisotropie (R) diminue de 5,94 à 1,96 avec l'augmentation de pression de confinement ;
- La perméabilité décroît légèrement de 0,9 à 0,4×10^{-20}m^2 quand la porosité décroît de 17,6% à 17,2% pour des pressions de confinement (σ=14MPa-18MPa, u_w=4MPa). Il s'agit de valeurs un peu inférieures à celle de la bibliographie (Escoffier (2002)) de 0,5-1×10^{-20} m^2 (σ = 20 MPa , u_w = 1-2MPa) et de 1-10 ×10^{-20} m^2 (σ=10MPa, u_w = 1-2MPa) ;
- Le module de compressibilité drainé élastique peut être estimé après l'application quelque cycles, cette valeur est moins élevé que la valeur obtenu par un seul cycle.

Les paramètres hydromécaniques obtenus sont présentés au Tableau 5-3 et comparés avec les valeurs théoriques calculées par les équations poromécaniques décrites au chapitre 2 :

	Paramètre	Cellule isotrope EST27396 n° 3	Cellule cylindre creux EST28522 N°1	Valeur théorique	
σ (MPa)	Pression de confinement	12-18	12-18	A partir de C_d, ϕ de EST27396 n°3 et b=0,85	A partir de C_d, ϕ de EST28522 N°1 et b=0,85
u_w (MPa)	Pression interstitielle	4	4		
ϕ	Porosité	0,22	0,177		
C_d (GPa^{-1})	Module de compressibilité isotrope drainé	0,56 élastique	0,8		
b	Coefficient de Biot moyen		0,85		
B	Coefficient de Skempton	0,85	0,82	0,85	0,9
$\underline{C_u}$ (GPa^{-1})	Module de compressibilité isotrope non-drainé		0,18	0,16	0,2
$\underline{Cs}$ (GPa^{-1})	Module de compressibilité des grains solides			0,084	0,12
k (m²)	Perméabilité		$0{,}9\times10^{-20}$ – $0{,}4\times10^{-20}$		

Tableau 5-3 : Les paramètres hydromécanique de l'argilite du COx.

Sur le Tableau 5-3 on observe que les valeurs calculées théoriquement sont assez proches des valeurs mesurées.

5.3. Comportement thermo-hydro-mécanique

Ce paragraphe présente les résultats de l'étude expérimentale conduite à température contrôlée sur l'argilite du COx sur deux dispositifs, la cellule triaxiale à cylindre creux et la cellule isotrope à disque plein. On présente les résultats de deux essais thermomécaniques : une partie du premier essai EST28522 N°1 réalisée à température ambiante a déjà été présentée dans la partie sur le comportement instantané HM ; le deuxième essai EST28520 N°2 est entièrement thermo-mécanique. On présente également un essai d'étude de la pressurisation thermique par le chauffage non-drainé dans la cellule à disque plein.

5.3.1. Essai EST28522 N°1

L'ensemble du chemin thermomécanique suivi lors de l'essai EST28522 N°1 dont on a présenté ci-dessus la partie de compression isotrope à 25°C est représenté sur la Figure 5-13. La contrepression a toujours été maintenue égale à 4MPa. Suite à l'essai de compression drainé sous une contrainte de confinement entre 12 et 18MPa, l'essai comprend :

- Une phase de chauffage drainé sous contrainte en place (σ = 12MPa, u_w = 4MPa) jusqu'à 80°C ;
- Une phase de compression isotrope drainée à 80°C jusqu'à 13,6MPa suivie d'un déchargement à 12MPa ;
- Une phase de refroidissement ;
- Une phase de chauffage non-drainé sous contrainte en place jusqu'à 43°C (au-dessus de cette température le taux de fuite de l'essai est devenu importante et la phase de chauffage non-drainé a cessé ; le comportement de l'éprouvette au refroidissement n'a pas pu être étudié).

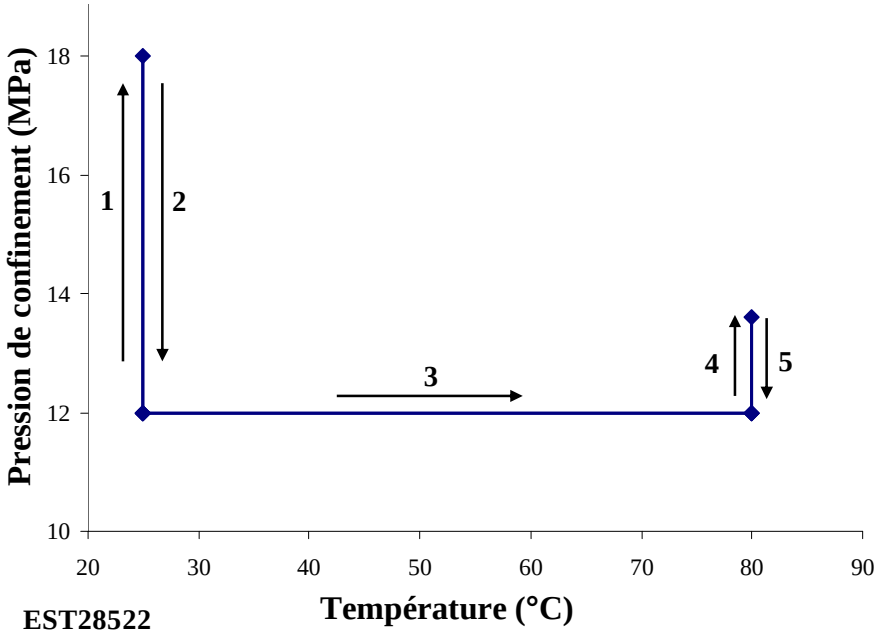


Figure 5-13 : Chemin thermomécanique suivi par l'essai EST28522 N°1.

5.3.1.1. : Chauffage drainé de 25°C à 80°C sous contrainte en place

Dans un essai de chauffage sur un échantillon saturé, le changement de volume mesuré par le CPV de contre-pression est composé de quatre éléments :

- la variation de volume des grains solides ;
- la variation de volume de l'eau de l'échantillon ;

- la variation de volume du système de drainage ;
- la variation volumique totale de l'échantillon,

Selon l'expression suivante :

$$\frac{\Delta V_{CPV}}{V} = \alpha_s(1-\phi)\Delta T + \alpha_w \phi \Delta T + \alpha_l \frac{V_l}{V}\Delta T + \varepsilon_v \qquad \textbf{(5-17)}$$

où ε_v est la déformation volumique de l'échantillon (positive en contraction), $\frac{\Delta V_{CPV}}{V}$ est le changement de volume d'eau du CPV (positif quand l'eau sort de l'échantillon). α_s, α_w et α_l sont respectivement les coefficients de dilatation thermique des grains solides, de l'eau et du système de drainage. $\phi = 17,7\%$ est la porosité de l'échantillon.

α_w est une fonction de la température et de la pression d'eau, selon la formule suivante (D'après Juza (1966) donné par Baldi et al. 1988) :

$$\alpha_w(T,p) = \alpha_0 + (\alpha_1 + \beta_1 T)\ln mp + (\alpha_2 + \beta_2 T)(\ln mp)^2 \qquad \textbf{(5-18)}$$

où la température est en °C et la pression en MPa. Les valeurs des constantes sont $\alpha_0 = 4,505\times10^{-4}(°C)^{-1}$, $\alpha_1 = 9,156\times10^{-5}(°C)^{-1}$, $\alpha_2 = 6,381\times10^{-6}(°C)^{-1}$, $\beta_1 = -1,2\times10^{-6}(°C)^{-2}$, $\beta_2 = -5,766\times10^{-8}(°C)^{-2}$ et m=15MPa. Selon cette formule, le coefficient α_w de l'eau de contre pression sous 4MPa varie entre $2,65\times10^{-4}(°C)^{-1}$ et $5,19\times10^{-4}(°C)^{-1}$ pour une variation de température entre 25°C et 80°C.

L'essai de chauffage drainé a été réalisé en chauffant la cellule en condition drainée jusqu'à 80°C avec une vitesse de 0,5°C/h (Figure 5-14), choisie assez lente afin d'avoir un drainage satisfaisant durant l'essai (Sultan et al. 2002)

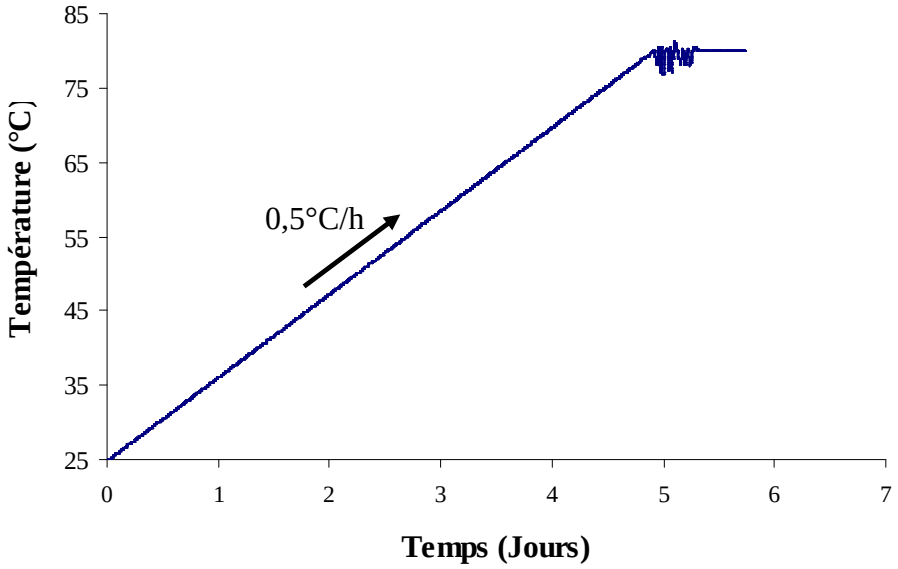


Figure 5-14 : Evolution de la température au cours du temps.

Une fois la cible de 80°C atteinte, on a observé une fluctuation de température pendant cinq heures qui s'est stabilisée avec une précision de ±0,1°C autour de 80°C.

On présente en Figure 5-16 la déformation volumique calculée à partir des réponses des LVDTs et des mesures des CPVs de drainage. On observe que le CPV donne des réponses plus faibles que les LVDTs, avec cependant une assez bonne compatibilité globale des mesures. On estime que les mesures directes des LVDTs sont plus représentatives de la réponse du matériau, les mesures du CPV pouvant être altérées par le fait que le CPV n'est pas à la même température que l'éprouvette avec des températures changeantes.

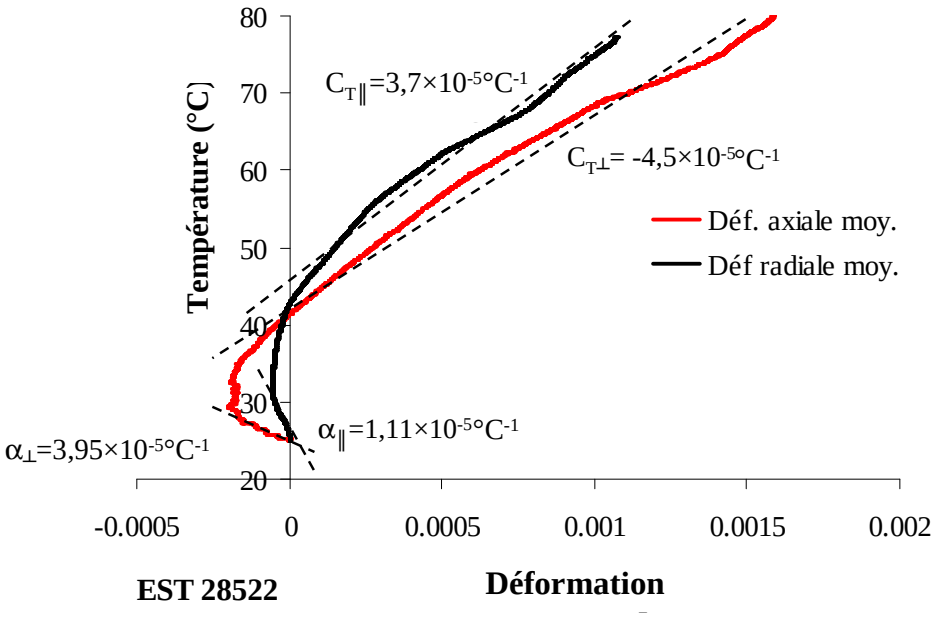


Figure 5-15 : Essai de chauffage drainé ; Déformation axiale et radiale moyenne.

Sur la Figure 5-15 on observe que la contraction thermique dans la direction perpendiculaire au litage ($C_{T\perp}$=-4,5×10^{-5}(°C)$^{-1}$) est plus importante que dans la direction parallèle au litage ($C_{T\parallel}$=-3,7×10^{-5}(°C)$^{-1}$) ; de même, et la dilatation thermique dans la direction perpendiculaire au litage ($\alpha_{\perp}$=3,95×10^{-5}(°C)$^{-1}$) est plus importante que dans la direction parallèle au litage ($\alpha_{\parallel}$=1,11×10^{-5}(°C)$^{-1}$) .

Sur la Figure 5-16 on observe qu'après une phase initiale de dilatation jusqu'à une température assez faible (32°C avec les LVDT et 28°C avec le CPV) l'éprouvette se contracte pour revenir à la déformation initiale (42°C avec les LVDT et 33°C avec le CPV) pour atteindre finalement une valeur de déformation de contraction de 0,4 % à 80°C. Cette réponse dilatante-contractante est comparable à celle obtenue sur l'argile de Boom (Hueckel et Baldi (1990) ; Sultan et al., (2002)). La courbe de contraction est linéaire dans le cas de la mesure globale externe et non linéaire dans le cas de la réponse des LVDTs.

Le coefficient de dilatation thermique (α_{dil}) calculé pour la phase dilatante est environ de $6\times10^{-5}(°C)^{-1}$ (CPV et LVDTs) et le coefficient de contraction thermique elasto-plastique (C_{T1}) est de $-10\times10^{-5}(°C)^{-1}$ par la réponse des LVDTs et de $C_{T2} = -8{,}4\times10^{-5}(°C)^{-1}$ par la repose de CVP de contre pression.

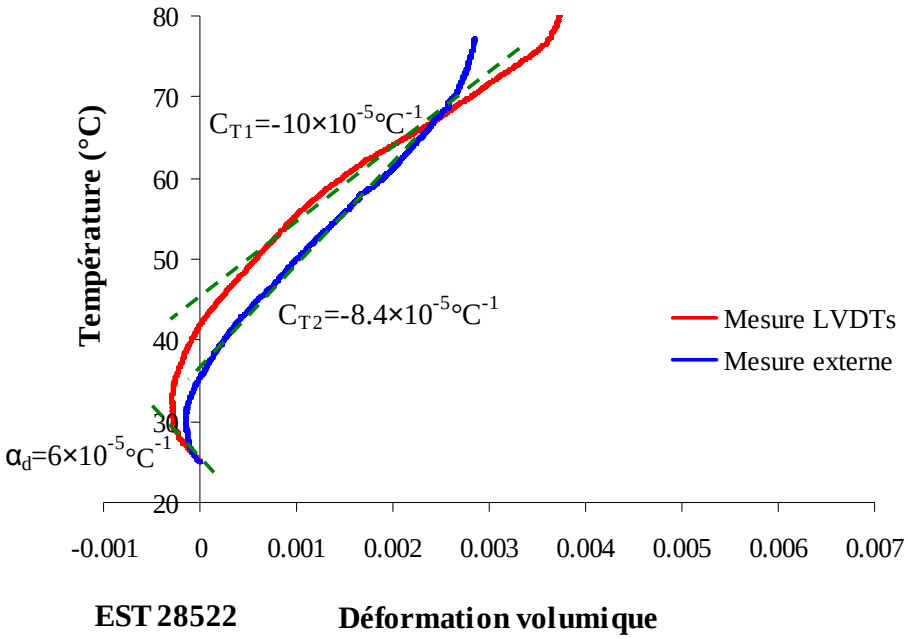


Figure 5-16 : Réponse en chauffage drainé sous contrainte en place.

5.3.1.2. Compression isotrope drainée à 80°C

Un essai de compression (initialement supposé drainé) à une température de 80°C dans lequel la pression de confinement a été augmentée de 12 à 13,6MPa (contrepression de 4 MPa) en 2,7 jours à un taux de 0,4kPa/mn a ensuite été réalisé. L'essai a été arrêté à 13,6MPa en raison d'une peine dans le CPV de confinement.

Dans cet essai, un seul LVDT radial a bien fonctionné. De plus, on n'a pas pu utiliser la réponse du CPV de contre pression à cause de fuites apparaissant à 80°C (sur un système étanche à 25°C). Cette fuite est due au comportement déficient des vannes et des raccords haute pression à 80°C.

On présente en Figure 5-17 la rampe de montée en pression de confinement suivie d'un palier maintenu pendant 6 jours sous 13,6MPa et d'un déchargement sous un taux égal à celui du chargement.

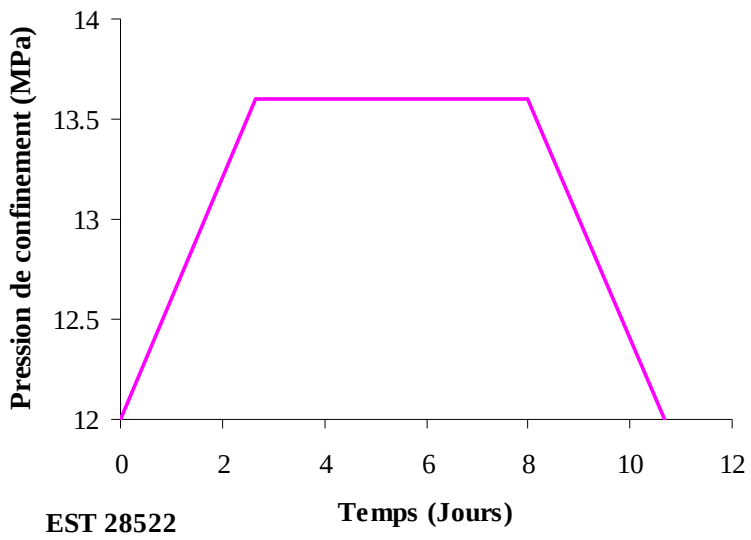


Figure 5-17 : Chemin de chargement, essai de compression drainé à 80°C.

La courbe effort-déformation obtenue est présentée en Figure 5-18. Sa validité dépend bien sûr de la validité de la lecture de LVDT et demande à être vérifiée et confrontée à d'autres essais du même type.

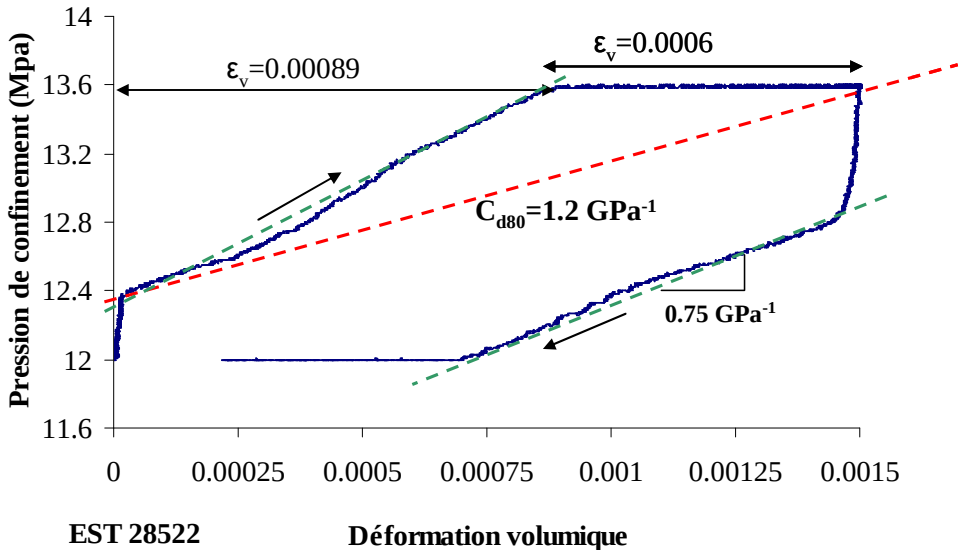


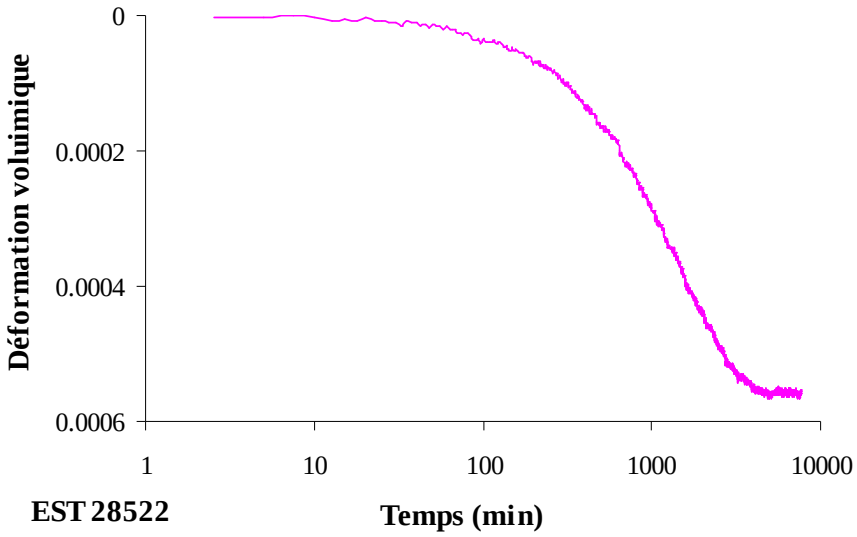
Figure 5-18 : Essai de compression isotrope drainé à 80°C.

Elle permet néanmoins plusieurs constatations :

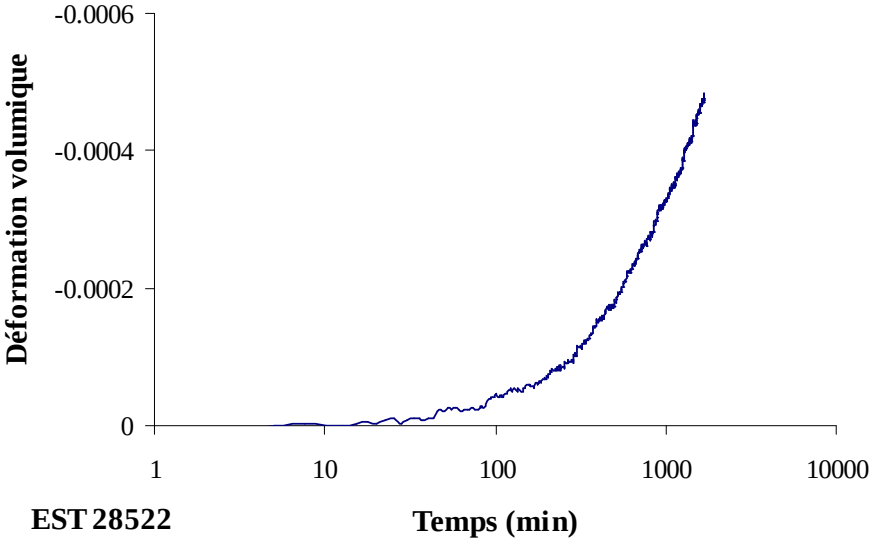
- Un passage de 12 à 12,4MPa est nécessaire avant de mobiliser le LVDT ;
- La déformation totale obtenue entre 12,3 et 13,6MPa est de 0,089% ;
- Une déformation de 0,06% est donnée par le système sous 13,6MPa pendant la période de 6 jours;
- Il est nécessaire de décharger la contrainte de confinement de près de 1MPa (13,6 à 12,8MPa) pour mobiliser le LVDT le long d'un chemin de décharge ;
- La déformation observée entre 12,8 et 12MPa est de 0,004%.

Le décalage observé sur les mesures de LVDT rappelle que l'ordre de grandeur des déformations mesurées correspondantes est très faible avec une déformation inférieure à 0,15% (soit un déplacement de 75µm) pour un incrément de contrainte de 1,6MPa (faible également pour un matériau d'une telle rigidité). Il est clair que, par rapport à ce premier essai, il conviendra d'appliquer des incréments de contrainte supérieurs pour une meilleure détermination des modules.

On représente en Figure 5-19a, en fonction du logarithme du temps, la courbe de déformation sous contrainte constante de 13,6MPa pendant les 6 jours après la fin du chargement. En Figure 5-19b est présentées l'évolution des déformations sous 12MPa pendant les 1,2 jours après la fin de déchargement.



(a) Consolidation sous 13,6 après chargement.



(b) Gonflement sous 12MPa après déchargement.

Figure 5-19 : Déformation sous la charge constante observée à 80°C : (a) Sous 13,6MPa (b) Sous 12MPa.

Sur la Figure 5-19a on observe une allure tout à fait caractéristique de courbe de consolidation illustrant une dissipation de surpressions interstitielles avec une identification très claire, au bout de 4000 minutes du point où la dissipation est complète et la déformation stabilisée. Ceci tend à montrer que le taux de chargement de 0,4kPa/mn adopté est trop rapide pour une condition de double drainage en haut et en bas de l'échantillon et engendre des surpressions interstitielles non dissipées en fin de chargement.

On rappelle que cet essai a été réalisé sans les conditions de drainage latéral, comme dans un essai triaxial classique drainé par le haut et le bas. Etant donné que la viscosité de l'eau à 80°C ($3{,}5\times10^{-4}$Pa.s) est la moitié de celle à 25°C ($8{,}9\times10^{-4}$Pa.s), la durée nécessaire à la dissipation observée ici à 80°C (5,4 jours) est moins importante que celle tirée de l'allure des courbes de déformations volumiques observées lors de la phase de chargement par paliers à 25°C qui étaient d'une durée moyenne de 10 jours.

La Figure 5-19 montre qu'au bout d'un temps de 4018 min l'échantillon se déforme de 0,056% et la déformation se stabilise. Après le déchargement sous 12MPa, on n'a attendu que 1690 min (Figure 5-19b) et on observe une déformation de 0,04%, montrant que la déformation ne s'était pas encore stabilisée et que la dissipation n'était pas complète. Cette déformation de 0,04% est comparable avec 0,048% observé après 1690 min sous 13,6MPa.

Plusieurs autres points peuvent en être déduits :

- La déformation volumique à prendre en compte sous l'incrément de contrainte de 1,2MPa est de 0,00149 ;
- Elle correspond à un module de 1,2GPa^{-1} nettement supérieur à la valeur de 0,8GPa^{-1} mesurée à 25°C par l'essai par paliers (la pente de la courbe avec drainage imparfait donne quant à elle une valeur sous-estimée de 0,75GPa^{-1} qui représente une valeur comprise entre le module compressibilité drainé et non-drainé).

La perméabilité de l'échantillon à 80°C est estimée par une analyse inverse du phénomène de consolidation mis en évidence en Figure 5-19a. Afin de résoudre l'équation de diffusion (5-8) à 80°C les paramètres à 80°C ont été utilisés. Donc dans l'équation (5-8), k est la perméabilité verticale de l'échantillon à 80°C, η_w la viscosité de l'eau à 80°C ($3{,}5\times10^{-4}$Pa.s), C_w la compressibilité de l'eau à 80°C (0,45GPa^{-1}) et C_d la compressibilité drainée de l'échantillon à 80°C, égale donc à 1,2GPa^{-1}.

Dans cet essai, l'échantillon était en condition drainée en haut et en bas et on n'a pas eu une mesure de surpression interstitielle engendrée dans l'échantillon. Afin d'estimer la perméabilité, on a utilisé l'approche classique en mécanique des sols basée sur le degré de

consolidation moyen $\overline{U}$ (Equation (5-11)) et on a simulé la déformation volumique de l'échantillon par l'équation (5-12) pendant la consolidation juste après la fin de chargement et sous la contrainte constante.

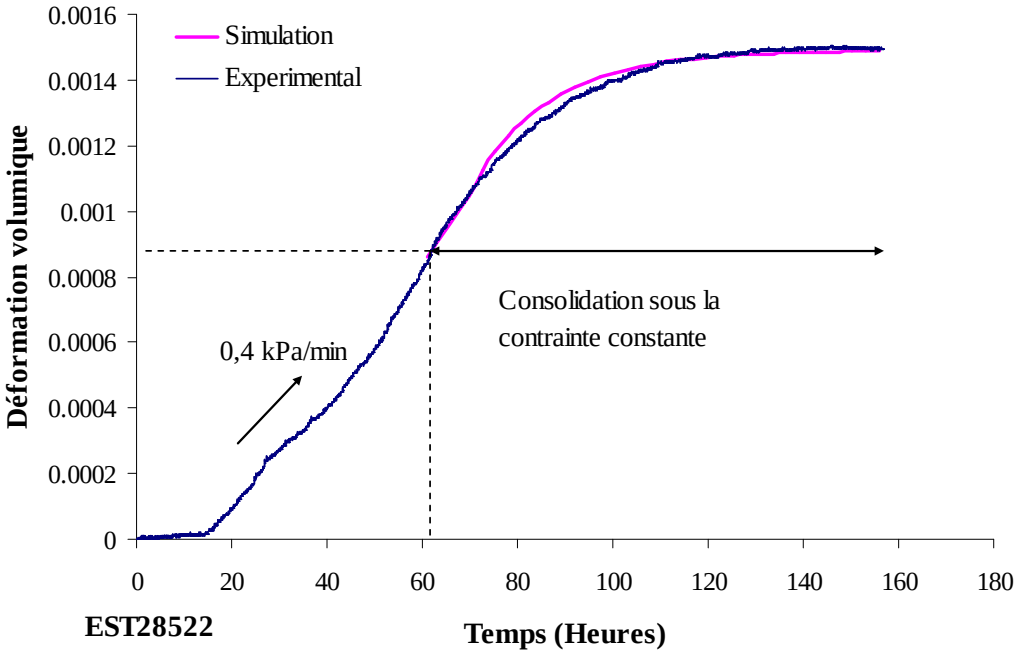


Figure 5-20 : Simulation de consolidation après le chargement sous la contrainte constante de 13,6MPa.

Afin d'estimer la perméabilité de l'argilite du COx à l'aide de la solution analytique (Figure 5-20), la consolidation volumique après la phase de chargement sous 13,6MPa a été simulée et on a trouvé une valeur autour de $0{,}5\times10^{-20}m^2$ sous 13,6MPa à 80°C.

On observe que la perméabilité intrinsèque ne change pas significativement avec la température, la valeur trouvée à 80°C est dans le même ordre de grandeur qu'à 25°C (Figure 5-21).

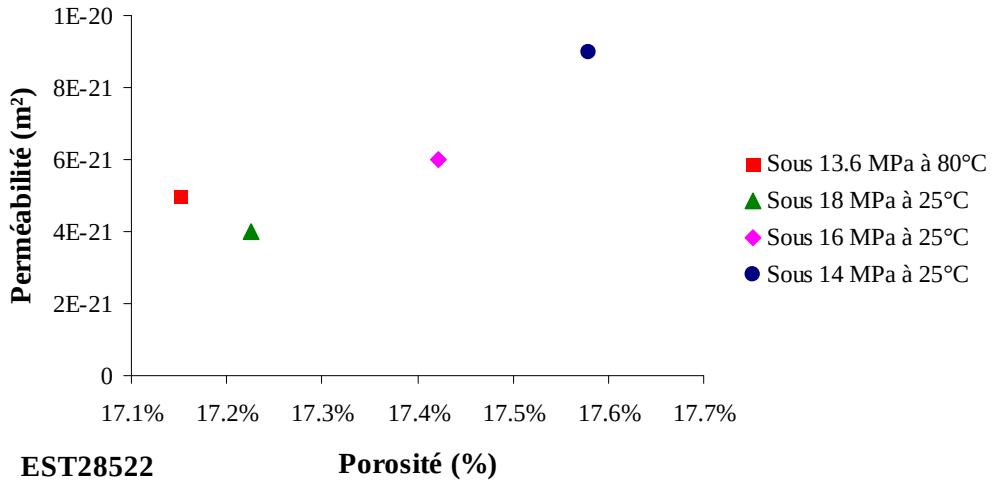


Figure 5-21 : Variation de perméabilité de l'échantillon EST28522 avec la variation de porosité (différente contrainte et température).

Sur la Figure 5-22 est représenté l'ensemble des résultats en déformation volumique en fonction de la température et de la pression de confinement appliquée :

- Compression-gonflement drainé à 25°C sous un cycle de chargement-déchargement mécanique ;
- Contraction thermique en chauffage drainé ;
- Compression-gonflement drainé à 80°C sous un cycle de chargement-déchargement mécanique.

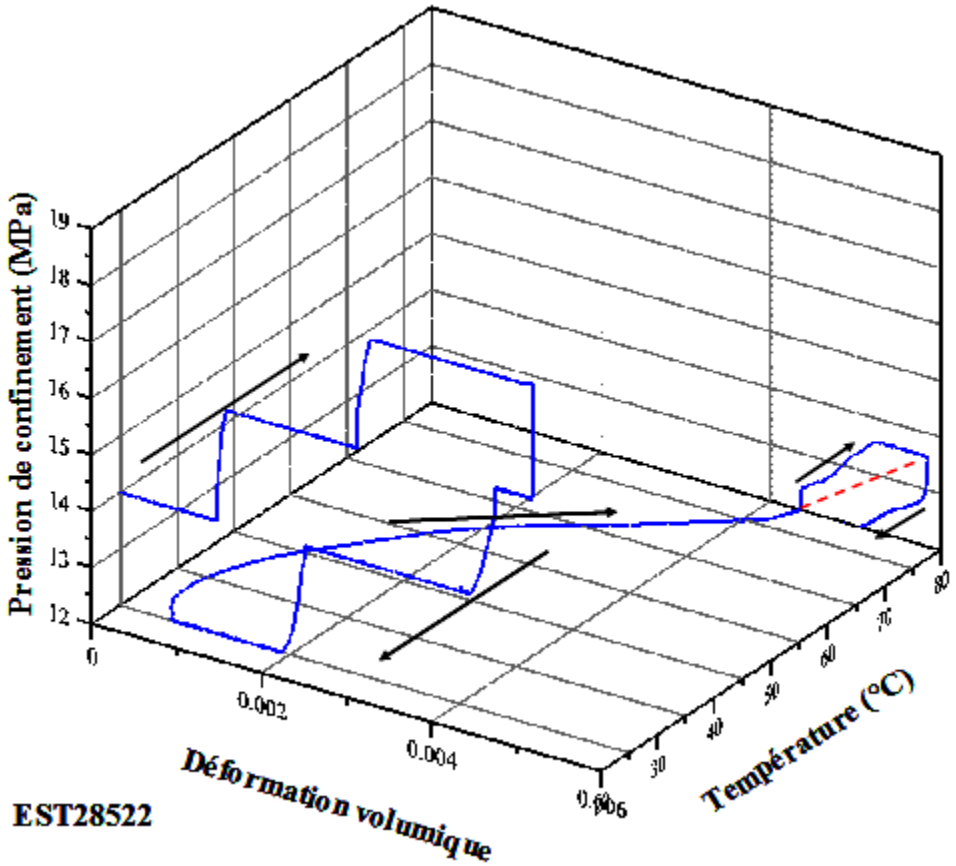


Figure 5-22: Déformation volumique de l'échantillon EST28522 pendant le chemin drainé.

Finalement après ce chemin drainé, l'échantillon EST28522 a été refroidi en condition drainée à la même vitesse de chauffage (0,5°C/h), mais les LVDTs n'ont pas fonctionné pendant cette phase et l'essai n'a donc pas été exploitable.

5.3.1.3. Chauffage non-drainé

Un essai de chauffage non-drainé avec mesures de la pression interstitielle par les capteurs connectés en haut et en bas de l'éprouvette a été réalisé suite à l'essai précédent avec toutes les vannes du système de drainage fermées. L'échantillon a été chauffé de 25°C à 80°C à une vitesse de 0,93°C/h. La cellule à cylindre creux a bien fonctionné en condition non-drainée

jusqu'à environ 43°C mais la réponse aux températures supérieures a été perturbée par une micro-fuite apparaissant à température plus élevée. Le coefficient de dilatation thermique non-drainé et le coefficient de pressurisation thermique ont donc été calculés à partir des résultats de 25°C à 43°C.

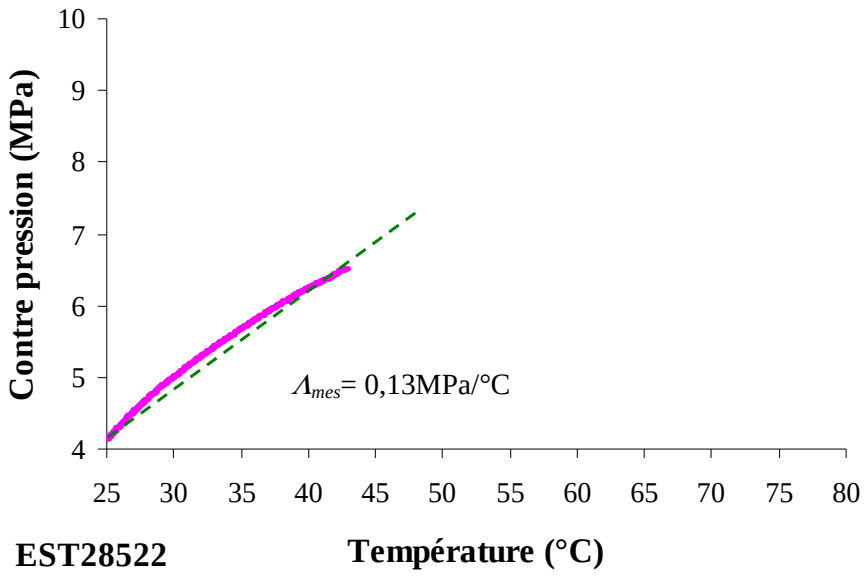


Figure 5-23 : La variation de la contre pression au cours du chauffage non-drainé.

Comme le montre la réponse en pression interstitielle en fonction de la température présentée en Figure 5-23, le coefficient de pressurisation thermique mesuré de 0,13MPa/°C. Ce coefficient doit être corrigé en considérant l'effet du système de drainage selon l'équation (2-39), avec ici un système de drainage uniquement composé des pierres poreuses supérieure et inférieure. L'équation se simplifie de la façon suivante :

$$\Lambda^{cor} = \frac{\Lambda^{mes}}{1+\frac{1}{\phi V(\alpha_w-\alpha_s)}\left[\left(V_p\phi_p(\alpha_w-\alpha_{sp})\right)+\beta V_L(\alpha_w-\alpha_L)-\Lambda^{mes}(V_L(C_w+C_L)+V_p(C_{dp}+\phi_p C_w))\right]}$$

(5-19)

où α_{sp} = 5,2 × 10^{-5}(°C)$^{-1}$ est le coefficient de dilatation thermique de la pierre poreuse et α_L =20×10^{-5}(°C)$^{-1}$ celui des connexions du système de drainage, (déterminé lors de l'essai d'étalonnage présenté au Chapitre 3). On obtient une valeur corrigée du coefficient de pressurisation thermique (Λ_{cor}) de 0,16MPa/°C.

Sur la Figure 5-24 est présentée la déformation volumique de l'échantillon en fonction de la température. La réponse est linéaire et la pente de la courbe donne le coefficient de dilatation thermique non-drainé $\alpha_u^{mes} = 10\times10^{-5}(°C)^{-1}$. Cette valeur doit être également corrigée en considérant l'effet de système de drainage, comme décrit dans le Chapitre 2).

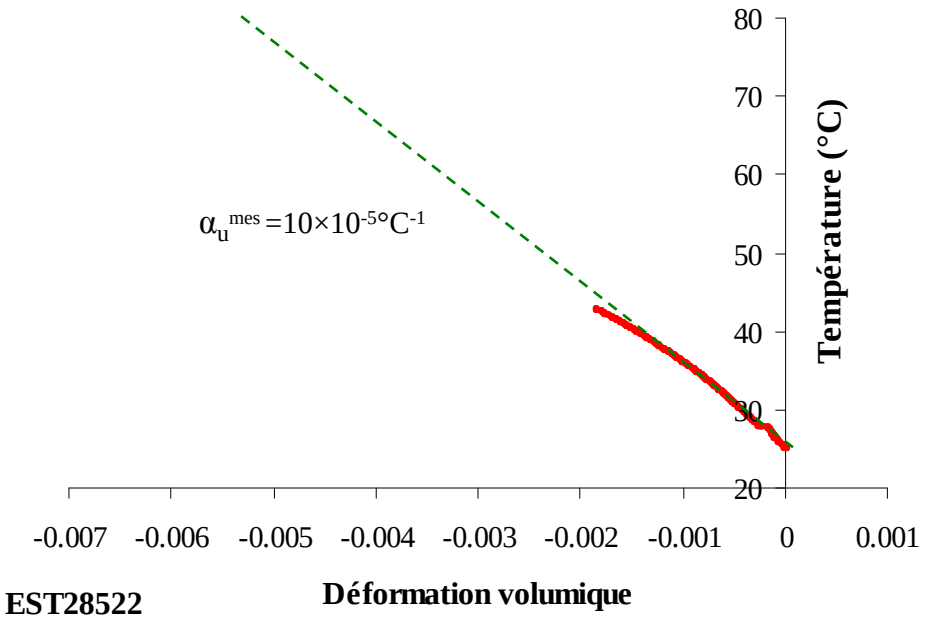


Figure 5-24 : déformation volumique mesurée de l'échantillon EST28522 au cours du chauffage non-drainé.

D'après l'équation (2-41), le coefficient de dilatation thermique corrigé est donné par l'équation suivante :

$$\alpha_u^{cor} = \alpha_d + \frac{\alpha_u^{mes} - \alpha_d}{1 + \frac{1}{\phi V(\alpha_w - \alpha_s)}\left[V_p\phi_p(\alpha_w - \alpha_{sp}) + \beta V_L(\alpha_w - \alpha_L) - \frac{\alpha_u^{mes} - \alpha_d}{C_d - C_s}\left(V_L(C_w + C_L) + V_p(C_{dp} + \phi_p C_w)\right)\right]}$$

(5-20)

En considérant le coefficient de dilatation thermique drainé déterminé précédemment, $\alpha_d = 6\times10^{-5}(°C)^{-1}$, le coefficient de dilatation thermique non-drainé obtenu vaut donc est $\alpha_u^{cor} = 11\times10^{-5}(°C)^{-1}$.

On a également calculé une valeur théorique $\alpha_u^{theory} = 17\times10^{-5}(°C)^{-1}$ par l'expression (2-30) rappelée en équation (5-21) en utilisant les paramètres trouvés b = 0,85, C_d = 0,8 et Λ = 0,16MPa/°C et en supposant la compressibilité constante pendant le déchargement dû à l'augmentation de pression de pore de 2MPa entre 25 et 40°C.

$$\alpha_u = \alpha_d + \Lambda(C_d - C_s) = \alpha_d + \Lambda b C_d \qquad \textbf{(5-21)}$$

On observe que la valeur expérimentale corrigée α_u^{cor} est un peu inferieure de la valeur théorie α_u^{theory}.

5.3.2. Essai EST28520 N°2

Le chemin thermomécanique suivi pendant l'essai N°2 sur l'échantillon EST28520 est décrit sur la Figure 5-25 et comprend les phases suivantes :

- Chauffage drainé à 80°C juste après la saturation avec une vitesse de 0,5°C/h ;
- Compression drainée à 80°C avec des cycles successifs drainés sous un taux de 0,5kPa/mn destinés à explorer la réponse élastique sous 80°C :
  - un premier chargement à 16MPa suivi d'un déchargement à 14MPa ;
  - un second chargement à 18MPa suivi d'un déchargement à 12MPa ;
  - un troisième chargement à 16MPa suivi d'un déchargement à 12MPa ;
- Refroidissement en conditions drainées à une vitesse de 0,5°C/h.

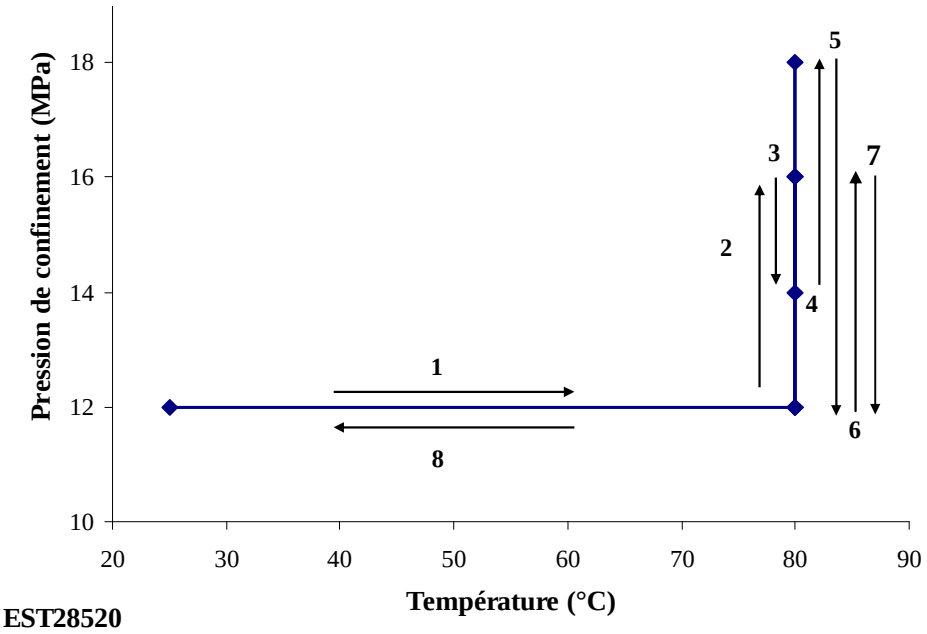


Figure 5-25 : Chemin thermomécanique suivi par l'essai sur l'échantillon EST28520 N°2.

Grâce à l'expérience acquise précédemment, la mise en œuvre des LVDTs et des CPVs a été significativement améliorée lors de cet essai dans lequel les drainages latéraux à l'intérieur et à l'extérieur du cylindre creux ont également pu être utilisés.

5.3.2.1. Chauffage drainé de 25°C à 80°C sous contrainte en place

La Figure 5-27 montre la réponse volumique de l'échantillon, enregistrée jusqu'à une température maximale de 54°C. Au-dessus de cette température, une coupure électrique a interrompu les mesures. On a pu cependant exploiter les lectures des LVDTs après la coupure. On observe que sur cette gamme de température les mesures des LVDTs sont raisonnablement compatibles avec celle du CPV.

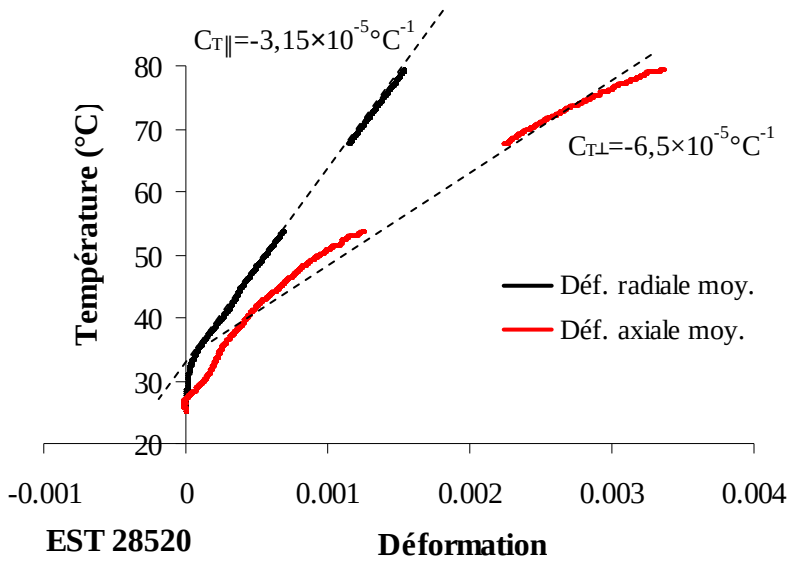


Figure 5-26 : Essai chauffage drainé ; déformations axiale et radiale moyenne.

Sur la Figure 5-26, on observe que la contraction thermique dans la direction perpendiculaire au litage ($C_{T\perp}$ = -6,5×10^{-5}(°C)$^{-1}$) est plus importante que dans la direction parallèle au litage ($C_{T\parallel}$= -3,15×10^{-5}(°C)$^{-1}$). On met en évidence un comportement thermoplastique contractant analogue à celui de l'argile de Boom (Baldi et al., 1988) caractérisé par un module de contraction élasto-plastique (rapport entre la déformation volumique contractante et la variation de température) défini par la pente de la courbe :

C_{T1} = -13 × 10^{-5}(°C)$^{-1}$ à partir la réponse des LVDTs et C_{T2} = -10 × 10^{-5} (°C)$^{-1}$ à partir la réponse de CPV. La réponse des LVDTs montre que la déformation volumique totale à 80°C est égale à 0,64%.

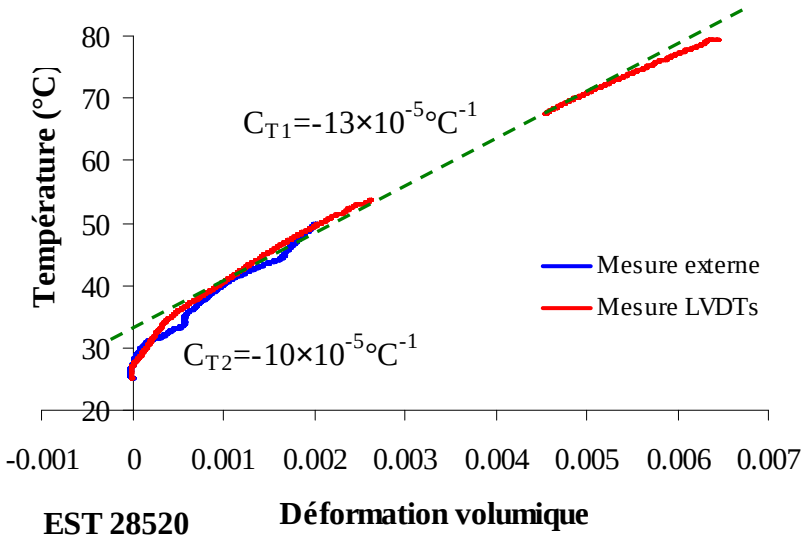


Figure 5-27 : Contraction thermique de l'échantillon de l'essai N°2, EST28520, chauffage drainé (0,5°C/h) sous contrainte en place (u = 4MPa, σ_3 = 12MPa).

5.3.2.2. Compression isotrope drainée à 80°C

Le trajet de chargement au cours du temps suivi pendant une période de plus d'un mois lors de l'essai de compression drainé (0,5kPa/mn) avec cycles de charge-décharge est présenté en Figure 5-28.

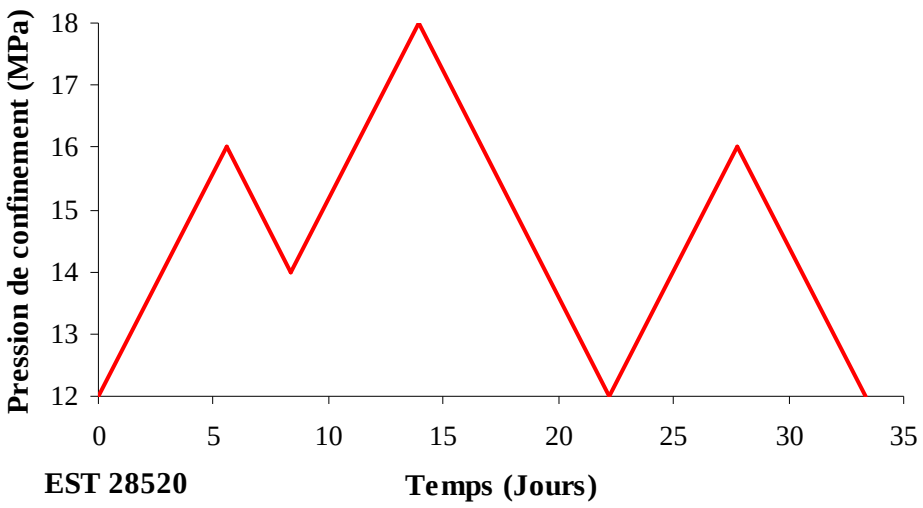


Figure 5-28 : Chemin de chargement au cours du temps, essai de compression drainé à 80°C.

Sur la Figure 5-29 les déformations moyennes mesurées par LVDTs axiaux et radiaux sont présentées. On observe qu'au cours du premier chargement de 12 à 16 MPa la déformation axiale (perpendiculaire au litage, valeur maximale 0,36%) est plus importante que la déformation radiale (parallèle au litage, valeur maximale 0,11%) avec un rapport d'anisotropie qui varie linéairement entre R=5,4 à 13,7MPa et R=3,2 à 16MPa. Pendant la décharge du premier cycle et au début de la recharge du deuxième cycle, les LVDTS n'ont pas été mobilisés et ils ont été bloqués, Pendant la recharge de deuxième cycle de 16 à 18MPa les LVDTs ont fonctionné avec R = 2,38, ($\Delta\varepsilon_{ax}$= 0,081% ; $\Delta\varepsilon_{rad}$ = 0,034%). Pendant la décharge de 18 à 12MPa du deuxième cycle R = 1 avec une diminution de la déformation de 0,07% et finalement pendant le troisième cycle, l'échantillon a un comportement élastique réversible et les déformations axiales et radiales sont comparables avec une augmentation des déformations en décharge et une diminution des déformations en recharge de l'ordre de 0,04% avec R = 1.

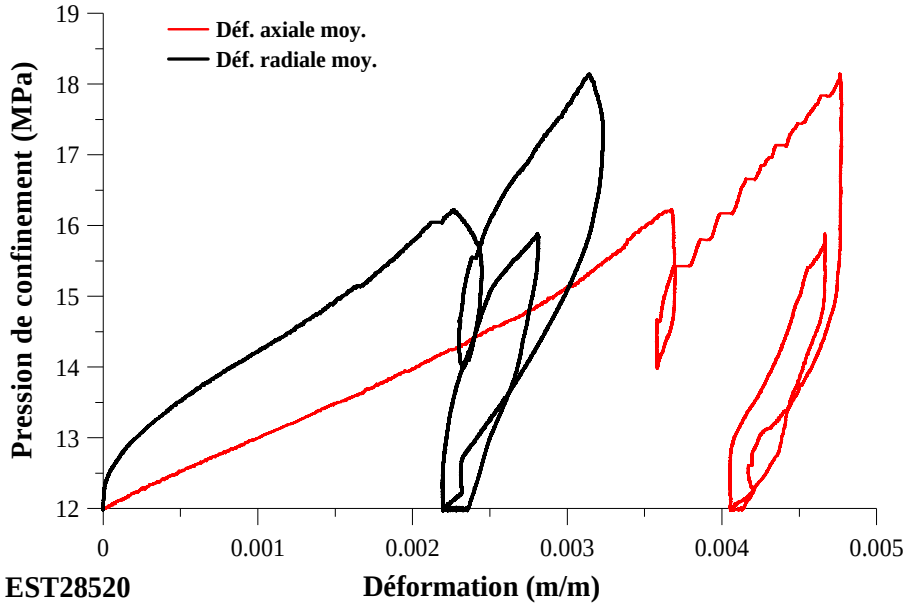


Figure 5-29: Déformations axiale et radiale de l'échantillon mesurées par les LVDTs en compression drainée à 80°C.

La courbe effort-déformation de l'essai EST28520 N°2 à partir de la déformation volumique calculée à partir des réponses des LVDTs est présentée en Figure 5-30.

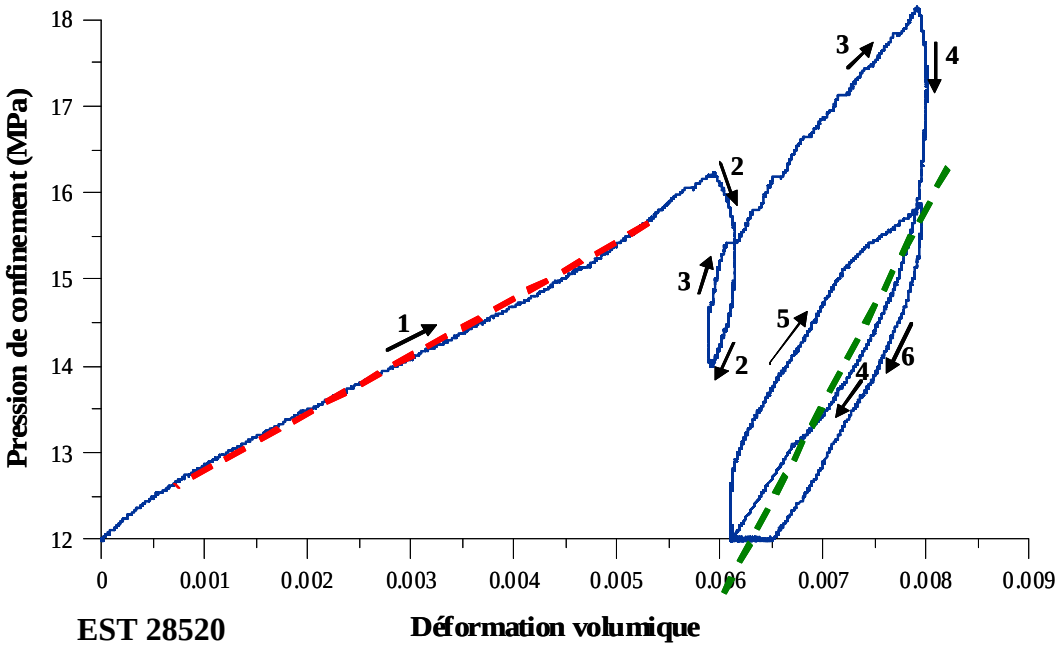


Figure 5-30 : Essai de compression isotrope drainé à 80°C.

Les résultats de l'essai permettent plusieurs constatations :

- Une réponse presque linéaire est observée lors du premier chargement avec un module de compressibilité drainé plastique calculé à partir de la déformation élasto-plastique égal à 1,54GPa^{-1} (Chemin 1) :

- Cette valeur est nettement supérieure à la valeur de 0,8GPa^{-1} obtenue d'après la compression drainée à 25°C (Figure 5-6) ;
- Elle se compare favorablement à celle de 1,2GPa^{-1} obtenue entre 12 et 13,6MPa avec l'essai N°1 EST28522 de compression à 80°C (après un cycle de chargement à 25°C) et semble donc confirmer une augmentation significative de la compressibilité isotrope drainée plastique de l'argilite avec la température ; cette bonne correspondance confirme également l'efficacité du drainage amélioré pour le taux de chargement considéré ;

- Malgré le fait que la contrainte décroisse entre 16 et 15MPa, une diminution de volume continue d'être observée (Chemin 2) lors du premier déchargement entre ces valeurs. Cette réponse est attribuée en partie, comme précédemment, à des problèmes d'ajustement des LVDTs lors du changement de direction ;
- Une légère augmentation de volume est observée lors du relâchement de contrainte entre 15 et 14MPa ;
- Le trajet de rechargement rejoint progressivement le prolongement de la courbe de premier chargement à 18MPa ;
- Au deuxième déchargement, peu de déformation (Chemin 4) est observée entre 18 et 16,7MPa ;

Un module de compressibilité drainé élastique de 0,49GPa^{-1} peut être estimé à partir du cycle de charge-décharge (chemins 5-6) pratiqué entre 12 et 16MPa, ce module élastique est proche au module élastique (0,56GPa^{-1}) mesuré par l'essai à faible chemin de drainage à 25°C.

Donc on peut conclure que le module de compressibilité drainé plastique augmente avec la température, alors que le module de compressibilité drainé élastique n'est pas sensible à la température.

5.3.2.3. Refroidissement drainé de 25°C à 80°C sous contrainte en place

Afin de mesurer le coefficient de contraction thermo-élastique à partir de la phase refroidissement, l'échantillon EST28520 a été refroidi avec précaution en adoptant une vitesse lente égale à celle du chauffage (0,5°C/h). Comme on le voit en Figure 5-31, les LVDTs ont fonctionné correctement de 80°C à 65°C avec une bonne correspondance avec la réponse des CPVs. En-dessous de 65°C, on ne dispose plus que des mesures externes du CPV.

La Figure 5-31 montre la dépendance du coefficient de dilatation thermique vis-à-vis du litage de la matrice argileuse.

La dilatation thermique dans la direction perpendiculaire au litage ($\alpha_{\perp}$=2,5×10^{-5}(°C)$^{-1}$) est plus importante que dans la direction parallèle au litage ($\alpha_{\parallel}$=1,1×10^{-5}(°C)$^{-1}$).

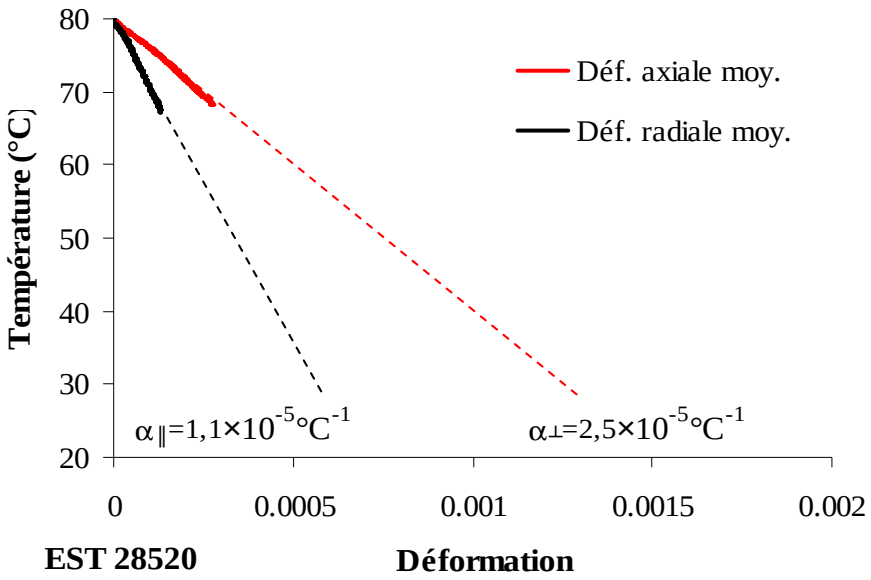


Figure 5-31 : Essai refroidissement drainé ; déformations axiale et radiale moyenne.

La courbe de réponse du CPV permet une estimation du coefficient de contraction thermo-élastique de l'argilite : α_1 = 9 × 10^{-5}(°C)$^{-1}$. Un LVDT axial a bien fonctionné jusqu'à la fin du refroidissement, il donne une valeur de α_2 = 6 × 10^{-5}(°C)$^{-1}$. L'extrapolation de la courbe de réponse des LVDTs donne une valeur de α_3= 5 × 10^{-5}(°C)$^{-1}$, Il est intéressant de constater que cette valeur est comparable à celle obtenue (α = 6× 10^{-5}(°C)$^{-1}$) lors de l'essai de chauffage drainé précédent où l'échantillon avait été préalablement soumis à un cycle de charge-décharge à 25°C (Figure 5-16).

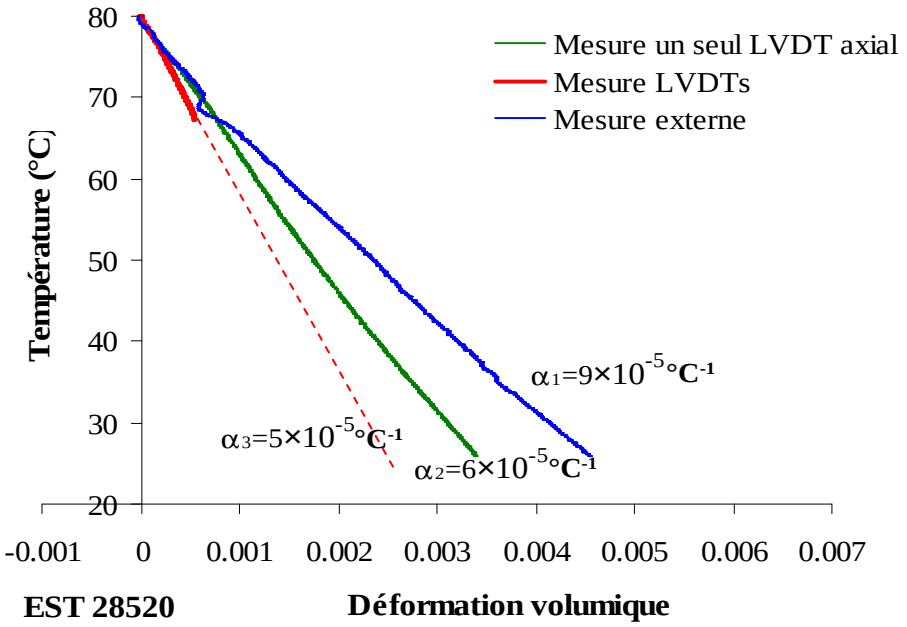


Figure 5-32 : Déformation volumique de l'échantillon EST28520 en refroidissement.

On observe que ces valeurs sont supérieures mais du même ordre de grandeur que celles données dans la bibliographie pour différents constituants purs tels que le quartz (α= 3,34 × 10^{-5}(°C)$^{-1}$ d'après Palciauskas and Domenico (1982)), la phase argileuse (α= 3,4 × 10^{-5}(°C)$^{-1}$ d'après McTigue (1986)), et la calcite (dont le coefficient dépend de l'orientation cristalline, entre 2 × 10^{-5}(°C)$^{-1}$ dans certaines directions -0,4 × 10^{-5}(°C)$^{-1}$ dans d'autres). Une différence dans le même sens a été observée sur l'argile à Opalines par Monfared (2011) avec des valeurs de coefficient de dilatation thermique comparables de 6,3× 10^{-5}(°C)$^{-1}$.

L'ensemble de la réponse en déformation thermo-hydro-mécanique obtenue lors de l'essai EST28520 N°2 est représenté sur la Figure 5-33 en fonction de la température et de la pression de confinement appliquée :

- Contraction thermique chauffage drainé ;
- Compression-gonflement à 80°C due à la chargement-déchargement mécanique ;
- Contraction au refroidissement.

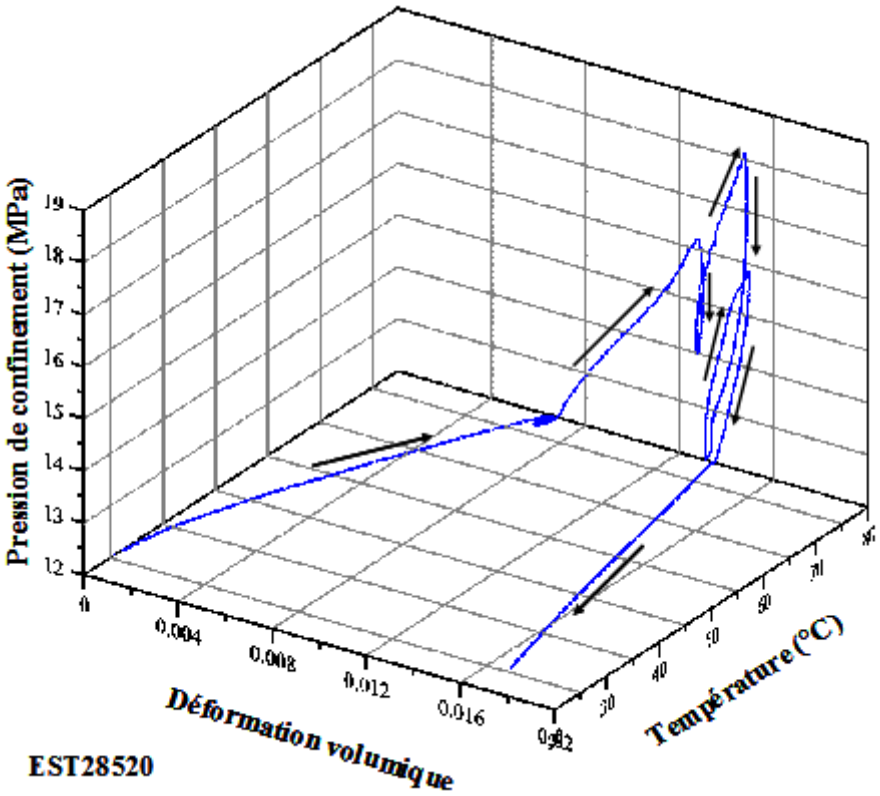


Figure 5-33 : Déformation volumique de l'échantillon EST28520 pendant l'essai N°2.

5.3.3. Comparaison de deux essais EST28522 N°1 et EST2820 N°2

Les variations volumiques des échantillons EST28522 et EST28520 sont comparées en Figure 5-34a (déformations volumiques) et Figure 5-34b (porosités). On observe que l'échantillon EST28520 avant la phase de refroidissement se contracte davantage et que sa porosité est plus faible que celle de l'échantillon EST28522. On observe également que la contraction de l'échantillon EST28522 pendant le chargement de 12 à 18MPa à 25°C est moins importante que la contraction de l'échantillon EST28520 pendant le chargement de 12 à 18MPa à 80°C, et cette déformation à 80°C est moins réversible.

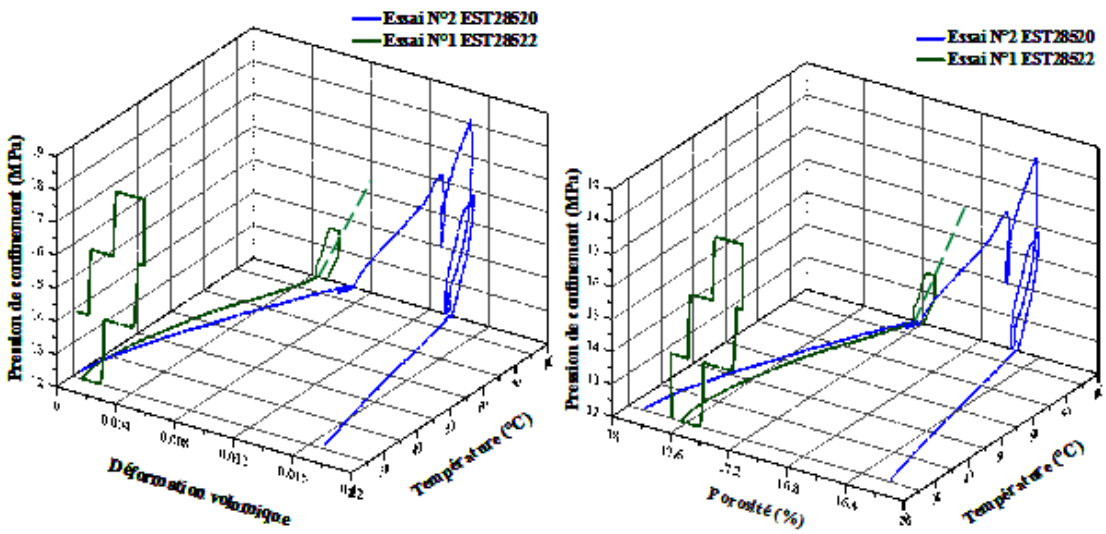


Figure 5-34 : Comparaison des variations volumiques au cours des essais N°1 et N°2 réalisés sur EST28522 et EST28520.

On a observé que l'échantillon EST28522, préalablement compressé à 25°C à une contrainte totale de 18 MPa s'est dilaté en début de chauffage pour ensuite se contracter, alors que l'échantillon EST28520 chauffé directement sous les contraintes en place a présenté une contraction immédiate. Si l'on se réfère au comportement des argiles surconsolidées comme l'argile de Boom, cette différence de réponse est compatible avec l'histoire des échantillons :

- une contraction sous l'état de contrainte en place (état dit « normalement consolidé » dans les sols) obtenue avec l'essai N°2 EST28520 ;
- une dilatation suivie d'une contraction quand l'échantillon a été soumis à des contraintes supérieures à l'état de contraintes en place (état dit surconsolidé dans les sols).

Ces observations montrent donc une bonne compatibilité avec les observations sur les argiles (sols). Elles confirment d'autres résultats récemment obtenus dans le projet TIMODAZ sur le comportement thermoplastique de l'argilite à Opalines qui ont montré que l'argilite avait gardé la mémoire de la plus haute température qu'elle avait subi.

L'argilite du COx chauffée en conditions drainées sous les contraintes en place se contracte comme les argiles normalement consolidées. Ceci dit, l'histoire tourmentée du Bassin Parisien depuis 160 millions d'années (Ma) (Jurassique supérieur) et sa position en périphérie (donc a priori recouverte par un nombre important de dépôts sédimentaires plus centraux) ainsi que la diagénèse exclut toute hypothèse d'état normalement consolidé. La phase contractante dès 25°C pourrait montrer que l'argilite n'aurait pas subi au cours de son histoire de température significativement supérieure à l'actuelle. Cet aspect est à rapprocher

des observations de Schneider (2005) indiquant une température maximale supportée de 42°C pendant 65 Ma d'Elie (2000) donnant de 33 à 38°C pendant 160 Ma. En fait, la mémoire de cette température n'apparaît pas clairement puisque la réponse en chauffage est contractante dès 25°C.

Les autres conclusions pouvant être tirées de l'étude sont les suivantes :

- La compressibilité plastique semble augmenter avec la température, alors que la compressibilité élastique est plus ou moins constante ;
- Le coefficient de dilatation thermique drainée de l'argilite a pu être déterminé ($\alpha = 6 \times 10^{-5}(°C)^{-1}$) lors d'un essai de refroidissement contrôlé sous contraintes en place, avec des valeurs compatibles avec les données déjà publiées ($\alpha = 4{,}5 \times 10^{-5}(°C)^{-1}$ cité par Zhang et al. (2010), Auvray (2004)) ;
- Un coefficient de dilatation thermique plus important dans la direction perpendiculaire au litage est obtenu, mettant en évidence l'anisotropie des dilatations thermiques.

Les paramètres thermo-hydro-mécaniques de l'argilite mesurée par les essais précédents sont présentés au Tableau 5-4.

	Paramètre	Cellule isotrope à faible chemin de drainage EST27396 n° 3 (Article)	Cellule à cylindre creux EST28522 N°1	Cellule à cylindre creux EST28520 N°2
C_d (GPa^{-1}) 80°C	Module de compressibilité isotrope drainé à 80°C		1,2 plastique	1,5 plastique 0,49 élastique
C_T (°C)$^{-1}$	Coefficient de contraction thermique plastique drainé		- 11×10^{-5}	-13×10^{-5}
$C_{T\perp}$ (°C)$^{-1}$	Coefficient de contraction thermique perpendiculaire au litage		- 4,5×10^{-5}	- 6,5×10^{-5}
$C_{T\parallel}$ (°C)$^{-1}$	Coefficient de contraction thermique parallèle au litage		-3,7×10^{-5}	-3,15×10^{-5}
α_d (°C)$^{-1}$	Coefficient de dilatation thermo-élastique drainé		6×10^{-5}	5×10^{-5}
$\alpha_{d\perp}$ (°C)$^{-1}$	Coefficient de dilatation thermo-élastique perpendiculaire au litage		3,95×10^{-5}	2,5×10^{-5}
$\alpha_{d\parallel}$ (°C)$^{-1}$	Coefficient de dilatation thermo-élastique parallèle au litage		1,11×10^{-5}	1,1×10^{-5}
Λ (MPa/°C)	Coefficient de pressurisation thermique	0,14-0,1 Entre 25-75°C 0,11-0,07 Entre 40-70°C	0,16 Entre 25-40°C	
α_u (°C^{-1})	Coefficient de dilatation thermique non-drainé	7-14.9×10^{-5} Calculé	11×10^{-5}	
k (m²) 80°C	Perméabilité 80°C		0,5×10^{-20}	

Tableau 5-4 : Paramètres thermo-hydro-mécanique de l'argilite du COx.

5.3.4. Pressurisation thermique de l'argilite du Callovo-Oxfordien

Les phénomènes de pressurisation thermique qui se caractérisent par une augmentation de la pression interstitielle lors d'une élévation de température à proximité des galeries sont dus à la différence entre les coefficients de dilatation thermique de la phase solide et de la phase liquide en conditions de très faible perméabilité ou non drainées. Ils ont pu être observés par exemple au laboratoire souterrain du Mont-Terri (Gens et al., 2007). Ils peuvent conduire à des phénomènes de rupture par fracturation hydraulique ou par cisaillement du fait de la diminution couplée de la contrainte moyenne effective en zone saturée. Leur connaissance détaillée est donc importante pour l'étude de stabilité de la barrière géologique en phase thermique.

Afin de déterminer expérimentalement ce paramètre pour l'argilite du COx, un programme expérimental a été entrepris en utilisant une cellule de compression isotrope thermique à faible chemin de drainage. Du fait de la très faible perméabilité de l'argilite (10^{-20} m²), une attention particulière a été portée à la saturation préalable des échantillons avant de réaliser les essais. La pression de pore due à l'élévation de la température a été mesurée pendant l'essai de chauffage en condition non-drainée. Les valeurs mesurées du coefficient de pressurisation thermique ont été corrigées considérant les effets du système de drainage.

Cette étude est présentée sous la forme d'un manuscrit rédigé en anglais soumis à la revue « *International Journal of Rock Mechanic and Mining Science* ».

A laboratory investigation of thermally induced pore pressures in the Callovo-Oxfordian Claystone

M. Mohajerani[1], P. Delage[1], J. Sulem[1], M. Monfared[1], A.M. Tang[1], B. Gatmiri[2]

1. Ecole des Ponts ParisTech, UR Navier/CERMES, 6-8 av. B. Pascal, F 77455 Marne la Vallée cdx 2

2. ANDRA, Châtenay Malabry

Summary

In the framework of research into radioactive waste disposal, it was decided to investigate the thermally induce pore pressure occurring in the Callovo-Oxfordian mudstone, a possible host rock in which the ANDRA underground laboratory of Bure (East of France) has been excavated. Thermal pore pressures appear in low permeability soils and rocks because the thermal expansion coefficient of water is significantly higher than that of the solid grains (Campanella and Mitchell; 1968 [1], Ghabezloo and Sulem; 2009 [2]). This phenomenon has clearly been observed in various in-situ heating tests conducted in Opalinus claystone in the Mont-Terri Underground Research Laboratory (URL) in Switzerland (HE-D test) and in Callovo-Oxfordian (COx) claystone in the Bure URL in France (TER test, Wileveau and Su; 2007 [3])

The processes of coring, transportation, storage and specimen trimming induce some desaturation in the sample. Due to the very low permeability (10^{-20} m^2) of the COx claystone, a long period of time is necessary to properly resaturate the sample, a mandatory condition to satisfactorily investigate thermal pressurisation. Particular emphasis was hence put on the previous saturation procedure that was carried out under in-situ stress conditions.

Thermal pressurization has been investigated by performing undrained heating tests while measuring pore pressures changes in a specially adapted thermal isotropic compression cell. Special care was devoted to calibration procedures to account for the effects of the system on the pore pressure measurements. The thermal pressurization coefficient measured appeared to change with temperature, mainly because of the changes with temperature of both the water thermal dilation coefficient of water and the drained compression coefficient of the claystone.

Keywords: Claystone, saturation, thermal pressurization, isotropic compression tests.

1. Introduction

Clays and claystones are considered as potential host rocks for the storage of exothermal high activity radioactive waste at great depth in various countries including France (Callovo-Oxfordian claystone), Belgium (Boom clay) and Switzerland (Opalinus claystone). One of the possible consequences of the temperature elevation caused by the heat emitted in the host rock by the waste is the thermal pressurization of pore water.

Thermal pressurization develops because the thermal expansion of water is much larger than that of the solid phase of the rock. It occurs in low porosity rocks in which heat propagation is much faster than water transfers due to their low permeability (10^{-20}m² in the Callovo-Oxfordian claystone). Thermal pressurization leads to a decrease in effective stresses that could cause some instabilities related to shear failure or hydraulic fracturing, in particular in the excavation damaged zone (EDZ) close to the galleries.

Further understanding on thermal effects in claystones has been gained from in-situ thermal experiments that have been carried out in Underground Research Laboratories (URL), in particular through the HE-D experiment that was carried out in the Opalinus claystone in the Mont Terri URL in Switzerland [4-5-6] and, more recently, in the TER experiment in Meuse/Haute-Marne URL of Bure in France [3]. In-situ pore pressure measurements indicated that pore water pressure increased from about 1 MPa to 4 MPa when the rock mass was heated up to a temperature of 100°C at a distance of 1 m from the heater. Local rates of pressure increase of 0.16 MPa/°C could be estimated. The TER experiment showed that pore pressure increase rate in the Callovo-Oxfordian claystone could be 1.5 time higher than in the Opalinus claystone [3]. Experimental evidence of thermal pore pressure in the laboratory is scarce, especially for the Callovo-Oxfordian claystone and the determination of relevant parameters is most often made from back analyzing the thermal pore pressures measured during in-situ experiments [6].

In this paper, a special experiment that has been specifically developed for the investigation of the thermal pressurization in the Callovo-Oxfordian (COx) claystone is presented together with the result of the testing program conducted.

2. Characteristics of the Callovo-Oxfordian claystone

The ANDRA underground research laboratory of Meuse-Haute-Marne, located near the village of Bure in the North-east of France [7-8] is composed of galleries excavated at a depth of 445 m and 490 m in a 200 m thick subhorizontal (1°-1.5° tilting) layer of the COx claystone, an indurated clay rock dated 155 million years (limit upper-middle Jurassic). This

layer is located in between two several hundred meters thick layers of Dogger (bottom) and Oxfordian (top) limestones. The COx claystone is characterised by a very low hydraulic conductivity that restricts water transfer and by a low diffusion coefficient that significantly delays solute transport. The claystone also has a low deformability and its high sorption capacity for radionuclide makes it a proper potential site to store high activity radioactive waste at great depth. The in-situ state of stress at 490m has been investigated in detail [7] and the following stress values have been obtained: vertical total stress σ_v = 12.7MPa, minor horizontal total stress σ_h = 12.4MPa and major horizontal total stress σ_H = 12.7-14.8MPa. In-situ pore pressure measurements provided a value about u = 4MPa.

The mineralogical composition of the COx claystone depends on the depth with significant changes in carbonate and clay contents. Its total connected porosity varies between 14% in carbonated levels and 19.5% in more argillaceous levels [9]. At 490m, about in the middle of the median sequence of the Callovo-Oxfordian formation (440 – 550m), the claystone contains 40-50% clay (50-70% interstratified illite/smectite), 18-32% quartz, 22-30% carbonate (calcite), less than 2% pyrite, about 5% feldspar, less than 1% of organic materials [10].

Some characteristics of the samples extracted at the same depth as the samples studied here have been provided by Escoffier (2002) [11] who determined a drained isotropic compressibility C_d = 0.42GPa^{-1} (drained bulk modulus K_d = 2 410MPa) and a permeability of 2×10^{-20}m^2 under stress conditions close to in-situ conditions (isotropic unloading from 8 to 6MPa with a back pressure of 1MPa).

3. Thermal pressurization in clays and claystones

The thermal pressurization of pore water in low porosity clays or claystones submitted to a temperature elevation is a consequence of the significant difference between the thermal expansion coefficient of water and that of the solid grains. Ghabezloo and Sulem (2009) [2] gathered some typical values of the thermal expansion coefficients of water and of some typical minerals that are presented in Table 1. The Table is completed by the values of the compressibility of each mineral. The average fractions of each mineral obtained in a sample excavated from the mid-height of the median sequence of the COx formation [10] are also reported in the Table.

One can see that the water expansion coefficient is almost one order of magnitude higher than that of the minerals and that the coefficient of quartz and clay are comparable and larger that that of calcite or feldspar.

Given that the structure of the COx mudstone is characterized by a clay matrix containing the grains of quartz, calcite and feldspar [9], one can suspect some significant differential expansions in the solid phase at clay-calcite interfaces (the most frequent) and also at clay-felspar interfaces.

Mineral	Thermal expansion coefficient (°C)$^{-1}$	Solid compressibility (GPa^{-1})
Clay (45%)	$\alpha_s = 3.4 \times 10^{-5}$ (McTigue 1986) [12]	C_s =0.02 (Skempton 1960 [13], McTigue 1986 [12])
Quartz (25%)	$\alpha_s = 3.34 \times 10^{-5}$ (Palciauskas and Domenico, 1982) [14]	C_s = 0.0265 (Bass 1995) [15]
Calcite (25%)	$\alpha_s = 1.38 \times 10^{-5}$ (Fei 1995) [16]	C_s = 0.0136 (Bass 1995) [15]
Felspar (5%)	$\alpha_s = 1.11 \times 10^{-5}$ (Fei 1995) [16]	C_s = 0.0145 (Bass 1995) [15]
Water	$\alpha_w = 27 \times 10^{-5}$ (Spang 2002) [17]	C_w = 0.447 (Spang 2002) [17]
COx claystone solid grains	$\alpha_s^{hom} = 2.6 \times 10^{-5}$	C_s^{hom} = 0.02

Table 1: Thermal expansion and compressibility coefficients of different minerals.

Based on the proportion of minerals given in the Table 1, an estimation of the solid grains compressibility (C_s^{hom}) of the COx claystone can be obtained by using Hill's average formula [18]:

$$C_s^{hom} = \frac{1}{2}\left[\sum \frac{f_i}{C_s^{(i)}} + \left(\sum f_i C_s^{(i)}\right)^{-1}\right] \tag{1}$$

where f_i and $C_s^{(i)}$ are the volume fraction and the compressibility of the ith constituent.

The homogeneised thermal expansion coefficient (α_s^{hom}) can only be estimated for a two phase thermo-elastic heterogeneous material, as shown by Zaoui (2000) [19] who provided the following expression (in which one can see that the solid phase compressibility coefficients of the two phases $C_s^{(i)}$ also intervene):

$$\alpha_s^{hom} = \frac{1}{2}\left[f_1\alpha_s^{(1)} + f_2\alpha_s^{(2)} + \frac{C_s^{hom} - (f_1 C_s^{(1)} + f_2 C_s^{(2)})}{C_s^{(2)} - C_s^{(1)}}(\alpha_s^{(2)} - \alpha_s^{(1)})\right] \tag{2}$$

The approximate average value given in the Table has been obtained by firstly calculating the average coefficients ($\alpha_s^{(i)}$, $C_s^{(i)}$) for a mix composed of clay and quartz on the one hand, and of calcite and feldspar on the other hand. In a second step, calculation was made based on the two average values of ($\alpha_s^{(i)}$, $C_s^{(i)}$) obtained for both mixes.

Ghabezloo and Sulem (2009) [2] gathered some values of the thermal pressurization coefficient Λ (MPa/°C) measured in various soils and rocks and presented in Table 2. The

Table has been completed by their own values on the Rothbach sandstone, by a value on Boom clay recently obtained by Lima et al. (2010) [20] and by a value on Opalinus claystone deduced from the data of Muñoz et al. (2009) [21].

Material	Thermal expansion coefficient Λ (MPa/°C)	Reference
Clay	0.01	Campanella and Mitchell (1968) [1]
Boom Clay	0.06 0.019	Vardoulakis et al. (2002)[21] Lima et al. (2010) [20]
Opalinus claystone	0.1	Muñoz et al. (2007) [21]
Sandstone	0.05	Campanella and Mitchell (1968) [1]
Kayenta Sandstone	0.59	Palciauskas and Domenico (1982) [15]
Rothbach sandstone	From 0.25 to 0.025	Ghabezloo and Sulem (2009) [2]
Clayey fault gouge	0.1	Sulem et al. (2004, 2007) [23-24]
Intact rock at great depth	1.5	Lachenbruch (1980) [25]
Mature fault at 7 000m depth	Intact fault wall : 0.92 Damaged fault wall : 0.31	Rice (2006) [26]

Table 2: Values of the thermal pressurisation coefficients of various rocks and soils.

Some large values have been obtained in rocks but the values in clays are between 0.01 and 0.1MPa/°C. Quite different values are given for clays, in particular in Boom clay, comparing the data of Vardoulakis et al. (2002) [22] (obtained from experimental data of Sultan (1997), [27]) and that of Lima et al. (2010) [20]. Authors showed that the thermally induced pore pressure did not only depend on the mineral composition and porosity of the rock, but also on the stress state, the range of temperature variation and the previously induced damage. The pressure dependency of the compressibility of both rock and water and the temperature dependency of the pore water compressibility appeared to play an important role, as shown by Ghabezloo and Sulem (2009) [2] who provided values between 0.25 and 0.025MPa/°C at temperatures between 20 and 70°C for the Rothbach sandstone.

4. Material and methods

In-situ, the COx claystone is saturated. However, laboratory samples are desaturated by extraction, storage, transport and laboratory trimming. The mechanical properties of the claystone are highly dependent on the water content with significant increase in unconfined compression stress (UCS) with smaller water content. Pham et al. (2007) [28] performed UCS tests under controlled relative humidity (RH) and obtained UCS values between 27MPa at 98% RH and 57MPa at 32% RH. Given its low permeability and swelling properties, the saturation of the COx claystone is a tedious and long process that will be considered in detail

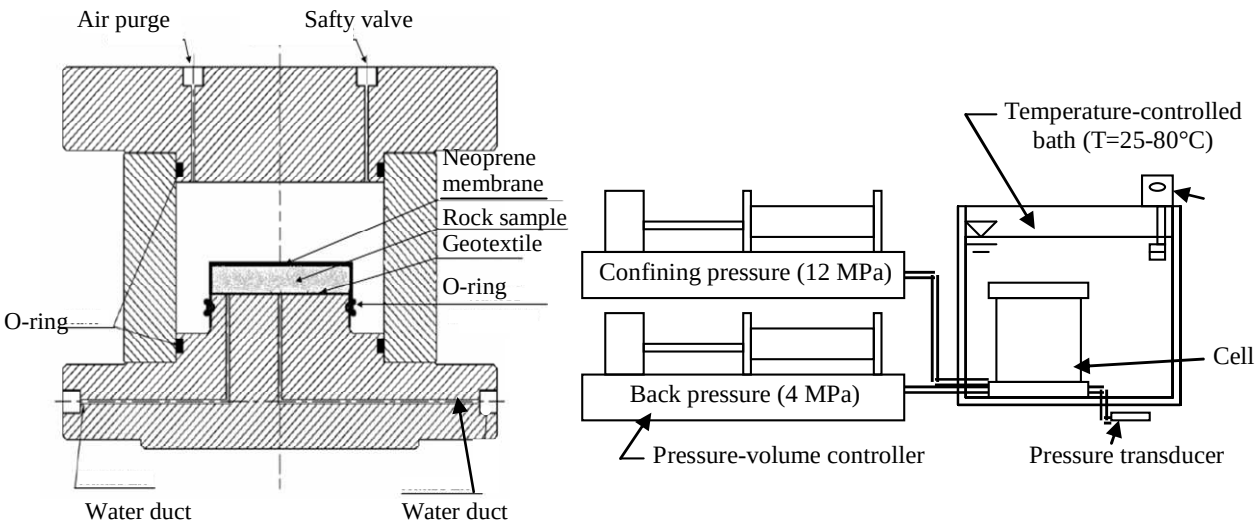
in this work, given its importance for a proper determination of the thermal pressurization coefficient.

The two specimens studied here, named EST27396 n°1-iso and EST27396 n°2-iso come from the core EST27396 that has been extracted at a depth of 500 m in the Bure URL. With an initial water content of 6.4% (obtained from weighing the sample before and after a period of 24h in an oven at 105°C) and a porosity of 22% (determined from careful measurements of the sample volume by using a precision calliper), the samples were significantly desaturated with a degree of saturation about 58% (giving a saturated water content of 11%) and a suction of 29MPa (measured by means of a dew point hygrometer, [29]).

The principle of the experiment allowing the determination of the thermal pressurization coefficient in a low porosity claystone is simple: a sample submitted to in-situ stress conditions is submitted to a temperature elevation in undrained conditions while the excess pore pressure is measured by a pressure transducer. However, its completion and the data interpretation appeared to be more complex than anticipated. A schematic view of the device developed for this purpose is described in Figure 1. The system (Figure 1a) is composed of an isotropic compression cell (already used by Tang et al. (2008) [30] to investigate the thermal behaviour of compacted bentonites), connected to two high pressure pressure-volume controllers (PVC, GDS Brand) used to impose the back pressure (maximum pressure 60MPa) and the confining pressure (maximum pressure 60MPa), respectively.

The cell is designed to accommodate a cylindrical sample of 80 mm in diameter and 10 mm in height similar to an oedometric sample. This shape of the specimen has been chosen to minimize the drainage length (equal to the sample thickness, i.e. 10mm) so as to allow satisfactory sample saturation within a reasonable period of time. A short drainage length is also suitable to optimize pore pressure homogeneity and measurements in a very low permeability material. To reduce the parasite volumes that could affect the pore pressure measurements, no porous disk was used and the draining system has been reduced to a simple thin geotextile placed between the bottom base and the sample. The geotextile is connected to two ducts that allow proper saturation, as will be commented later. The drainage performances of the geotextile were checked by using a dummy metal sample under a confining pressure of 20MPa. Also, a specially designed cylindrical neoprene membrane able to continuously envelop the top and lateral face of the sample was used, with no need of using any piston or porous disk on the top of the sample. The membrane is tightly fixed to the bottom base by means of two O-rings.

As seen in Figure1b, the cell is immersed in a temperature controlled bath. Pore pressure changes in the sample are measured by a pressure transducer (0 to 10MPa range) placed below the bath to avoid any perturbations due to the temperature changes in the bath. The temperature of the bath is measured by means of a thermocouple. There is no displacement measurement in this apparatus.



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

Figure 1: (a) Modified isotropic cell; (b) Controlled temperature bath.

One of the two ducts arriving at the sample bottom is connected to the pressure transducer whereas the other one is connected to the back-pressure CPV. This CPV was carefully filled by de-aired water.

Effect of the mechanical and thermal deformation of the system

The "undrained" condition is achieved by closing the valves of the cell. It is a condition of no volume change in the fluid mass of the system, i.e. of the pore fluid and of the water in the drainage system. Given the comparable orders of magnitude of the compressibility and of the thermal expansion coefficients of water (from $27\times10^{-5}(°C)^{-1}$ at 25°C to $63\times10^{-5}(°C)^{-1}$ at 80°C under 4MPa [17]), of the grains (about $2.8\times10^{-5}(°C)^{-1}$ as shown previously by averaging the thermal expansion coefficients of the minerals) and of the metal cell ($5.2\times10^{-5}(°C)^{-1}$ for stainless steel), the volume changes of all components during both the undrained loading phase and the undrained heating phase have to be considered in detail so as to fully understand the various processes occurring during the test. They include the mechanical and thermal volumes changes of the porous specimen (solid and water), of the fluid contained in the drainage system (water in the geotextile, in the ducts machined the metal cell base, in the

valves and the pressure transducer) together with the water exchanges between them, that are governed by the specimen low permeability.

The influence of the drainage system on the measurement of the pore pressure response during “undrained compression” in saturated rocks has been examined by Bishop (1976) [31] and Mesri et al. (1976) [32]. The analysis has been extended to thermally induced pore pressures by Ghabezloo and Sulem (2009) [33]. The main results are briefly recalled here.

In a perfect undrained THM test carried out in an elastic porous material [32-34-35], the pore pressure increase is given by the following expression:

$$\Delta u = B\,\Delta\sigma + \Lambda\,\Delta T \tag{3}$$

where the Skempton coefficient B and the thermal pressurization coefficient Λ are defined by the following equations:

$$B = \frac{(C_d - C_s)}{(C_d - C_s) + \phi(C_w - C_s)} \tag{4}$$

$$\Lambda = \frac{\phi(\alpha_w - \alpha_s)}{(C_d - C_s) + \phi(C_w - C_s)} \tag{5}$$

where ϕ is the porosity, C_d the drained compressibility of the saturated rock, C_s and C_w the compressibilities of the solid phase and of water, respectively.

Accounting for the effects of the drainage system leads to the following corrected expressions [32]:

$$\Delta u_{mes} = B_{mes}\,\Delta\sigma + \Lambda_{mes}\,\Delta T \tag{6}$$

with:

$$B_{mes} = \frac{(C_d - C_s)}{\phi(C_w - C_s) + (C_d - C_s) + \frac{V_L}{V}(C_w + C_L)} \tag{7}$$

$$\Lambda_{mes} = \frac{\phi(\alpha_w - \alpha_s) + \frac{V_L}{V}(\alpha_w - \alpha_L)}{\phi(C_w - C_s) + (C_d - C_s) + \frac{V_L}{V}(C_w + C_L)} \tag{8}$$

in which V_L is the volume of the drainage system, C_L its compressibility and α_L the thermal expansion coefficient of the drainage system. All these parameters have to be determined by running calibration tests.

In other words, the values of the measured parameters have to be corrected as follows [33]:

$$B_{cor} = \frac{1}{\frac{1}{B_{mes}} - \frac{V_L(C_w + C_L)}{V(C_d + C_s)}} \tag{9}$$

$$\Lambda_{cor} = \frac{\Lambda_{mes}}{1 + \frac{V_L}{\phi V(\alpha_w - \alpha_s)}\left((\alpha_w - \alpha_L) - \Lambda_{mes} V_L (C_w + C_L)\right)} \tag{10}$$

Equation (9) is the same as that given by Bishop (1976) [31] in the case of isothermal undrained loading.

5. Saturation procedure and "undrained" compression test

To avoid any swelling due to uncontrolled hydration, the sample was placed in its initial state (i.e. not fully saturated) on the dry geotextile [36]. Once the system was mounted and the cell filled with water, the sample was isotropically compressed under 8MPa, a value close to the in-situ effective mean stress (the total in-situ mean stress is close to 12MPa and the pore pressure is about 4MPa).

The geotextile was then carefully saturated by infiltrating water under a small pressure into the disk. To do so, one of the drainage valves of the cell base was connected to the pore water PVC whereas the other one was kept open so as to allow air evacuation from the dry porous disk. This valve was closed once water started to flow out. The pore pressure and confining pressure were then increased simultaneously of the same slope up to near the in-situ stresses (4MPa and 12MPa respectively).

Figure 2 presents the results of the infiltration phase of water into the samples (EST27396 n°1-iso, EST27396 n°2-iso), showing that most of the water infiltrated during the first four days. A slow and constant infiltration rate is established afterwards. It is difficult to assess whether this flow rate is due to a micro leak or to the mobilisation of the swelling capacity of the claystone. A similar trend has been observed in Boom clay sample [37] and was related to the mobilisation of swelling.

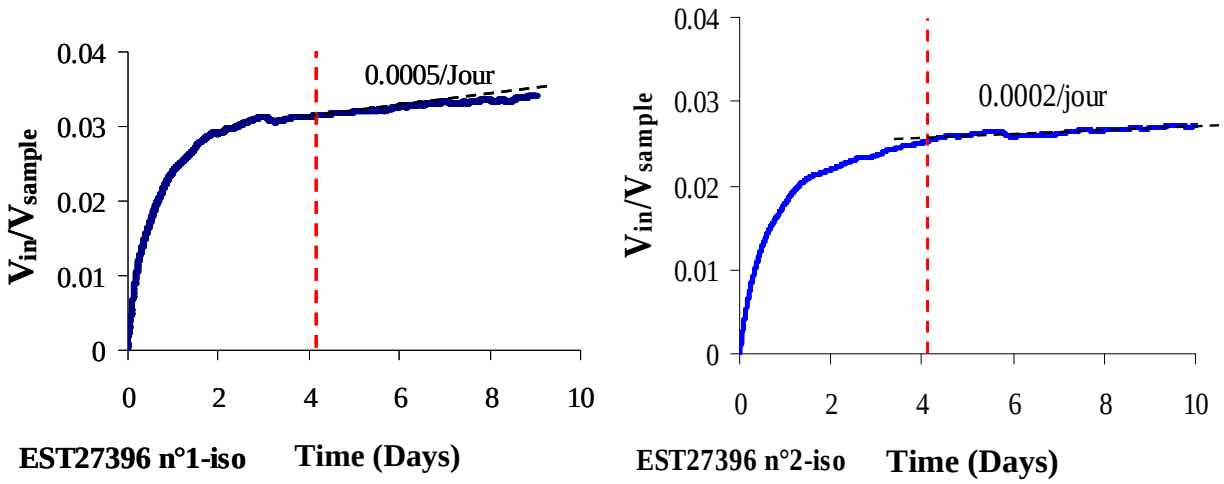


Figure 2: Water injection during the saturation phase: EST28396 n°1-iso and EST28396 n°2-iso.

An undrained isothermal test was then carried out on sample EST28396 n°1-iso to determine the Skempton coefficient and to assess the quality of the saturation. To do so, the valves were closed and the confining stress increased at a rate of 0.001MPa/mn while monitoring the changes in pore pressure. Figure 3a shows that the response in pore pressure is nicely coupled to the change in confining stress, a trend confirmed by the diagram of Figure 3b that allows the measurement of the Skempton coefficient $B_{mes} = \Delta u_{mes}/\Delta\sigma_{iso} = 0.7$.

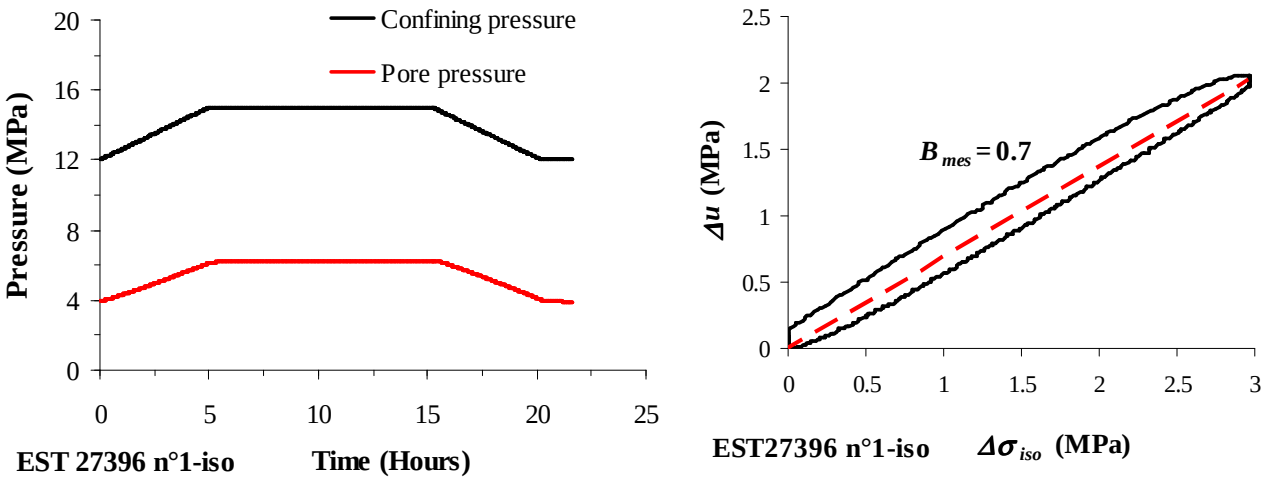


Figure 3: undrained isotropic compression test: (a) evolution in pore pressure with time ;(b) pore pressure variation versus confining pressure variation.

The total volume of the drainage system V_L was directly measured by using the pressure-volume controller. To do so, the drainage system was first dried (by flushing it with a flow of compressed air), put under vacuum and the valves were closed so as to maintain vacuum. The pressure-volume controller and the connecting ducts were filled with de-aired water with no air bubbles trapped in and the duct was carefully connected to the closed valve while setting the volume of the pressure-volume controller at zero. The valve was then gradually opened

and the volume of water penetrating the drainage system was given by the pressure-volume controller, giving a value of V_L equal to 2683mm^3.

The determination of the C_L coefficient was carried out by conducting a compression test between 4.5 and 7MPa on a dummy metal sample of the same dimensions as that of the specimen. The volume change monitored by the back-pressure PVC while increasing the back pressure depends on the compressibility of both the internal drainage system (inside the cell and limited by the valves) and the external drainage system (the pressure-volume controller itself together with the ducts connected to the cell). To separate these effects, the response of the external system was monitored by running a similar test with the valve closed and the volume change of the internal drainage system ΔV_L was obtained from the difference between the volume changes obtained from these two tests.

The coefficient C_L is deduced from the expression giving the change in volume of the drainage system with respect to the changes in pore pressure:

$$\frac{dV_L}{V_L} = (C_L + C_w)du \qquad (11)$$

Knowing the value of C_w (0.447GPa^{-1} at 25°C [18]) and the changes in V_L calculated from the response of the pressure volume controller, a value C_L = 1.6GPa^{-1} was obtained. This value appears to be significantly larger than the value of 0.117GPa^{-1} obtained by Ghabezloo and Sulem (2009) [33] who used a metal porous stone. This difference is due to the much softer geotextile used here.

The value of B_{mes} was calculated based on the following values of other parameters:

- C_w = 0.447GPa^{-1} for water at 25°C [17];
- C_d = 0.42GPa^{-1} [11];
- C_s = 0.02GPa^{-1} (from mineral composition, see Table 1);
- ϕ = 0.22 (measured).

By using Bishop's expression (Equation (9)), a corrected value B_{cor} = 0.85 was obtained. This value is considered representative of a good saturation of the COx claystone.

Figure 4a presents the device with the drainage system containing the connecting lines, the valves and the pressure transducer. Figure 4b is a simplified schematic representation of the device (with both the rock sample in a) and the dummy specimen in b)) in which the various volumes are also given.

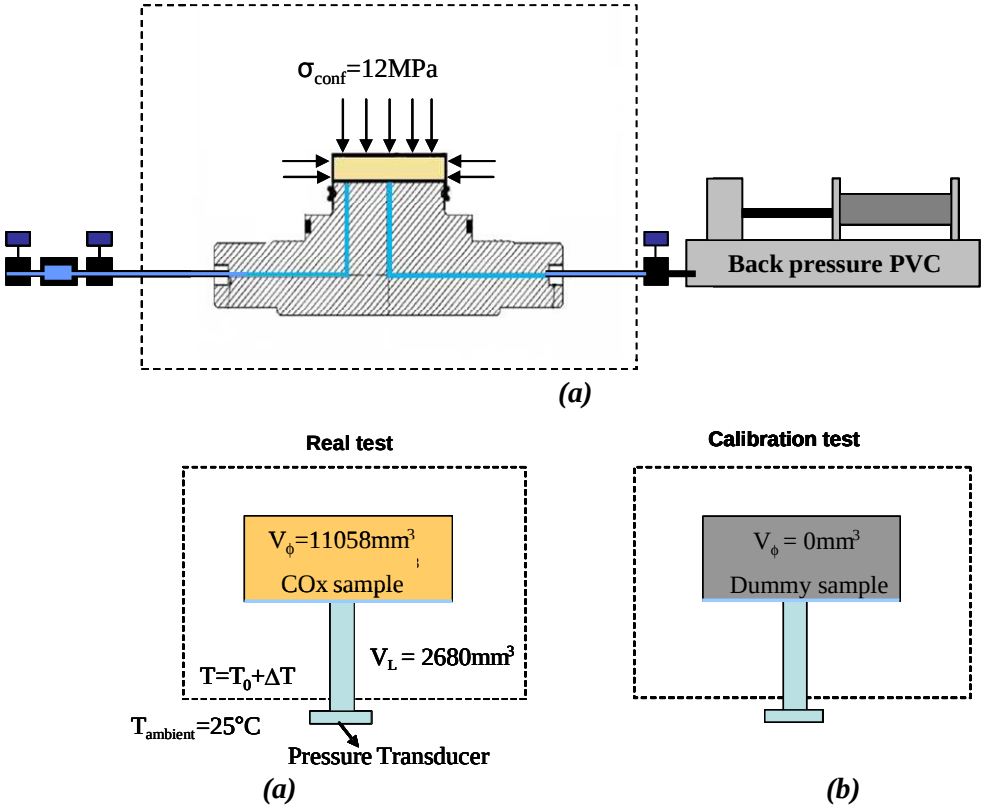


Figure 4: (a) drainage system and the sample, (b) Schematic representation of the device

6. "Undrained" heating test

The "undrained" heating was performed by increasing temperature by steps of two degrees and by keeping temperature constant at each step during 10 hours. This period of time is long enough so as to reach temperature equilibrium between the system and the sample.

The specific thermal parameters of the device were determined by performing a thermal calibration test on the metallic dummy sample ($\phi = 0$, $C_d = C_s$). Equation (8) reduces to:

$$\Lambda_{mes} = \frac{\alpha_w - \alpha_L}{C_w + C_L} \qquad (12)$$

in which coefficients α_w and C_w depend on temperature as shown in Figure 5 (after Spang, (2002); [17]).

The result of the dummy thermal test is given in Figure 6. The response shows a reasonably reversible response in temperature. The curve that has been calculated by adopting a value $\alpha_L = 5 \times 10^{-5}(°C)^{-1}$ appears to fit well with the experimental data.

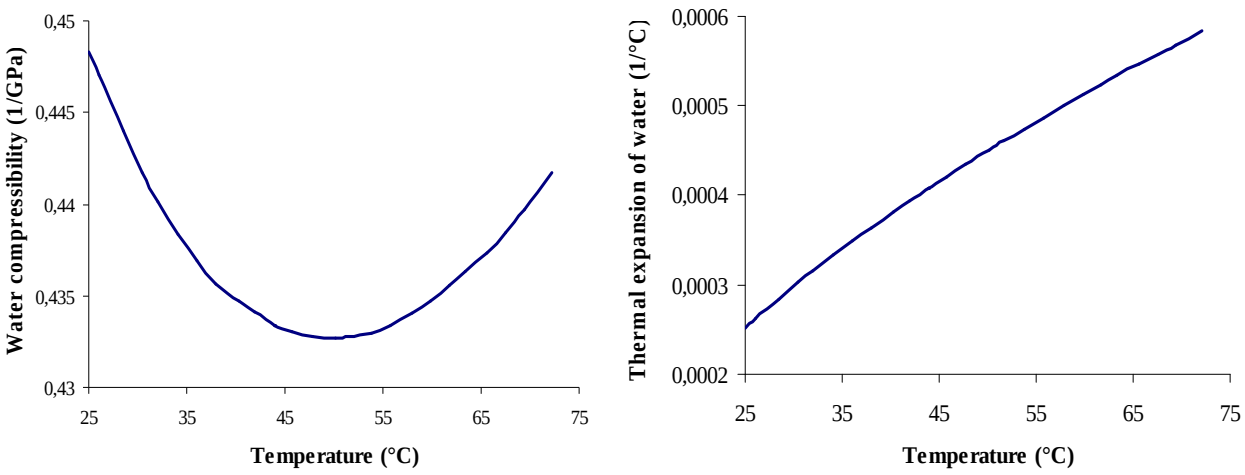


Figure 5: Compressibility and thermal expansion of water under a 4MPa pressure as function of temperature (after Spang (2002); [17]).

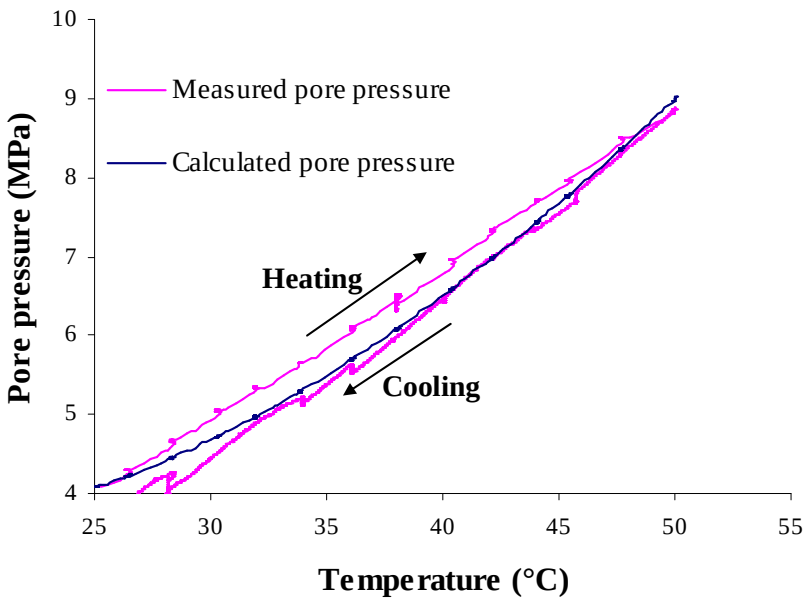


Figure 6: Thermal pore pressure in the drainage system during a calibration heating cooling test on a dummy metal sample.

The response in pore pressure with respect to time obtained on a COx sample (EST27396 n°1-iso) submitted to a 2°C step increase in temperature between 25 and 72°C with the valves closed is presented in Figure 7 together with the data of the dummy sample tests already presented in Figure 6. Between 25°C and 42°C, heating was faster with short steps that only lasted 20 minutes whereas between 42 and 72°C steps lasted 10 hours. The data of Figure 8 show that the pore pressure responses obtained during the dummy test are instantaneous and stable at each step, showing good water tightness of the system. Whereas the successive instantaneous pressure increases appear to be comparable in both tests, their cumulated increase with the dummy sample gives a pressure value that becomes clearly larger than that

obtained with the COx specimen. The COx specimen response starts with a peak followed by a decrease similar in shape to that of pore pressure dissipation. The curve also shows that final stabilization is obtained at the end of the 10h long steps.

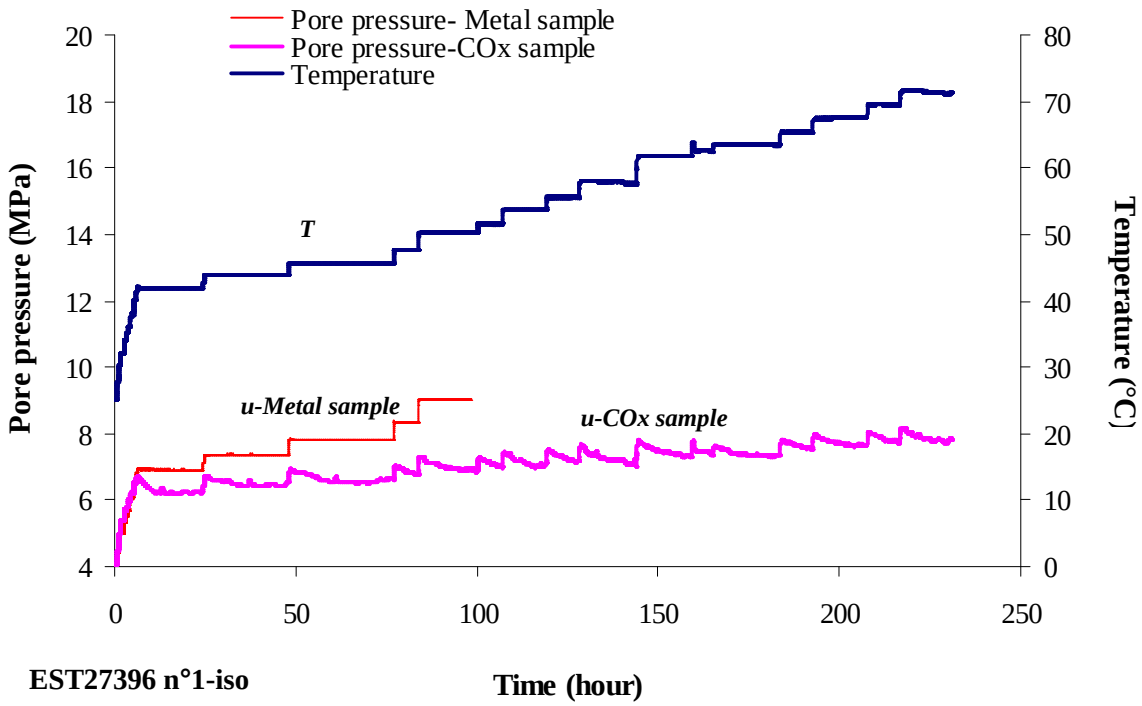


Figure 7: comparing the thermally induced pore pressure in the sample (EST27396n°1-iso) and pore pressure of drainage system during calibration test.

These trends are observed in more details in the zoom presented in Figure 8. The fast thermal pore pressure increases in both cases are close between 25°C and 42°C with the short 20 mn steps. Conversely, the two curves diverge during the first 10 h step at 42°C with a subsequent decrease in pore pressure in the COx sample.

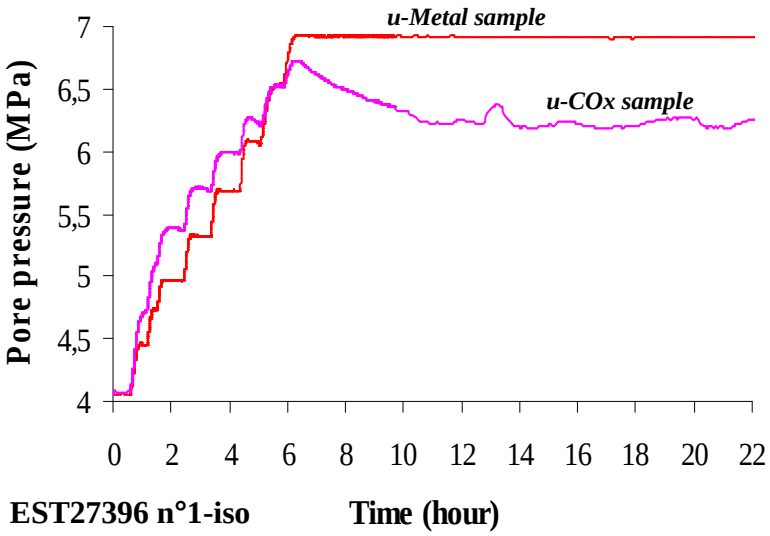


Figure 8: Zoom on the first steps of heating from 25°C to 42°C (EST27396 n°1-iso).

Various observations can be made:

- The instantaneous thermal pore pressure increments, similar in the dummy and the COx tests, are mainly due to the expansion of the water in the drainage system and of the drainage system;
- The subsequent decrease in the measured pore pressure in the COx test indicates that there is a progressive water transfer from the drainage system into the sample till reaching pore pressure equilibrium between the system and the sample. At equilibrium, the pore pressure gauge gives the value of the sample pore pressure;
- The thermal increase in pore pressure in the sample is coupled with a decrease in effective stress that can be calculated once the Biot coefficient b of the claystone is known. The determination of the b coefficient is not straightforward and a range of values have been provided by various authors. Homand et al. (2006) [38] give values starting from 1 around 10MPa and decreasing to 0.6 around 20MPa. Based on these data, a value of b = 1 can be adopted since the initial confining stress and back pressures applied here were initially 12MPa and 4MPa respectively;
- The combined effects of the thermal dilation of water, of the solid grains and the release of effective stress all contribute to the sample expansion that could unfortunately not be directly monitored. This expansion is governed by the drained compressibility C_d.

At equilibrium, all thermo-mechanical volume changes are taken into account in Equation (8) that shows that the response is the combined effect of the thermo-mechanical response of the sample solid phase (parameters C_s and α_s), of water (C_w and α_w), of the drainage system (C_L and α_L) and also of the drained compressibility of the claystone (C_d).

To complete the data of the previous test in the zone of small temperatures a second test (EST27396 n°2-iso) was conducted with the 2°C temperature steps lasting at least 10 hours along the whole temperature range between 25 and 80°C. The response in pore pressure obtained is presented in Figure 9.

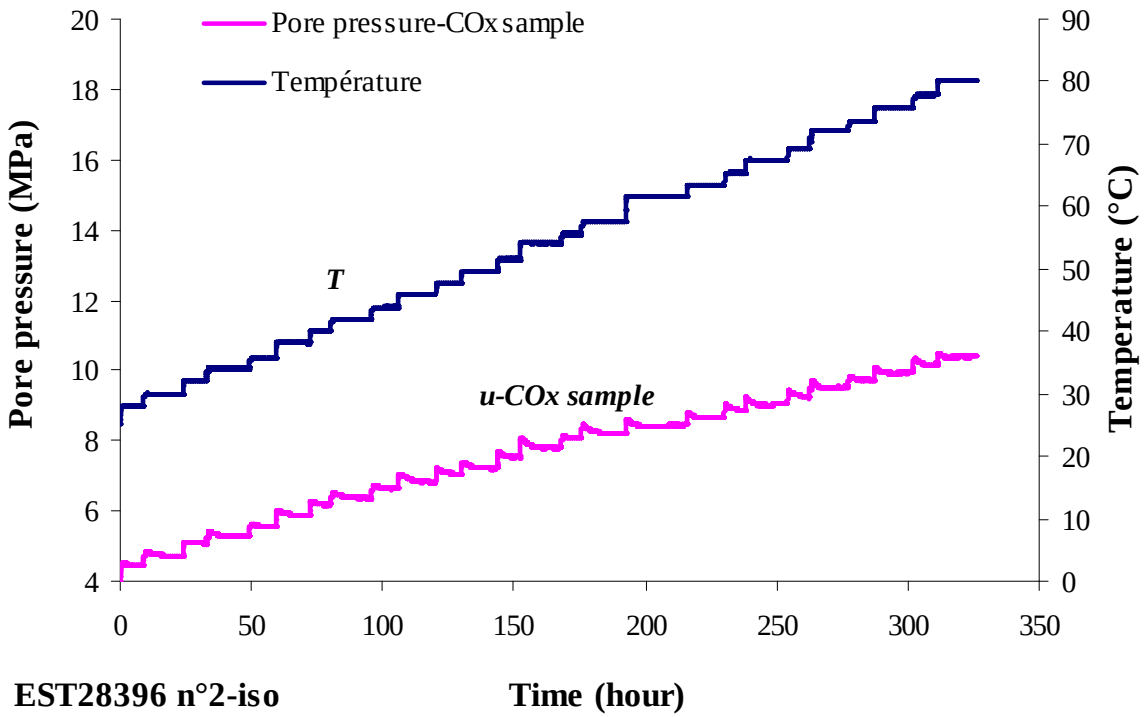


Figure 9: Thermally induced pore pressure in the second sample (EST27396 n°2-iso).

The equilibrated pore pressures at each temperature are representative of the thermally induced pore pressure at the given temperature. The decrease in effective stress corresponding to the increase in pore pressure (adopting b = 1) is presented in Figure 10. It decreases from 8 to 3.4MPa in test EST27396 n°2-iso between 25 and 80°C and from 6 to 4.6MPa in test EST27396 n°1-iso between 43 and 72°C.

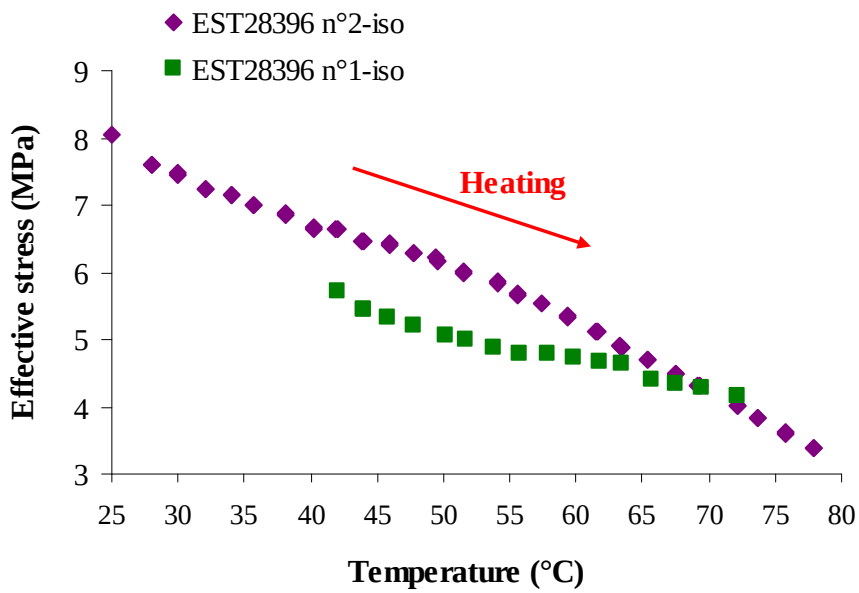


Figure 10: Decreasing of effective stress with temperature

The measured thermal pressurisation coefficient ($\Lambda_{mes}= \Delta u_{mes}/\Delta T$, the slope of the pore pressure/temperature curve) has been determined by using two methods: one consisted in

taking th derivative of a fitted three order polynomial function whereas the second method (discrete derivative method) was based on a difference quotient calculated on a discrete set of N points centred on the corresponding point.

The corrected thermal pressurization coefficient Λ_{cor} was afterwards obtained by applying Equation (10). Conversely to the important effect of the drainage system on the determination of the Skempton coefficient, the drainage system has a small effect on the thermal pressurization coefficient.

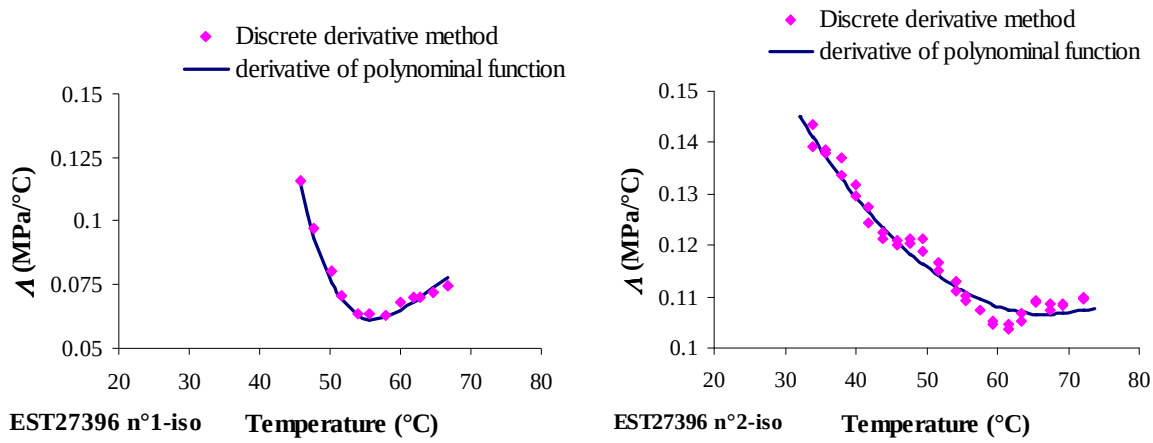


Figure 11: Calculated values of the changes in thermal pressurization coefficient versus temperature.

The thermal pressurization coefficient decreases with temperature from 0.11 to 0.06MPa/°C between 42 and 56°C in test EST27396 n°1-iso and from 0.14 to 0.1MPa/°C between 32 and 62°C in test EST27396 n°2-iso, with respective minimum values observed at 56 and 61°C (Figure 11).

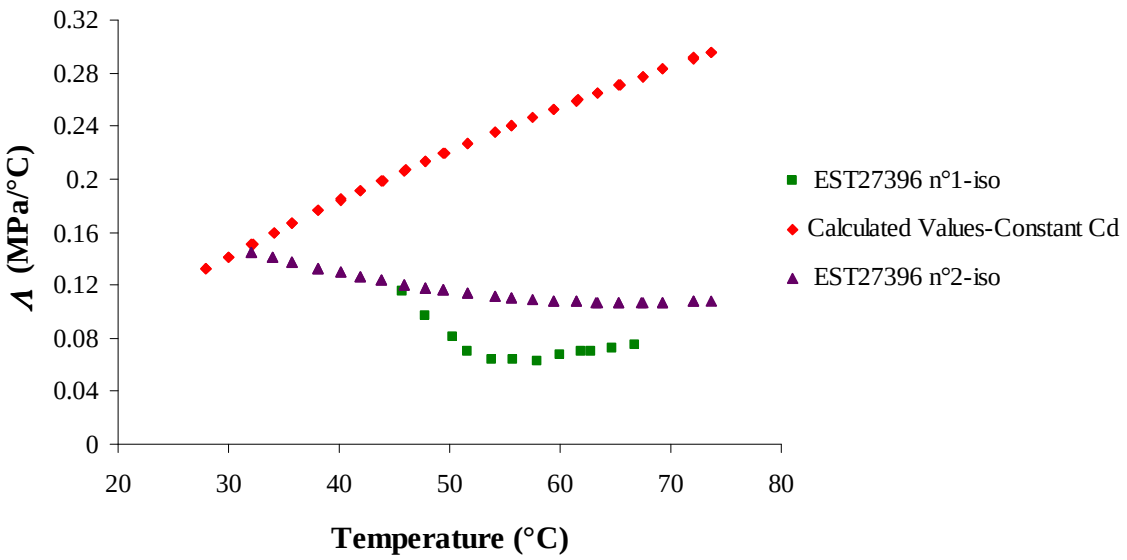


Figure 12: Thermal pressurization coefficient: experimental values and calculated values assuming a constant drained compressibility.

The corrected thermal pressurization coefficients (Λ_{corr}) obtained from both tests are plotted together in Figure 12 and compared to the theoretical values calculated from Equation (5), in which the changes of parameters α_w and C_w with temperature (Figure 5) are accounted for (with the drained compressibility C_d taken constant and equal to 0.42GPa^{-1} (value at 25°C according to [11]), and C_s and α_s respectively equal to 0.02GPa^{-1} and 2.6× 10^{-5}(°C)$^{-1}$, ϕ = 0.22).

One can observe that the theoretical values do not correspond with the experimental points. The assumption that parameters C_s and α_s are not changing significantly with temperature is commonly admitted (e.g. Gens et al, 2007; [6]). The parameter most prone to change with stress and temperature is the drained compressibility C_d. The dependency of C_d with stress is well known, particularly during unloading in materials exhibiting a swelling capacity like the COx claystone, as recently observed in oedometer tests by Mohajerani et al. (2011) [39] who confirmed that C_d significantly increased upon unloading. The change in C_d with temperature is less documented in claystone, but it has been shown by Campanella and Mitchell (1968) [1] in a clay and more recently confirmed by Sultan et al. (2002) [27] in Boom clay that the drained compressibility was not significantly temperature dependent. In the lack of any existing data concerning claystones and in a purpose of simplification, the observation made from clays is adopted here and only the stress dependency of the drained compressibility is considered in a first approach. By fitting the theoretical values of the thermal pressurization coefficient (from Equation (5)) and the experimental values at each temperature, the following expression of the changes in tangent drained compressibility with temperature is obtained.

$$C_d = \frac{\phi(\alpha_w - \alpha_s)}{\Lambda_{cor}} - \phi C_w + (1+\phi)C_s \qquad (13)$$

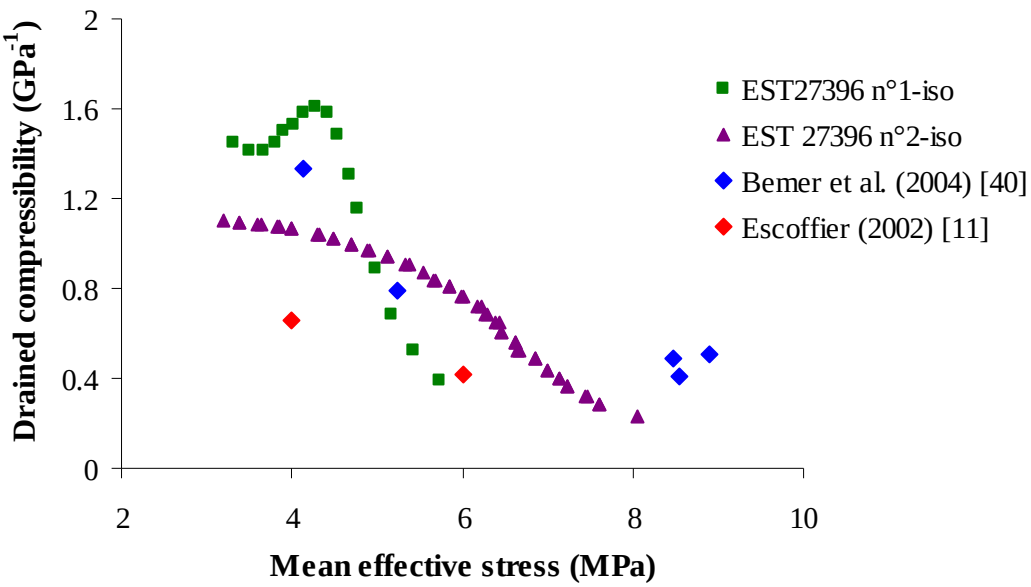


Figure 14: Changes in drained isotropic compressibility with mean effective stress variation.

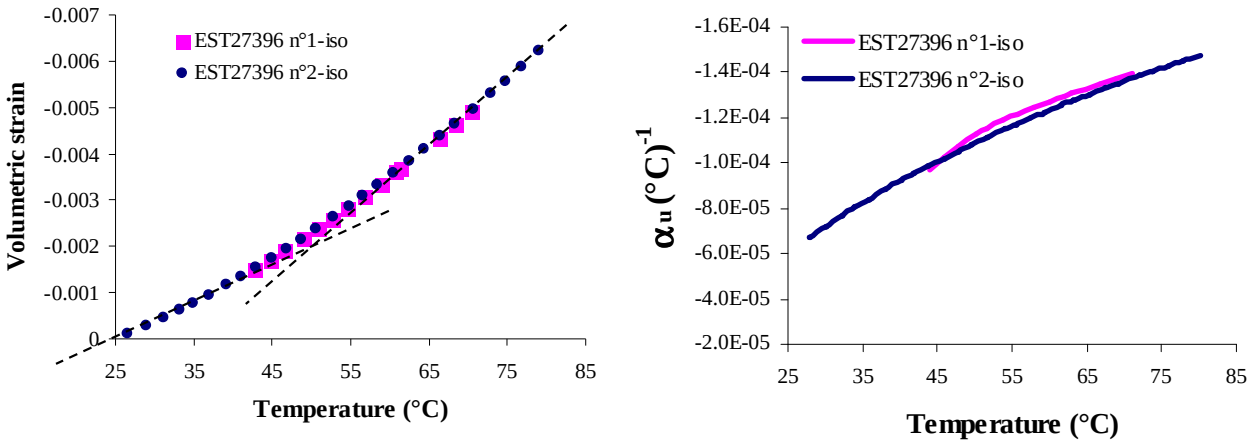
In Figure 14, one can see that C_d increases from 0.3GPa^{-1} up to 1.1GPa^{-1} during unloading from 8 to 3.4MPa in test EST27396 n°2-iso whereas it increases from 0.4GPa^{-1} up to 1.6GPa^{-1} during unloading from 5.4 to 4.15MPa in test EST27396 n°1-iso. These results are reasonably comparable with those obtained by Escoffier (2002) [11] in isotropic drained compression tests (0.42GPa^{-1} between 8 and 6MPa and 0.65GPa^{-1} between 6 and 4MPa with a 1 MPa back pressure) and those obtained by Bemer et al. (2004) [40] and Mohajerani et al. (2010) [39] from oedometric tests. Note however that the peak observed in the data of test EST27396 n°1-iso does not seem too realistic, given that C_d changes with stress are monotonic.

Using the above values for the drained compressibility C_d, the volumetric strain (not monitored here as mentioned above) can be evaluated as follows; adopting the biot coefficient equal to 1:

$$\varepsilon_v = -\frac{\Delta V}{V} = C_s \Delta u + C_d(\Delta\sigma - \Delta u) - \alpha_s \Delta T \qquad (14)$$

During undrained heating $\Delta\sigma = 0$ and $\Delta u = \Lambda_{cor}\Delta T$, so equation (15) becomes

$$\varepsilon_v = -\frac{\Delta V}{V} = \alpha_u \Delta T = ((C_s - C_d)\Lambda_{cor} - \alpha_s)\Delta T \qquad (15)$$



(a) *(b)*

Figure 15: Volumetric strain variation during undrained heating tests. (a) Calculated volumetric strain during heating; (b) Undrained thermal expansion coefficient change with temperature.

The calculated volume change with respect to temperature increase is shown in Figure 15a for both tests. The changes in the undrained thermal expansion coefficient α_u of the claystone with respect to temperature (calculated by taking the derivative of fitted third degree polynomial expression) is given in Figure 15b. The order of magnitude of the α_u coefficient changes between $7\times 10^{-5}(°C)^{-1}$ at 25°C and $14.7 \times 10^{-5}(°C)^{-1}$ at 80°C. Logically, the α_u values are higher than the average order of magnitude of the thermal dilation coefficient of grains ($\alpha_s = 2.6 \times 10^{-5}(°C)^{-1}$) because of the significant influence of the water thermal dilation ($\alpha_w = 27 \times 10^{-5}(°C)^{-1}$ at 25°C) and of its changes with temperature between 25 °C and 80°C (at which $\alpha_w = 63 \times 10^{-5}(°C)^{-1}$, see Figure 5)

7. Conclusion

During the deep storage of exothermic radioactive waste, pore fluid pressurization can be induced in the host rock due to the difference between the high thermal expansion of pore water compared to that of the solid phase. In this paper, an experimental evaluation of the thermally induced pore fluid pressurization has been performed on samples of the Callovo-Oxfordian claystone extracted at a depth of 490 m from the ANDRA Meuse-Haute Marne Underground Research Laboratory of Bure. Tests have been conducted in an isotropic compression cell with a sample of small thickness (10mm) so as to reduce the drainage length and optimize both the saturation process and the homogeneity of the pore pressure field. Resaturation of samples was performed under stress conditions close to the in-situ ones at 490m depth (mean total stress of 12MPa and pore pressure of 4MPa). This technique

developed in clayey soils appeared to be necessary so as to avoid any disturbance in the sample due to swelling.

The effects of the mechanical and thermal deformation of the drainage system and of the water filling it have been considered in the analysis of results of the undrained tests. The correction proposed appeared to be more significant for the evaluation of the mechanical undrained properties than for the thermal ones. It was shown that the thermal pressurization coefficient of COx claystone slightly decreased with increased temperature and with values between 0.14 and 0.1MPa/°C. This temperature dependency was interpreted as the combined effect of the temperature dependency of the pore water thermal expansion coefficient together with that of the stress dependency of the drained compressibility C_d of the COx claystone. The stress dependency of the C_d parameter was back calculated and favourably compared to values already published.

The data obtained through the completion of a new experiment confirmed that thermal pressurisation depended upon complex interactions including the thermal expansion of the constituents (water + minerals), their change with temperature in the case of water, together with the stress conditions that interacted through the stress dependency of the drained compressibility parameter C_d. The data obtained here now need to be confirmed and completed through obtaining further experimental data related in particular to the temperature dependency of the involved parameters, and more particularly of the drained compressibility.

The numerical simulations of in-situ thermal experiments that have been conducted up to now are based on parameters that are back-calculated to fit with the in-situ measured data. Given the small strain fields involved around the waste during thermal in-situ tests, most calculations are logically carried out in the elastic domain, with constant mechanical parameters. The more detailed insight presented here about the temperature dependency of the different interactive physical phenomena involved in thermal pressurisation will hopefully help to improve the parameter determination and the numerical modelling of the in-situ tests.

Acknowledgements

The authors wish to acknowledge ANDRA (the French Radioactive Waste Management Agency) for its financial support. The views expressed in this paper are that of the authors and do not engage ANDRA in any matter. The authors also wish to thank Dr. S. Ghabezloo for useful discussions and MM. E. De Laure, H. Delmi and X. Boulay for their invaluable contribution in the development of the new devices used in this work.

References

[1] Campanella R.G. and Mitchell J.K. Influence of temperature variations on soil behaviour, Jnl Soil Mech. Fdn Div., Am. Soc. Civ. Engrs, 1968; 94, SM3,pp. 709-734.

[2] Ghabezloo S. and Sulem J. Stress dependent thermal pressurization of a fluid-saturated rock, Rock mechanics and Rock engineering journal, 2009; N°42, p. 1-24.

[3] Wileveau Y. and Su K. In situ thermal experiments carried out in Opalinus claystone and Callovo-Oxfordian claystones by ANDRA experiment set-up and measurement results, Clay in natural and engineered barriers for radioactive waste confinement, Conf. Lille, 17-20 Sept, 2007.

[4] Kull, H., Jockwer, N., Zhang, C.L., Wileveau, Y. and Pepa, S.: Measurement of thermally-induced pore-water pressure increase and gas migration in the Opalinus claystone at Mont Terri – Elsevier, Physics and Chemistry of the Earth, 2007; 32, pp. 937-946.

[5] Jobmann, M. and Polster, M. The response of Opalinus claystone due to heating: A combined analysis of in situ measurements, laboratory investigations and numerical calculations – Elsevier, Physics and Chemistry of the Earth, 2007: 32, pp. 929-3-936.

[6] Gens, A., Vaunat, J., Garitte, B. & Wileveau, Y. In situ behaviour of a stiff layered clay subjected to thermal loading: observations and interpretation. Géotechnique, 2007. 57, No. 2, pp. 207–228.

[7] Wileveau Y, Cornet F.H, Desroches J, Blümling P. Complete in situ stress determination in an. argillite sedimentary formation. Physics and Chemistry of the Earth, Parts. A/B/C, 2007; 32 (8–14), pp 866–878.7

[8] Fouché O, Wright H, Cléac'h J.M, Pellenard P. Fabric control on strain and rupture of heterogeneous shale samples by using a non-conventional mechanical test, Applied Clay Science 2004; 26, pp 367–387.8

[9] Yven B., Sammartino S, Geroud Y, Homand F, Villieras F. Mineralogy, texture and porosity of Callovo-Oxfordian claystones of the Meuse/Haute-Marne region (eastern Paris Basin), Mémoires de la Société géologique de France ISSN 0249-7549 2007, vol. 178, pp. 73-90.

[10] ANDRA. Dossier Argiles, Référentiel du site Meuse/Haute Marne, 2005.9

[11] Escoffier S. Caractérisation expérimentale du comportement hydromécanique des argilites de Meuse/Haute-Marne. PhD Thesis, INPL, 2002.

[12] McTigue D.F. Thermoelastic response of fluid-saturated porous rock, Journal of Geophysical Research, 1986; 91(B9), pp 9533–9542.

[13] Skempton A.W. The Pore Pressure Coefficients A and B, Géotechnique, 1954; 4, pp 143–147.

[14] Palciauskas V.V, Domenico P. A. Characterization of drained and undrained response of thermally loaded repository rocks. Water Resour, 1982, Res 18(2): pp. 281–290.

[15] Bass JD, Elasticity of minerals, glasses, and melts. In: Thomas JA (ed) Mineral physics and crystallography: a handbook of physical constants. American Geophysical Union Online Reference Shelf 2, 1995, pp 45–63

[16] Fei Y. Thermal expansion. In: Thomas JA (ed) Mineral physics and crystallography: a handbook of physical constants. American Geophysical Union Online Reference Shelf 2, 1995; pp 29–44.

[17] Spang B. Excel Add-In for Properties of Water and Steam in SI-Units, http://www.cheresources.com/staff.shtml, 2002.

[18] Hill R (The elastic behavior of crystalline aggregate. Proc Physical Soc London, 1952, A65: pp. 349–354.

[19] Zaoui A. Matériaux hétérogènes et composites, Ecole Polytechnique, 2000.

[20] Lima A. Romero E, Gens A, Muñoz J, Li X. L. Heating pulse tests under constant volume on Boom clay, Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering. 2010, 2 (2): 124–128.

[21] Muñoz JJ. Thermo-Hydro-Mechanical analysis of soft rock application to a large scale heating test and large scale ventilation test, PhD thesis, University Politecnica de Catalunya 2006; 246 p.

[22] Vardoulakis I. Dynamic thermo-poro-mechanical analysis of catastrophic landslides. Géotechnique, 2002; 52(3): 157–171.

[23] Sulem J, Vardoulakis I, Ouffroukh H, Boulon M, Hans J. Experimental characterization of the thermo-poro-mechanical properties of the Aegion fault gouge. Comptes Rendus Geosciences, 2004; 336(4–5): pp. 455–466.

[24] Sulem J, Lazar P, Vardoulakis I Thermo-poro-mechanical properties of clayey gouge and application to rapid fault shearing. Int J Num Anal Meth Geomechanics, 2007; 31(3): pp. 523–540.

[25] Lachenbruch A. H. Frictional heating, fluid pressure and the resistance to fault motion. J Geophys, 1980; Res 85: 6097–6112.

[26] Rice JR Heating and weakening of faults during earthquake slip. J Geophys (2006) Res 111: B0531126.

[27] Sultan N. Etude du comportement thermo-mécanique de l'argile de Boom: expériences et modélisation, PhD thesis, CERMES, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, France, 1997.
[28] Pham Q.T, Vales F, Malinsky L, Nguyen Linh D, Gharbi H. Effects of desaturation-resaturation on mudstone. Physics and Chemistry of the Earth, 2007; 32, pp 646–655.
[29] Leong E.C, Tripathy S, Rahardjo H. Total suction measurement of unsaturated soils with a device using the chilled-mirror dew-point technique, Géotechnique, 2003; 53 (2), pp 173 – 182.
[30] Tang A.M, Cui Y.J, Barnel N. Thermo-mechanical behaviour of a compacted swelling clay. Géotechnique, 2008; Vol. 58(1), pp. 45-54.
[31] Bishop A.W. The influence of system compressibility on the observed pore pressure response to an undrained change in stress in saturated rock. Geotechnique, 1976; 26(2): 371–375.
[32] Mesri G, Adachi K, Ulrich C.R. Pore-pressure response in rock to undrained change in all around stress. Géotechnique,1976; 26(2): pp. 317–330.
[33] Ghabezloo S, Sulem J. Effect of the volume of the drainage system on the measurement of undrained thermo-poro-elastic parameters. Int J Rock Mech Min Sci 2010; 47:60-68.
[34] Coussy O. Poromechanics, Wiley, 2004.
[35] Rice, J.R. (2006): Heating and weakening of faults during earthquake slip, Journal of Geophysical Research, Vol. 111, B05311.
[36] Delage P, Le T.T, Tang A.M, Cui Y.J, Li X.L. Suction effects in deep Boom clay block samples. Géotechnique, 2007 ; 57 (1), pp 239–244.
[37] Le TT, Comportement thermo-hydro-mécanique de l'argile de Boom. PhD thesis, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, 2008.
[38] Homand F, Shao J, Giraud A, Auvray C, Hoxha D. Pétrofabrique et propriétés mécaniques des argilites. Comptes Rendus Geosciences, 2006; 338 (12–13), pp 882–891.
[39] Mohajerani M, Delage P, Monfared M, Sulem J, Tang AM, Gatmiri B. Oedometric compression and swelling behaviour of the Callovo-Oxfordian argillite, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 2011; 48, pp 606-615.
[40] Bemer E, Longuemare P, Vincke O. Poroelastic parameters of Meuse/Haute Marne argillites: effect of loading and saturation states. Applied Clay Science 2004; 26, pp 359– 366.

5.3.5. Conclusions sur le comportement thermo-hydro-mécanique

Il n'existe que très peu de données sur le comportement thermoplastique des argilites, alors que leur connaissance est nécessaire dans la compréhension à long terme du comportement des systèmes de confinement de déchets radioactifs à haute activité. Actuellement, les paramètres de comportement utilisés dans les analyses numériques THM des structures de stockage résultent d'ajustements faits, à partir des modèles utilisés (le plus souvent élastiques anisotropes transverses), des paramètres de calcul avec les données relevées in-situ (température, pression de pore, déplacements). Ceci inclut en particulier le phénomène de pressurisation thermique.

Un certain nombre de paramètres du comportement thermo-hydro-mécaniques de l'argilite du Callovo-Oxfordien ont été obtenus à partir des expérimentations réalisées sur deux différents dispositifs à court chemin drainage (cellule à faible chemin de drainage, cellule à cylindre creux) destinés à permettre, dans un matériau de faible perméabilité, une saturation préalable sous contraintes in-situ de bonne qualité dans un temps raisonnablement court et des conditions de drainage et d'homogénéité de pression de pore raisonnables.

Les deux essais thermo-hydro-mécaniques réalisés ont permis l'obtention d'un ensemble de données raisonnablement compatibles entre elles dans un domaine où les données expérimentales disponibles sont extrêmement rares. On peut ainsi commencer à dégager quelques conclusions sur la nature des réponses thermo-mécaniques du matériau, en particulier, et probablement pour la première fois, dans le domaine drainé.

On observe ainsi, lors d'un chauffage drainé sous conditions de contraintes isotropes proches de l'état in-situ, un comportement plastique contractant comparable à celui des argiles normalement consolidées, avec une contraction axiale nettement supérieure à la contraction radiale. Au vu de l'anisotropie transverse du matériau, cette anisotropie peut s'interpréter par l'effet du relâchement avec la température d'une certaine quantité d'eau adsorbée jusqu'alors aux plus faibles températures, qui favorise naturellement le rapprochement de plaquettes sub-parallèles avec un effet moindre perpendiculairement aux plaquettes. Une éprouvette préalablement soumise à un cycle de chargement-déchargement à température ambiante présente quant à elle une dilatation thermo-élastique préalable avec un coefficient de dilatation d'un ordre de grandeur compatible avec celui des grains solides, et proche de celui obtenu en parallèle sur l'argilite à Opalines par Monfared (2011). Comme dans les argiles, on peut estimer que cette réponse thermo-élastique initiale est due à l'éjection « plastique » par la

contrainte d'un premier niveau d'eau adsorbée qui l'aurait été sinon par expulsion « thermo-plastique».

Contrairement aux argiles, il semble que, suite aux deux essais de compression drainée en température conduits à 80°C, le coefficient de compression plastique isotrope augmente avec la température, rendant l'argilite plus déformable. Des essais complémentaires sont bien sûr nécessaires pour confirmer cette observation.

Les essais THM de caractérisation du comportement intrinsèque réalisés ici sont tous partis de l'état de contrainte in-situ. Les réponses correspondantes sont donc utilisables pour les zones du massif d'argilite soumises à l'élévation de température qui sont suffisamment éloignées de l'excavation pour ne pas avoir subi de déchargement. Dans les zones plus proches, la caractérisation du comportement devrait intégrer une phase de déchargement préalable que l'on peut estimer à partir des modélisations numériques 3D des ouvrages actuellement réalisées. Il est vraisemblable que de tels déchargements élastiques aille dans le sens d'une dilatation élastique initiale comparable à celle observée à 80°C sur l'échantillon soumis à un cycle de contrainte à 25°C. Cette hypothèse, qui reste à vérifier, conforterait les calculs thermo-élastiques actuellement réalisés, à condition que le relâchement de contrainte n'engendre pas de dommage local du fait de la mobilisation du gonflement au déchargement, plus probable dans les zones à forte composante déviatoire. Il conviendrait d'examiner également l'effet de l'anisotropie de dilatation thermo-élastique mise en évidence ici.

Il resterait alors à identifier la limite de cette zone déchargée pour estimer les approximations apportées par le calcul thermo-élastique dans la zone contractante thermo-plastique.

La réalisation d'essais de chauffage non drainés dans la cellule isotrope à faible chemin de drainage a permis de déterminer le coefficient de pressurisation thermique non drainée de l'argilite, un paramètre intrinsèque dépendant des coefficients de dilatation thermique des phases solides, liquide (et donc de la température du fait des variations de compression et de dilatation de l'eau avec elle). Ce coefficient est également dépendant de la variation selon la contrainte de la compressibilité drainée, mobilisée lors du relâchement de contrainte effective couplée à la pressurisation thermique.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Ce travail, réalisé en relation avec le Groupement de laboratoires Géomécanique de l'ANDRA, a été consacré à une étude expérimentale du comportement thermo-hydro-mécanique de l'argilite du Callovo-Oxfordien (COx) du laboratoire de recherche souterrain de Meuse Haute-Marne à Bure. De nombreuses difficultés techniques sont rencontrées si l'on souhaite identifier les caractéristiques intrinsèques de cette roche dans l'état saturé dans lequel elle se trouve in-situ, du fait de ses très faibles porosités et perméabilités et de ses propriétés gonflantes. Il n'existe du reste qu'assez peu de données expérimentales d'essais drainés effectués sur des éprouvettes saturées, du fait de la lenteur des processus et des temps d'essai importants nécessaires lors d'essais triaxiaux conventionnels.

L'option d'utiliser des systèmes à faible chemin de drainage a donc été prise, avec d'une part l'utilisation de cellules isotropes pour des échantillons en disque plein de diamètre 80 mm et d'épaisseur 10 mm drainés à leur base, et d'autre part par la participation au développement (difficile et long) et à l'utilisation (complexe et délicate) d'une nouvelle cellule triaxiale à cylindre creux pour éprouvette de diamètre extérieur 100 mm et de diamètre intérieur 60 mm drainée sur ses faces latérales et conduisant donc également à un chemin de drainage de 10 mm. Le développement a été conduit en collaboration avec M. Monfared, en parallèle aux travaux du projet européen TIMODAZ (Monfared, 2011; Monfared et al., 2001). Par rapport aux essais triaxiaux de dimension réduite, le cylindre creux présente l'avantage de permettre la mesure des déformations locales. Des mesures transitoires de perméabilité ont également été réalisées.

Par ailleurs, la faible porosité de l'argilite et l'ordre de grandeur comparable des compressibilités de l'eau, des grains solides et des dispositifs de drainage a conduit à considérer en détail les effets du système expérimental, en particulier pour l'interprétation des essais non drainés, isothermes et en température.

Les 10 échantillons testés dans ce travail proviennent d'une profondeur de 490-500 m (horizon C2), à un niveau de forte teneur en argile plus déformable et plus homogène et donc adapté au stockage des déchets.

Etant donné que, d'une part, la formation du COx est initialement saturée, que les zones voisines des galeries le resteront pendant la phase d'exploitation des stockages et que le champ proche sera resaturé après fermeture (en particulier pendant la phase thermique) et que, d'autre part, il existe peu de données disponibles sur des éprouvettes saturées du fait de la difficulté de réalisation des essais, on a accordé une importance particulière aux processus de

saturation et de drainage des éprouvettes pendant les essais. Cette saturation a toujours été faite à partir d'un état initial bien identifié (teneur en eau, degré de saturation, succion) sous contraintes in-situ pour ne pas aggraver par gonflement l'endommagement des échantillons à l'état initial.

Le comportement en compression-gonflement de l'argilite du COx a été étudié par la réalisation d'un programme d'essais oedométriques qui a compris une série d'essais de compression non saturés à teneur en eau constante suivi d'hydratation sous des contraintes encadrant la contrainte verticale effective en place. Le gonflement a été observé même sous une contrainte verticale supérieure à la contrainte in-situ, il a été relié aux perturbations et à l'endommagement dû aux opérations de carottage, d'extraction, de stockage, de transport et de taille des échantillons, avec en particulier les effets du relâchement des contraintes et du séchage. Dans une autre série d'essais, la relation entre le niveau d'endommagement et le potentiel de gonflement a été étudié à l'aide d'essais de compression oedométrique à haute pression. On a observé que l'application d'une contrainte plus élevée engendrait un plus grand potentiel de gonflement, qui a été lié à la génération de fissures se produisant pendant la compression oedométrique, une densité plus forte de fissures engendrant un gonflement plus important[1].

Les paramètres hydromécaniques et thermo-hydro-mécaniques de l'argilite saturée sous une contrainte moyenne proche de la contrainte moyenne in-situ ont ensuite été étudiées à l'aide des cellules à faible chemin de drainage. Dans un premier temps, les paramètres caractéristiques du comportement poromécanique de l'argilite à température ambiante (25°C), dont le coefficient de Biot, le coefficient de Skempton, la compressibilité drainée et la compressibilité non-drainée, ont été déterminés à partir d'essais de compression volumique isotrope en conditions drainée et non-drainée. Ces essais ont mis en évidence l'anisotropie transverse de l'argilite du COx avec des rapports de déformation comparables à ceux déjà publiés. La cohérence des paramètres obtenus a été vérifiée dans un cadre poro-élastique saturé. La détermination indirecte de la perméabilité de l'argilite a été effectuée, avec une légère diminution de la perméabilité de 0,9 à $0{,}4\times10^{-20}\mathrm{m}^2$ sous une augmentation de la pression de confinement de 14MPa à 18MPa (u_w = 4MPa).

Le comportement thermo-hydro-mécanique de l'argilite du COx a ensuite été étudié par différents essais de chauffage drainé et non drainé et de compression volumique en température (80°C). Un comportement plastique contractant comparable à celui des argiles

[1] Ce travail a fait l'objet d'un article publié dans « *Int. J. Rock Mechanics and Mining Sciences*».

normalement consolidées a été observé lors d'un essai de chauffage drainé sous contrainte in-situ réalisé directement après la phase de saturation sous contraintes. Cette réponse est un élément supplémentaire confirmant le fait que les notions de consolidation normale et de surconsolidation sont à utiliser avec prudence pour les argilites. Il est vrai que l'histoire tourmentée et l'age avancé des dépôts sédimentaires de cette région du Bassin Parisien fait qu'on est loin d'une condition de consolidation normale. Par ailleurs, comme dans tout dépôt soumis à une longue diagénèse (qui inclut apparemment de longues périodes entre 60 et 160 millions d'années à une température entre 33 et 42°C), les effets du chargement maximum subi ont été gommés par le développement des liens inter-particulaires qui ont transformé l'argile en argilite.

Le coefficient de dilatation thermique obtenu pendant la phase de refroidissement drainé de cette éprouvette (α_d = 5×10^{-5}(°C)$^{-1}$, EST28522 N°2) est raisonnablement compatible avec le coefficient obtenu par ailleurs sur l'argilite à Opalines (Monfared, 2011) et un peu plus fort que celui déduit par homogénéisation des coefficients de dilatation thermique des constituants de l'argilite.

Un essai de chauffage drainé sous contraintes en place conduit sur une autre éprouvette (EST28522 N°1) préalablement soumise à un cycle de chargement-déchargement (contrainte totale de 12 à 18MPa) à température ambiante a présenté une dilatation thermo-élastique préalable (avec un coefficient α_d = 6×10^{-5}(°C)$^{-1}$ comparable au précédent) suivi par une contraction plastique. Cette réponse, qui est bien sûr à confirmer, met en évidence un effet de mémoire (à court terme) et d'écrouissage thermo-mécanique analogue dans cette argilite à celui observé dans l'argile de Boom. Enfin, les essais de compression thermique effectués à 80°C montrent une augmentation de la compressibilité de l'argilite avec la température, à la différence de ce qui a été observé dans l'argile de Boom.

La détermination des variations du coefficient de pressurisation thermique avec la température sous contrainte totale constante a pu être conduite dans une cellule isotrope à disque plein, suite à une analyse détaillée des effets perturbateurs importants du système de mesure (qui serait peut-être à analyser également dans les mesures in-situ) lors de variations de pression et de température. Le coefficient de pressurisation thermique diminue de 0,14 à 0,1MPa/°C pour une augmentation de température de 25 à 80°C. Un ensemble complexe de phénomènes physiques couplés se produit pendant la pressurisation thermique, qui fait intervenir les coefficients de dilatation thermique et les compressibilités des constituants (dont ceux de l'eau qui varient avec la température), ainsi que la compressibilité drainée de l'argilite. Dans l'hypothèse (approchée) de l'indépendance de ce paramètre vis-à-vis de la

température, on a mis en évidence l'effet de son augmentation lors du relâchement de contrainte effective lié à la pressurisation thermique.

Les différentes réponses volumiques thermo-hydro-mécaniques obtenues lors de ces essais permettront une interprétation plus précise du comportement du massif d'argilite autour des galeries, dans des zones pour la plupart saturées, sauf à proximité immédiate des galeries (quelques décimètres). Les modélisations numériques sont actuellement effectuées par calage des paramètres et les correspondances sont bonnes. Il semble cependant que les aspects de contraction plastique ne soient pas pris en compte, avec une prédominance accordée par les modèles aux dilatations thermo-élastiques. Il est probable que ces contractions engendrent des déformations (difficiles à mesurer in-situ, peut-être anisotropes) qui ne sont pas prises en compte actuellement dans les calculs. Ces améliorations, ainsi qu'une meilleure connaissance de paramètres tels que les coefficients de dilatation thermique des argilites (qui s'avèrent supérieurs à ceux actuellement calculés d'après les coefficients des constituants) ou le coefficient de pressurisation thermique (et sa dépendance de la contrainte et de la température) permettront une meilleure compréhension du fonctionnement du dispositif de stockage pendant la phase thermique.

Il reste bien sûr de nombreux autres paramètres intrinsèques hydromécaniques et thermo-hydro-mécaniques à déterminer pour une meilleure connaissance du comportement des argilites saturées à température ambiante et élevée, en particulier en intégrant les effets des contraintes déviatoriques. La nouvelle cellule utilisée ici avec l'embase supérieure déviatorique récemment fabriquée, a montré ses potentialités dans ce sens. Une investigation microscopique des idées émises ici sur le couplage entre l'endommagement et le gonflement est également nécessaire, qui concerne davantage la réponse au niveau du champ proche. Les outils tels que la porosimétrie, la microscopie électronique à balayage et la micro-tomographie sont disponibles et opérationnels et devraient permettre de confirmer les hypothèses émises.

Une perspective est ainsi tracée pour une meilleure compréhension du fonctionnement thermo-hydro-mécanique du dispositif de stockage.

REFERENCES

1. Abou-Chakra Guéry A, Cormery F, Shao J.F, Kondo D. A micromechanical model of elastoplastic and damage behavior of a cohesive geomaterial. International Journal of Solids and Structures, 2008, Volume 45, Issue 5, 1 March, Pages 1406-1429.

2. ANDRA. Dossier Argiles, Référentiel du site Meuse/Haute Marne, 2005.

3. Auvray C. Thermomechanical tests on Opalinus clays of the Mont Terri, ANDRA Report C.RP.OENG.04–0239, 2004.

4. Aversa S, Evangelista A, Leroueil S, Picarelli L. Some aspects of the mechanical behaviour of structured soils and soft rocks. Geotechnical Engineering of Hard soils- Soft Rocks, Anagnostopoulos et al. (eds), 1993, Balkema, Rotterdam, ISBN 90 54103442.

5. Bauer C. Propriété thermo-mécanique des argilites silto-carbonatées de l'EST. Rapport G 3S B RP 0G3S 95.003/A, 71p, 1997.

6. Bauer-Plaindoux C., Tessier D.& Ghoreychi M. Propriétés mécaniques des roches argileuses carbonatées : importance de la relation calcite-argile, C.R. Acad. Sci. 1998, Paris, série IIa, 326.

7. Baldi G, Hueckel T, Pellegrini R. Thermal volume changes of the mineral-water system in low porosity clay soils Canadian Géotech. J., 1988, pp. 807-825.

8. Bass JD, Elasticity of minerals, glasses, and melts. In: Thomas JA (ed) Mineral physics and crystallography: a handbook of physical constants. American Geophysical Union Online Reference Shelf 2, 1995, pp 45–63.

9. Bemer E, Longuemare P, Vincké O. Poroelastic parameters of Meuse/Haute Marne argillites: effect of loading and saturation states. Applied Clay Science, 2004, Volume 26, Issues 1-4, Pages 359-366.

10. Bornert M, Vales F, Gharbi H, Nguyen Minh D. Multiscale full-field strain measurements for micromechanical investigations of the hydromechanical behaviour of clayey rocks, Strain, 2010; 46 (1), pp 33–46.

11. Biot M.A., Willis D.G. The elastic coefficients of the theory of consolidation, Journal of Applied Mechanics, 1957, 24 594–601.

12. Bishop A.W. The influence of system compressibility on the observed pore pressure response to an undrained change in stress in saturated rock. Geotechnique, 1976; 26(2): 371–375.

13. Brace,W. F., Walsh, J. B. & Frangos, W.T., 1968. Permeability of granite under high pressure. Journal of Geophysical Research, Vol. 73, N° 6, pp. 2225-2236.

14. Brigaud F, Vasseur G. Mineralogy, porosity and fluid control on thermal conductivity of sedimentary rocks. Geophys. J., 1989, 98, p. 525-542.

15. Campanella R.G. and Mitchell J.K. Influence of temperature variations on soil behaviour, Jnl Soil Mech. Fdn Div., Am. Soc. Civ. Engrs, 1968; 94, SM3,pp. 709-734.

16. Carslaw H.S, Jaeger J.C. Conduction of Heats in Solids, Clarendon press, Oxford, 1959.

17. Carter T.G, Castro S.O, Carvalho J.L, Hattersley D, Wood K, Barone F.S, Yuen D, Giraldo C.M.K. Tunnelling Issues with Chilean tertiary volcaniclastic rocks . Mir conference; Problemi di stabilità nelle opere geotecniche. Capitolo 11, Torino 2010.

18. Cerrolaza M, Delage P. Microstructure and volume change behaviour of soft clays: a boundary elements simulation. International Journal for Analytical and Numerical Methods in Geomechanics, 1997; 21, pp 665–686.

19. Cheng A.H.D. Material coefficients of anisotropic poroelasticity. Int J Rock Mech Min 10 Sci 1997; 34(2): pp 199-205.

20. Chiarelli A.S. Étude expérimentale et modélisation du comportement mécanique de l'argilite de l'Est, Influence de la profondeur et de la teneur en eau, thèse de doctorat, université Lille-1, 2000.

21. Colin N. Expérimentations thermiques in-situ (TER, TEC et TED) DTRAMFS100060, Rapport ANDRA, 2010.

22. Coste F. couplage entre la perméabilité et l'endommagement dans les matériaux des sites du Gard, de l'Est et de la Vienne. Rapport ANDRA B RP 0.G.3S 1999-004/A, 36P, 1999.

23. Coussy O. Poromechanics, Wiley, 2004.

24. Davy C.A, Skoczylas F, Barnichon J.D, Lebon P. Permeability of macro-cracked argillite under confinement: Gas and water testing. Physics and Chemistry of the Earth, 2007; 32 (8–14), pp 667–680.

25. Delage P, Lefebvre G. Study of the structure of a sensitive Champlain clay and its evolution during consolidation. Canadian Geotechnical Journal, 1984; 21 (1), pp 21–35.

26. Delage P, Howat M, Cui Y.J. The relationship between suction and swelling properties in a heavily compacted unsaturated clay. Engineering Geology, 1998; 50 (1 –2), pp 31–48.

27. Delage P, Sultan N, Cui Y. J. On the thermal consolidation of Boom caly. Canadian Geotechnical Journal, 2000, 37 (2), pp. 343-354.

28. Delage P, Le T.T, Tang A.M, Cui Y.J, Li X.L. Suction effects in deep Boom clay block samples. Géotechnique, 2007; 57 (1), pp 239–244.

29. Delage P. A microstructure approach of the sensitivity and compressibility of some Eastern Canada sensitive clays. Géotechnique, 2010; 60 (5), pp 353–368.

30. Detournay E, Cheng A.-H.-D. Fundamental of poroelasticy, Chapter 5 in Comprehensive Rock Engineering: Principles, Practice and Projects, Vol. II, Analysis and Design Method, ed. C. Fairhurst, Pergamon Press, 1993, pp 113-171.

31. Elie M. Thermicité du Callovo-Oxfordien du site de l'Est. Détermination d'un paléoenfouissement maximum. Etude complémentaire. Rapport Andra n° D.RP.0CRE.00.003, 2000.

32. Escoffier, S.Caractérisation expérimentale du comportement hydromécanique des argilites de Meuse/Haute-Marne. Thèse de doctorat de l'INPL, 2002.

33. Escoffier S, Homand F, Giraud A, Hoteit N, Su K. Under stress permeability determination of the Meuse/Haute-Marne mudstone. Engineering Geology, 2005; 81(3), pp 329–340**.**

34. Esteban, L. Anisotropies magnétique et de porosité des argilites du Callovo-Oxfordien du laboratoire souterrain de l'Andra (Meuse/Haute-Marne, Bassin de Paris) .Thèse de Doctorat de l'École doctorale des Sciences de l'Univers, de l'Espace et de l'Environnement de l'Université Toulouse III-Paul-Sabatier, 2006.

35. Fei Y. Thermal expansion. In: Thomas JA (ed) Mineral physics and crystallography: a handbook of physical constants. American Geophysical Union Online Reference Shelf 2, 1995; pp 29–44.

36. Fouche O, Wright H, Cléac'h J.M, Pellenard P. Fabric control on strain and rupture of heterogeneous shale samples by using a non-conventional mechanical test, Applied Clay Science 2004; 26, pp 367–387.

37. Fredlund D.G. Rahardjo H. Soil mechanics for unsaturated soils, Wiley, 1993.

38. Garitte B, Gens A, Vaunat J, Wileveau Y. Characterization of the THM parameters of Callovo-Oxfordian mudstone by interpretation of an in situ heating test, Third international meeting of Clays in natural and engineered barriers for radioactive waste confinement symposium, Lille, 2007.

39. Garitte B, Vaunat J, Gens A. In situ hydraulic response of low permeable anisotropic materials to thermal loading, Alert Workshop 2008 - Session number 1.

40. Garitte B, Vaunat J, Gens A, Armand G. 3D Interpretation of an in situ heating test in the Callovo-Oxfordian mudstone, Fourth international meeting of Clays in natural and engineered barriers for radioactive waste confinement symposium, Nantes, 2010.

41. Gasc-Barbier M. Etude des mécanismes de déformation de roches argileuses profondes : apport de la microstructure et des analyses pétrophysiques. Thèse de l'Université de Paris VI, 2002.

42. Gaucher E, Robelin C, Matray J.M, Négrel G, Gros Y, Heitz J.F, Vinsot A, Rebours H, Cassagnabère A, Bouchet A. ANDRA underground research laboratory: interpretation of the mineralogical and geochemical data acquired in the Callovian–Oxfordian formation by investigative drilling. Phys. Chem. Earth, 2004, 29, 55–77.

43. Gens A, Vaunat J, Garitte B, Wileveau Y. In situ behaviour of a stiff layered clay subjected to thermal loading: observations and interpretation. Géotechnique, 2007. 57, No. 2, pp. 207–228.

44. Ghabezloo S. and Sulem J. Stress dependent thermal pressurization of a fluid-saturated rock, Rock mechanics and Rock engineering journal, 2009; N°42, p. 1-24.

45. Ghabezloo S, Sulem J. Effect of the volume of the drainage system on the measurement of undrained thermo-poro-elastic parameters. Int J Rock Mech Min Sci, 2010;47:60-68.

46. Ghoreychi, M. Comportement thermo-hydro-me´canique des argilites de l'Est et son incidence sur les ouvrages souterrains.Actes des Journe´es Scientifiques des l'ANDRA, EDP Sciences, 1999, Les Ulis, France, pp. 397– 418.

47. Giannesini, S. Géochimie isotopique couplée des eaux des formations argileuses et calcaires du site Andra de Meuse / Haute-Marne, Thèse de Doctorat de l'Université Paul Cézanne, 2006.

48. Hart D.J., Wang H.F. A single test method for determination of poroelastic constants and flow parameters in rocks with low hydraulic conductivities, International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences, 2001; 38, pp 577–583.

49. Heitz, J.F. caractérisation mécanique spécifique des argilites de l'oxfordien inférieur. Rapport ANTEA BRP 0ANT 97-051/A, 193P, 1997.

50. Heitz, J.F. lien entre les sollicitations thermiques et mecaniques et la permeabilité dans les argilites de l'Est. Rapport ANTEA BRP 0ANT 98-053/A, 67P. , 1998.

51. Heitz, J.F. Site de Meuse/Haute- Marne, argilites du Callovo-Oxfordien, détermination en laboratoire de coefficients poromécaniques et calculs poromécaniques 2D d'ouvrages souterraines de stockage. Rapport ANTEA BRP 0ANT 99-072/A, 61P, 1999.

52. Heitz J.F, Hicher P.Y. The mechanical behaviour of argillaceous rocks – Some questions from laboratory experiments. Proc. Int. Symp. Hydromechanical and Thermohydromechanical Behaviour of Deep Argillaceous Rock, 2002; pp 99–108.

53. Hill R. The elastic behavior of crystalline aggregate. Proc Physical Soc London, 1952, A65: pp. 349–354.

54. Homand F. Caractérisation de l'endommagement sous différents chemin de contraintes. Rapport LAEGO B RP 0.ENG 97-031/A 60p, 1997.

55. Homand F. Mesures thermiques sur le site Est, rapport Andra DRP0.ENG98-009/A, 1998.

56. Homand F. Essais géomécaniques sondage EST204 et EST205. Rapport LAEGO LG-FH.GFE.PSI.RPRE.00.0145/A, 43p, 2000.

57. Homand F, Giraud A, Escoffier S, Koriche A, Hoxha D. Permeability determination of a deep argillite in saturated and partially saturated conditions. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2004; Volume 47, Issues 14-16, Pages 3517-3531.

58. Homand F, Shao J, Giraud A, Auvray C, Hoxha D. Pétrofabrique et propriétés mécaniques des argilites. Comptes Rendus Geosciences, 2006; 338 (12–13), pp 882–891.

59. Hsieh P.A., Tracy J.V., Neuzil C.E., Bredehoeft J.D., Silliman S.E. A Transient Laboratory Method for Determining the Hydraulic Properties of' Tight Rocks. Int. J. Rock Mech. Min. Sci. & Geomech. Abstr, 1981 Vol. 18, pp 245 to 252.

60. Hueckel T., et Baldi G., 1990. Thermoplasticity of saturated clays: experimental consitutive study. J. Geotech. Eng. 116 (12), 1778-1796.

61. Jia Y., Bian H.B., Duveau G., Su K., Shao J.F. Numerical modelling of in situ behaviour of the Callovo–Oxfordian argillite subjected to the thermal loading Engineering Geology, Volume 109, Issues 3-4, 20 November 2009, Pages 262-272.

62. Jobmann M, Polster M. The response of Opalinus claystone due to heating: A combined analysis of in situ measurements, laboratory investigations and numerical calculations – Elsevier, Physics and Chemistry of the Earth, 2007: 32, pp. 929-3-936.

63. Jurin, J. An account of some experiments shown before the Royal Society; with an enquiry into the cause of the ascent and suspension of water in capillary tubes. Philosophical Transactions of the Royal Society, 1719; 30, pp 739–747.

64. Juza M. An equation of state of water and steam. Steam tables in the critical region and in the range from 1000 to 100000 bars. Academia, 1966; Prague, Czechoslovakia.

65. Kull H, Jockwer N, Zhang C.L, Wileveau Y, Pepa S. Measurement of thermally-induced pore-water pressure increase and gas migration in the Opalinus claystone at Mont Terri – Elsevier, Physics and Chemistry of the Earth, 2007; 32, pp. 937-946.

66. Lachenbruch A. H. Frictional heating, fluid pressure and the resistance to fault motion. J Geophys, 1980; Res 85: 6097–6112.

67. Le TT, Comportement thermo-hydro-mécanique de l’argile de Boom. PhD thesis, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, 2008; 237 p.

68. Leong E.C, Tripathy S, Rahardjo H. Total suction measurement of unsaturated soils with a device using the chilled-mirror dew-point technique, Géotechnique, 2003; 53 (2), pp 173 – 182.

69. Lima A. Romero E, Gens A, Muñoz J, Li X. L. Heating pulse tests under constant volume on Boom clay, Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering. 2010, 2 (2): 124–128.

70. Marschall P., Horseman S. Gimmi T. 2005. Characterisation of Gas Transport Properties of the Opalinus Clay, a Potential Host Rock Formation for Radioactive Waste Disposal Oil & Gas Science and Technology - Rev. IFP, Vol. 60, 2005, No. 1, pp. 121-139

71. Marcial D, Delage P, Cui Y.J. On the high stress compression of bentonites. Canadian Geotechnical Journal, 2002; 39, pp 1–9.

72. McTigue D.F. Thermoelastic response of fluid-saturated porous rock, Journal of Geophysical Research, 1986; 91(B9), pp 9533–9542.

73. Mesri G, Adachi K, Ulrich C.R. Pore-pressure response in rock to undrained change in all around stress. Géotechnique,1976; 26(2): pp. 317–330.

74. Mohajerani M, Delage P, Monfared M, Sulem J, Tang AM, Gatmiri B. Oedometric compression and swelling behaviour of the Callovo-Oxfordian argillite. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Volume 48, Issue 4, June 2011, pp. 606-615.

75. Monfared M, Delage P, Sulem J, Mohajerani M, Tang A.M, De Laure E. A new hollow cylinder triaxial cell to study the behaviour of geomaterials with low permeability, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Volume 48, Issue 4, June 2011, pp. 637-649.

76. Monfared M. 2011. Couplages température-endommagement-perméabilité dans les sols et les roches argileux. Thèse de doctorat de l'université Paris EST, 2011.

77. Montes H.G, Duplay J, Martinez L, Escoffier S, Rousset D. Structural modifications of Callovo-Oxfordian argillite under hydration/dehydration conditions. Applied Clay Science, 2004; 25 (3–4), pp 187–194.

78. Muñoz JJ. Thermo-Hydro-Mechanical analysis of soft rock application to a large scale heating test and large scale ventilation test, PhD thesis, University Politecnica de Catalunya 2006; 246 p.

79. Ozanam O, Hoteit N, Bemer E, Heitz J.F. Experimental determination of poroelastic parameters of a clayey rock. Second Biot Conference on Poromechanics, Grenoble, France, 2002, Zwets & Zeitlinger, pp 275–280.

80. Pham Q.T, Vales F, Malinsky L, Nguyen Linh D, Gharbi H. Effects of desaturation-resaturation on mudstone. Physics and Chemistry of the Earth, 2007; 32, pp 646–655.

81. Palciauskas V.V, Domenico P. A. Characterization of drained and undrained response of thermally loaded repository rocks. Water Resour, 1982, Res 18(2): pp. 281–290.

82. Renner J, Hettkamp T, Rummel F. Rock mechanical characterization of an argillaceous host rock of a portential radioactive waste repository. Rock Mechanics and Rock Engineering, 2000; 33 (3), 153– 178.

83. Revil, A., Glover, P.W.J. Nature of surface electrical conductivity in natural sands, sandstones and clays. Geophys. Res. Lett., 1998, 25, 691-694.

84. Rice JR, Cleary MP. Some basic stress diffusion solutions for fluid-saturated elastic porous media with compressible constituents. Rev Geophys Space Phys, 1976, 14(2): 227–240.

85. Rice JR Heating and weakening of faults during earthquake slip. J Geophys, 2006, Res 111:B0531126.

86. Robertson E. C. Thermal properties of rocks, USGS report, 1988; pp. 88-441.

87. Robinet J.C. Mineralogie, porosité et diffusion des solutes dans l'argilite du Callovo-Oxfordien de Bure (Meuse/Haute-Marne, France) de l'échelle centimétrique à micrométrique. PhD Thesis, University of Poitier, France, 2008.

88. Romero E. Characterization and thermo-hydro-mechanical behaviour of unsaturated Boom clay; an experimental study. PhD Thesis, Universitat politècnica de Catalunya, Spain, 1999.

89. Sammartino, S., Siitari-Kauppi, M., Meunier, A., Sardini, P., Bouchet, A., Tevissen, E., 2001. An imaging method for the porosity of sedimentary rocks: Adjustment of the PMMA method. Example of a characterization of a calcareous shale, J. Sediment. Res. 72, 2001 ; 937–943.

90. Schneider F. Caractérisation de la cinétique de compaction des argilites aux grandes échelles de temps. Application au Callovo-Oxfordien de l'Est de la France. Rapport IFP Andra n° C.RP.PSMG.05.0002.A. 2005.

91. Skempton A.W. The Pore Pressure Coefficients A and B, Géotechnique, 1954; 4, pp 143–147.

92. Skempton, A.W, Sowa V.A. The behaviour of saturated clays during sampling and testing. Géotechnique, 1963; 13, No. 4, pp 269–290.

93. Sultan N., Delage P., Cui Y.J. Temperature effects on the volume change behaviour of Boom clay. Engineering Geology, 2002; Vol. 64, 2-3, 135-145.

94. Spang B. Excel Add-In for Properties of Water and Steam in SI-Units http://www.cheresources.com/staff.shtml, 2002.

95. Su K. et Bounenni A. Couplage entre la perméabilité et l'endommagement dans les matériaux des sites du Gard, de l'Est et de la Vienne. Rapport Andra n° B.RP.0G3S.98.021.A. , 1998.

96. Su. K. Propriétés thermiques des éléments de stockage. Rapport Andra n° C.RP.ASMG.02.079., 2002.

97. Su K. Effet des perturbations mécaniques et hydriques sur la conductivité thermique des argilites. Bilan des études et travaux de l'Andra 2001, p. 137-142, 2002.

98. Su, K. Contribution à l'étude du comportement mécanique et thermo-hydro-mécanique des argilites du Callovo-Oxfordien. Mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches de l'Université des Sciences et Technologies de Lille, 2005.

99. Sulem J, Vardoulakis I, Ouffroukh H, Boulon M, Hans J. Experimental characterization of the thermo-poro-mechanical properties of the Aegion fault gouge. Comptes Rendus Geosciences, 2004; 336(4–5): pp. 455–466.

100. Sulem J, Lazar P, Vardoulakis I Thermo-poro-mechanical properties of clayey gouge and application to rapid fault shearing. Int J Num Anal Meth Geomechanics, 2007; 31(3): pp. 523–540.

101. Sultan N. Etude du comportement thermo-mécanique de l'argile de Boom: expériences et modélisation, PhD thesis, CERMES, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, France, 1997. [28] Pham Q.T, Vales F, Malinsky L, Nguyen Linh D, Gharbi H. Effects of desaturation-resaturation on mudstone. Physics and Chemistry of the Earth, 2007; 32, pp 646–655.

102. Tang A.M. Effet de la température sur le comportement des barrières de confinement. Thèse de doctorat de l'école national des ponts et chausses; 2005.

103. Tang A.M, Cui Y.J, Barnel N. Thermo-mechanical behaviour of a compacted swelling clay. Géotechnique, 2008; Vol. 58(1), pp. 45-54.

104. Thorel L. Argilites de Haute Marne, Caractérisation géomécanique. Rapport ANDRA B RP 0.G3S 95.003.90p. 1995.

105. Tsang C-F, Bernier F., Davies C., 2005. Geohydromechanical processes in the Excavation Damaged Zone in crystalline rock, rock salt, and indurated and plastic clays—in the context of radioactive waste disposal, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Volume 42, Issue 1, January 2005, Pages 109-125

106. Vardoulakis I. Dynamic thermo-poro-mechanical analysis of catastrophic landslides. Géotechnique , 2002; 52(3): 157–171.

107. Valès F. Modes de déformation et d'endommagement de roches argileuses profondes sous sollicitations hydro-mécaniques. PhD Thesis, Ecole Polytechnique, 2008.

108. Vincké O, Boutéca M, Longuemarre P. Investigation of the poromechanical behavior of shales in elastic domain, SPE/ISMR 475, 1998, pp 515–520.

109. Wileveau Y, Cornet F.H, Desroches J, Blümling P. Complete in situ stress determination in an. argillite sedimentary formation. Physics and Chemistry of the Earth, Parts. A/B/C, 2007; 32 (8–14), pp 866–878.7.

110. Wileveau Y. and Su K. In situ thermal experiments carried out in Opalinus claystone and Callovo-Oxfordian claystones by ANDRA experiment set-up and measurement results, Clay in natural and engineered barriers for radioactive waste confinement, Conf. Lille, 17-20 Sept, 2007.

111. Write H. Rôle de la minéralogie, de la texture et de la structure dans la déformation et la rupture des argilite de l'Est. Thèse de doctorant de ENPC, 2001.

112. Yang D, Billiotte J, Su K. Characterization of the hydromechanical behavior of argillaceous rocks with effective gas permeability under deviatoric stress. Engineering Geology, 2010; Volume 114, Issues 3-4, 10 August 2010, Pages 116-122.

113. Yven B., Sammartino S, Geroud Y, Homand F, Villieras F. Mineralogy, texture and porosity of Callovo-Oxfordian claystones of the Meuse/Haute-Marne region (eastern Paris Basin), Mémoires de la Société géologique de France ISSN 0249-7549, 2007, vol. 178, pp. 73-90.

114. Zaoui A. Matériaux hétérogènes et composites, Ecole Polytechnique, 2000.

115. Zhang C, Rothfuchs T. Experimental study of the hydro-mechanical behaviour of the Callovo-Oxfordian argilite, Applied Clay Science, Volume 26, Issues 1-4, August 2004, Pages 325-336.

116. Zhang C, Rothfuchs T, Su K, Hoteit N. Experimental study of the thermo-hydro-mechanical behaviour of indurated clays. Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C, Volume 32, Issues 8-14, 2007, Pages 957-965.

117. Zhang C, Rothfuchs T. Damage and sealing of clay rocks detected by measurements of gas permeability. Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C, 2008; 33, Supplement1, pp S363–S373.

118. Zhang C-L, Rothfuchs T, Su K, 2010. Laboratory Experiments on Thermal Effects on Clay Rocks.

ANNEXE

International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences 48 (2011) 637–649

Contents lists available at ScienceDirect

International Journal of
Rock Mechanics & Mining Sciences

journal homepage: www.elsevier.com/locate/ijrmms?

A new hollow cylinder triaxial cell to study the behavior of geo-materials with low permeability

M. Monfared, P. Delage, J. Sulem*, M. Mohajerani, A.M. Tang, E. De Laure

CERMES - UR Navier, Université Paris-Est, École des Ponts Paris Tech, 6-8 Av. Blaise Pascal, Cité Descartes, Champs sur Marne, 77455 Marne-la-Vallée Cedex 2, France

Abstract

A new hollow cylinder triaxial cell (60 mm internal diameter and 100 mm external diameter) has been designed to study the behaviour of low permeability saturated geo-materials such as stiff clays or argillites under controlled temperature and pore pressure conditions. The main advantage of this device is the short drainage path allowed by the hollow cylinder geometry that is reduced to half the thickness of the sample (10 mm□ four times less than that of standard full cylinder samples of 78 mm height. The reduced drainage path allows a significantly faster resaturation procedure of initially unsaturated samples compared to conventional full cylindrical samples. It also permits to achieve drained conditions (i.e. negligible excess pore pressure during testing) with a higher loading rate. A numerical simulation of the saturation process demonstrates that the resaturation of the hollow cylinder clay sample can be achieved almost thirty times faster than in standard full samples that are drained at one end and about seven times faster than in samples drained at both ends. Appropriate loading rates to be used in drained tests on stiff clays and argillites are also discussed based on a numerical simulation of the isotropic compression test. The effect of the deformability of the drainage system on the measured parameters during undrained tests is also analyzed. A correction method is proposed, based on the work of Bishop [15] by considering the deformability of the porous elements and of the drainage system.

[1] Corresponding author : Jean Sulem
CERMES - UR Navier, Ecole des Ponts Paris Tech
6-8 Av. Blaise Pascal, Cité Descartes, Champs sur Marne, 77455 Marne-la-Vallée Cedex 2 France
Fax : +33 1 64 15 35 62 Phone : +33 1 64 15 35 45 ; Email: Jean.Sulem@enpc.fr

1 Introduction

Storage of high activity radioactive waste in deep geological formations is considered as a possible solution for long term repository. The very low permeability of natural barriers is essential to ensure long term storage safety. In this regard, storage in low permeability argillite with favorable self-sealing properties [1] appears to be an appropriate option in various countries including Switzerland (Opalinus argillite [2]) and France (Callovo-Oxfordian argillite [3]).

Hydro-mechanical testing in argillites presents significant difficulties related to their very low permeability ($k<10^{-19}\mathrm{m}^2$). In standard triaxial testing, a first delicate and long procedure consists in resaturating standard argillite triaxial cylindrical samples (38 mm in diameter, 76 mm in height) that have inevitably been desaturated during the processes of coring, transport, conservation and trimming in the laboratory. Also, testing in fully drained conditions (i.e. with no induced change of pore pressure) requires extremely slow testing rates given the drainage length of the sample that is equal to the mid-height (38 mm). Obviously, the very long duration of tests makes it difficult to obtain large data bases and fully drained tests in properly saturated samples of argillites appear to be scarce. A possible solution to overcome this problem is the reduction of the sample height as done by Coll [4] and Escoffier et al. [5] but then the standard slenderness ratio (height/diameter ≥ 2) is not satisfied and the influence of the friction between the platens and the sample may be significant. Lenoir et al.[6] kept a slenderness ratio of two by adopting small cylindrical samples of 20 mm in height and 10 mm in diameter, with a drainage length of 10 mm. Compared to a 38 mm drainage length and given the diffusion nature of the pore pressure change [7], a reduction by a factor of approximately 16 of the pore pressure diffusion rate can reasonably be expected with a drainage length of 10 mm that is approximately four times smaller than that of standard triaxial specimens (38 mm). It appears however impossible to monitor local strains in such small samples and only global volumetric changes and external axial strain can be monitored.

To cope with these difficulties, a new specific triaxial system was designed. In this device the length of drainage was reduced by adopting hollow cylindrical samples with enhanced drainage ensured along the inner and outer lateral faces. The external and internal diameters of the specimen have been taken equal to 100 mm and 60 mm respectively, providing a sample thickness of 20 mm. The sample height is between 75 and 80 mm. With this sample

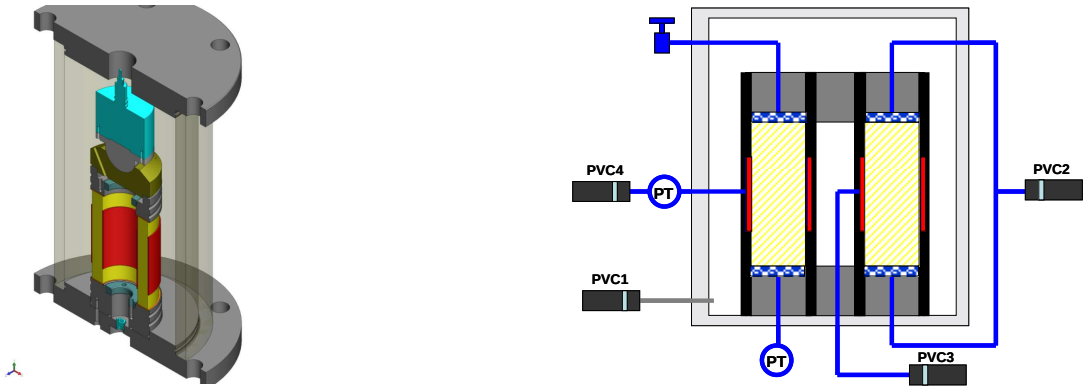
the slenderness ratio ($H/(\varphi_{ext}-\varphi_{\text{int}})$) is thus equal to 3.75-4.0 which is about twice larger than the standard triaxial samples, thus optimizing end effects.

Standard triaxial stress conditions are ensured by applying the same confining pressure on both the inner and outer cylindrical faces of the sample. Shearing is carried out by applying axial loading by using a loading frame with a capacity of 25 tons. In this system, lateral drainage is also ensured by placing two geotextile bands along both the inner and outer lateral faces of the sample, reducing the drainage length to 10 mm, i.e. half the thickness of the hollow cylinder. A local strain measurement system is also installed around the external face of the specimen.

In this paper, the experimental device is first described in details and the procedure of preparing hollow cylinder specimens in argillites is presented. Various calibrations tests have been carried out to quantify the effect of the compressibility of the drainage system during undrained tests. Feasibility tests were also carried out on a sandstone (Rothbach sandstone). Finally the cell is used to resaturate an Opalinus argillite ($k \approx 10^{-20}\text{m}^2$) sample. A numerical analysis of the resaturation process of this argillite is performed and the time needed to resaturate the sample is predicted. The saturation of the sample is verified by performing an undrained isotropic compression test and by evaluating the Skempton coefficient. In order to investigate the appropriate range of loading rates that are necessary to ensure a drained condition, a numerical analysis of the pore pressure change inside the sample as a function of the loading rates on Opalinus argillite is proposed for various drainage conditions.

2 Experimental setting and sample preparation

A global overview of the cell is presented in Fig. 1a that schematically shows the hollow cylinder specimen (φ_{ext}: 100 mm, φ_{int}: 60 mm, H: 75-80 mm) inside the specially designed triaxial cell. One can observe the inner and outer lateral geotextiles that are placed along the sample with no contact with the upper and lower sample drainages (the geotextile height can vary between H/2 and H/3). The upper and lower bases were specially designed to be adapted to the hollow cylinder geometry and to ensure water tightness of the external and internal membrane fixations. An immersed force sensor able to withstand fluid pressures up to 10 MPa and temperature up to 100°C directly measures the axial force. The upper base includes an internal duct so as to apply the same confining pressure in the inner and outer volumes.



(a) (b)

Fig. 1a). Hollow cylinder triaxial cell and b) general setting of the hydraulic connections

Given the large external diameter of the sample, a large stainless steel cell able to withstand confining pressures up to 30 MPa has been designed. As seen in Fig. 2 in which a schematic view of the lower cell base is presented, internal ducts have been machined so as to allow for fluid connections (confining pressure, pore fluid drainage from upper and lower porous disks and from the inner and outer lateral geotextiles), internal temperature measurement and local strain measurement system using LVDTs. The cell cylinder is 250 mm thick and 420 mm high so as to accommodate the immersed force sensor. Given the weight of the cell components (close to 80 kg each), an elevator has to be used to move and assemble the various parts.

Fig. 1b shows a schematic view of the hydraulic connections between the sample, the pressure-volume controllers (PVC) and the pressure transducers (PT). The system includes a high pressure (10 MPa) pressure-volume controller (PVC1) to apply the confining pressure in the inner and outer cell volumes. Three PVCs are used to apply and control the pore fluid pressure: PVC2 is connected to the upper and lower ends of the sample, PVC3 to the inner boundary and PVC4 to the outer boundary. Fig. 3 presents a scheme of the system used to monitor local strains, allowing for the fixation of 4 radial and 2 axial LVDTs (precision $\pm 1\,\mu m$). This figure also shows the inner and outer radial connections to the geotextiles. Particular care had to be taken in the design of these connections so as to avoid any membrane punching at high pressure. Special hollow porous disks were also machined to ensure drainage on the upper and lower ends of the hollow cylinder sample.

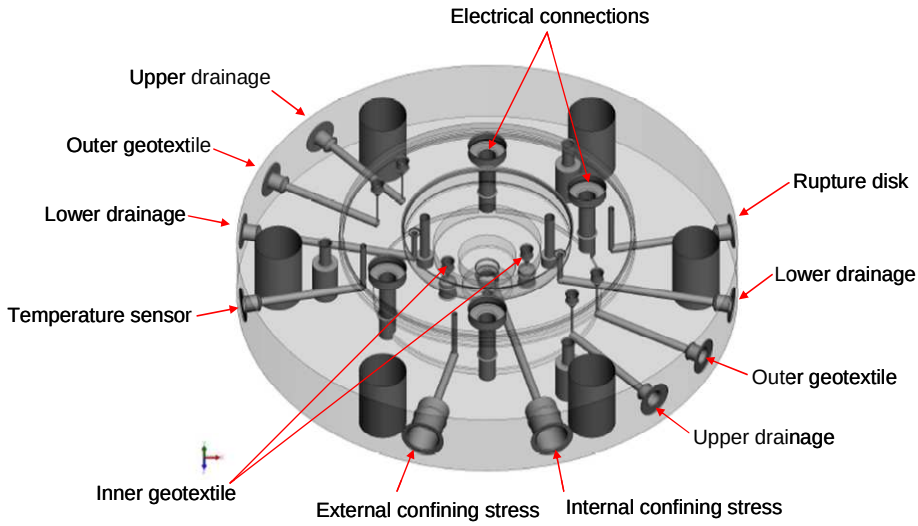


Fig. 2. Cell base

The device is equipped with a heating system that consists of a heating belt placed around the cell and of a temperature regulator that controls the temperature with a precision of ±0.1°C. The temperature is measured inside the cell close to the sample by a thermocouple. The cell is covered by an insulating layer in order to limit heat exchanges with the environment. In this paper, only isothermal tests performed at 25°C are presented. The heating system was thus used to maintain a constant 25°C temperature during the tests. Silicon oil is used as confining fluid because of appropriate low viscosity and electrical insulation properties

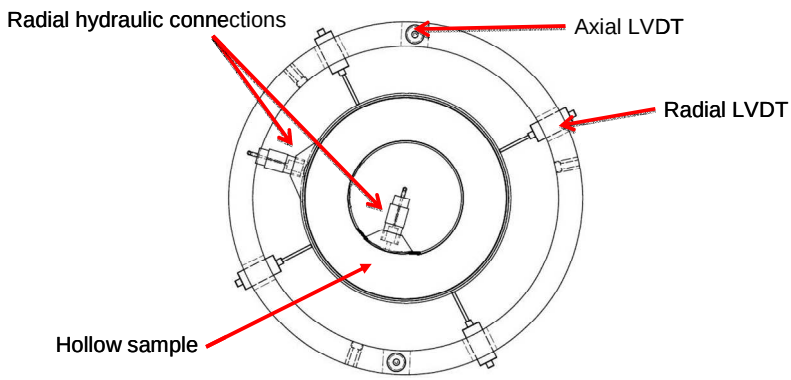


Fig. 3. Local strain measurement system

An important challenge is the preparation of the hollow cylinder sample. The marked anisotropic nature of Opalinus argillite makes it quite difficult to trim samples along the bedding plane without breaking them. Failure along bedding planes also occurs by drying, whereas wetting can also induce swelling and cracking [8]. A cylinder of desired height is cut from the initial core by using a hand saw. To prevent drying cracks during trimming, the outer face of the sample is covered by a neoprene membrane. The ambient air close to the sample is also regularly saturated by vaporizing water (not directly on the sample). The inner hole of the sample is cored by using a diamond coring bit in dry conditions. A special metal confining mold was designed to ensure proper sample conservation while trimming the internal cylinder.

Sample preparation is much easier in Rothbach sandstone thanks to its good homogeneity and resistance. Sample coring was done in wet condition by using a diamond coring bit. The hollow cylinder sample was prepared by coring from a block a cylindrical sample with a 100 mm external diameter and then by coring the internal hole of 60 mm in diameter.

3 Poro-mechanical framework

As mentioned above, particular attention is devoted in this work to the resaturation procedure in low permeability argillite samples. Good initial saturation of specimens is commonly checked by measuring the Skempton parameter B through an undrained isotropic compression test. The B coefficient is defined as the ratio between the induced pore pressure increment Δu and the applied isotropic total stress increment $\Delta\sigma$ ($B = \Delta u / \Delta\sigma$).To further investigate the experimental determination of the B coefficient in porous materials, it is necessary to briefly recall the governing equations that describe the response of saturated porous materials during a mechanical test [7, 9-13].

3.1 Isotropic poro-elasticity

The sample volume change and pore volume change are considered to be functions of the Terzaghi effective stress ($\sigma_d = \sigma - u$) and of pore pressure (u):

$$\frac{dV}{V} = -c_d d\sigma_d - c_s du \tag{1}$$

$$\frac{dV_\phi}{V_\phi} = -\frac{c_d - c_s}{\phi} d\sigma_d - c_\phi du \tag{2}$$

where ϕ is the Eulerian porosity of the material:

$$\phi = \frac{V_\phi}{V} \tag{3}$$

V_ϕ and V are the volume of porous space and total volume in actual (deformed) state respectively.

c_d, c_s and c_ϕ are the drained, the unjacketed and the pore volume compressibility of the material respectively:

$$c_d = -\frac{1}{V}\left(\frac{\partial V}{\partial \sigma_d}\right)_u, \quad c_s = -\frac{1}{V}\left(\frac{\partial V}{\partial u}\right)_{\sigma_d}, \quad c_\phi = -\frac{1}{V_\phi}\left(\frac{\partial V_\phi}{\partial u}\right)_{\sigma_d} \tag{4}$$

Parameter c_d can be measured during a drained test in which the pore pressure is kept constant, parameter c_s can be measured during an unjacketed test in which the Terzaghi effective stress is kept constant (i.e. by simultaneously increasing the confining pressure and pore pressure with equal rates). As mentioned in earlier studies [10,13], the experimental measurement of parameter c_ϕ is difficult and it will be assumed here equal to c_s [11].

Undrained loading is achieved by keeping the mass of the pore fluid inside the sample constant ($dM_w = 0$). This condition leads to a pore pressure increase when the sample is loaded. For a saturated sample, the fluid mass inside the sample is:

$$M_w = \phi V \rho_w \tag{5}$$

where ρ_w is the density of the pore fluid (water).

Derivation of Eq. (5) gives:

$$dM_w = \phi V \rho_w \left(\frac{d\phi}{\phi} + \frac{dV}{V} + \frac{d\rho_w}{\rho_w}\right) \tag{6}$$

The porosity change is obtained from Eq. (3):

$$\frac{d\phi}{\phi} = \frac{dV_\phi}{V_\phi} - \frac{dV}{V} \tag{7}$$

The change of the fluid density is:

$$\frac{d\rho_w}{\rho_w} = c_w du \tag{8}$$

where c_w is the compressibility of the fluid:

$$c_w = -\frac{1}{V_\phi}\left(\frac{\partial V_\phi}{\partial u}\right) \tag{9}$$

By replacing Eq. (1), (2), (7) and (8) into Eq. (6) the following relation is obtained for the change of fluid mass:

$$dM_w = \phi V \rho_w [-\frac{1}{\phi}(c_d - c_s) d\sigma_d - c_s du + c_w du] \tag{10}$$

From the condition ($dM_w = 0$) the induced pore pressure is obtained as:

$$du = \frac{c_d - c_s}{c_d - c_s + \phi(c_w - c_s)} d\sigma \tag{11}$$

The ratio between the change in pore pressure and the change in total applied stress is the well-known Skempton coefficient B. Its theoretical expression is given by:

$$B = \frac{c_d - c_s}{c_d - c_s + \phi(c_w - c_s)} \tag{12}$$

In equation (12) the denominator is the so-called storage coefficient S:

$$S = c_d - c_s + \phi(c_w - c_s) \tag{13}$$

The volume change of the sample during an undrained test can be written as follows:

$$\frac{dV}{V} = -c_u d\sigma \tag{14}$$

where c_u is the undrained bulk compressibility. This parameter can be obtained by incorporating Eq. (11) into Eq. (1):

$$c_u = c_d - B(c_d - c_s) \tag{15}$$

3.2 Extension to transverse isotropic materials

The above framework can be extended to transverse isotropic materials [14]. The x_1-axis is taken normal to the sample stratification and the (x_2, x_3) plane parallel to it. The stress-strain elastic relationship for a transverse isotropic material is:

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_1} & \frac{-\nu_{12}}{E_1} & \frac{-\nu_{12}}{E_1} \\ \frac{-\nu_{21}}{E_2} & \frac{1}{E_2} & \frac{-\nu_{23}}{E_2} \\ \frac{-\nu_{21}}{E_2} & \frac{-\nu_{23}}{E_2} & \frac{1}{E_2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \end{pmatrix} \tag{16}$$

where E_2, ν_{23} are the Young modulus and Poisson ratio in the isotropic plane (x_2, x_3) and E_1, ν_{12} are the Young modulus and Poisson ratio in the (x_1, x_2) plane, respectively. The Young modulus and Poisson ratios verify the following identity:

$$\frac{\nu_{12}}{E_1} = \frac{\nu_{21}}{E_2} \tag{17}$$

In an isotropic loading ($\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3 = \sigma_0$), the drained compressibility (c_d) is obtained as:

$$\varepsilon_V = \varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3 = \left(\frac{1}{E_1}(1 - 4\nu_{12}) + \frac{2}{E_2}(1 - \nu_{23}) \right) \sigma_0 = c_d \sigma_0 \tag{18}$$

It is assumed that the solid constituent that composes the porous rock is isotropic and that the macroscopic anisotropy is of structural origin (stratification).The Skempton coefficient B is generalized to a tensor B_{ij}. The components of the Skempton tensor B_{ij} are given by [14]:

$$B = \frac{1}{S} \begin{pmatrix} \frac{3(1-2\nu_{12})}{E_1} - c_s & 0 & 0 \\ 0 & \frac{3(1-\nu_{21}-\nu_{23})}{E_2} - c_s & 0 \\ 0 & 0 & \frac{3(1-\nu_{21}-\nu_{23})}{E_2} - c_s \end{pmatrix} \tag{19}$$

During an undrained isotropic compression test, the ratio between the induced pore pressure and the imposed increment of total stress is

$$du = B_{eq} d\sigma \tag{20}$$

with

$$B_{eq} = \frac{1}{3} \mathrm{trace}(B_{ij}) \tag{21}$$

Consequently, the equivalent Skempton coefficient has the same expression as in the isotropic case:

$$B_{eq} = \frac{c_d - c_s}{S} \tag{22}$$

4 Effect of the drainage system in undrained tests

Undrained conditions are applied in the laboratory by closing the valves at the extremity of the drainage system and by measuring the pore pressure by using a pressure transducer connected to the drainage system (see Fig 1b). Due to the compressibility of the fluid and of the drainage system, there is some fluid exchange between the sample and the drainage system that alters the undrained condition ($dM_w = 0$). Consequently the measured pore pressure is affected by the compressibility of the drainage system. A correction accounting for these effects in soil testing was presented by Bishop [15], with an extension to temperature effects recently proposed by Ghabezloo and Sulem [16, 17] for rocks. It appears however that the problem is more complex for dense argillites of very low permeability since the elastic compressibility of the metal porous disks appears to be no longer negligible with respect to that of the tested specimen [18]. As a result, a fast undrained compression test instantaneously generates an excess pore pressure measured in the drainage system that can be initially different from that prevailing in the specimen. Thus, to ensure pore pressure equilibrium in low permeability and low porosity materials, undrained tests should be performed slowly enough. A detailed analysis of the system in which a distinction is made between the pressurization effect occurring in the specimen, in the porous disks and in the connecting lines is then necessary. To do so, it is assumed that the undrained test is performed slowly enough to ensure pore pressure equilibrium between the sample and the drainage system. The undrained loading, in which the applied total stress increment $\Delta\sigma$ generates an excess pore pressure Δu, is decomposed in two phases (Fig. 4): a first phase in which $\Delta\sigma - \Delta u$ is applied with no pore pressure change (drained loading), followed by the application of identical

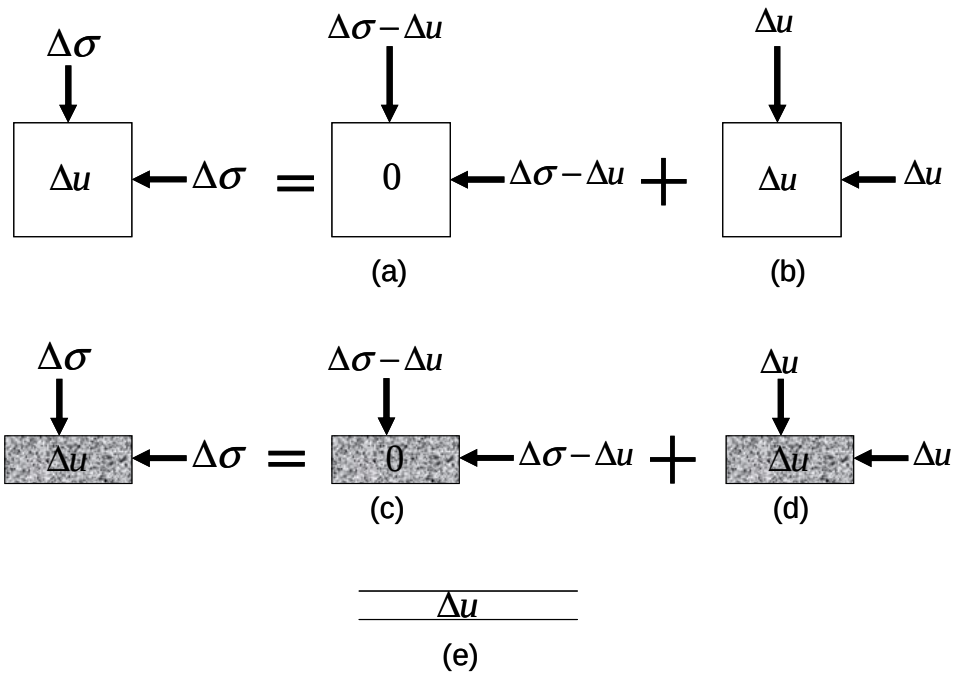


Fig. 4. Decomposition of the testing system into a porous sample, a porous element and connecting lines

increments of confining pressure and pore pressure equal to Δu (unjacketed loading). This decomposition is made for both the specimen and the porous element. The volume changes are reported in Table 1 from that of the porous element. Note that the effect of the confining pressure on the deformation of the porous elements is considered here but its effect on the deformation of the connecting lines is neglected. As shown in [17], the compressibility of the connecting lines due to confining pressure is about two orders of magnitude smaller than the equivalent compressibility of the drainage system.

In undrained condition, the overall volume change of the elements of the system (column four in Table1) is the sum of the volume change of its constituents (columns two and three in Table1), giving the following relation:

$$\begin{aligned}&-Vc_s(\Delta\sigma-\Delta u)-(1-\phi)Vc_s\Delta u-V_ec_{se}(\Delta\sigma-\Delta u)-(1-\phi_e)V_ec_{se}\Delta u-\phi Vc_w\Delta u-\phi_eV_ec_w\Delta u-V_Lc_w\Delta u\\&=-Vc_d(\Delta\sigma-\Delta u)-Vc_s\Delta u-V_ec_{de}(\Delta\sigma-\Delta u)-V_ec_{se}\Delta u+V_Lc_L\Delta u\end{aligned}$$

(23)

By rearranging Eq. (23), the measured Skempton coefficient B^{mes} accounting for the effects of the porous element and connecting lines is obtained as follows:

$$B^{mes} = \frac{\Delta u}{\Delta \sigma} = \frac{(c_d - c_s) + \frac{V_e}{V}(c_{de} - c_{se})}{(c_d - c_s) + \phi(c_w - c_s) + \frac{V_e}{V}\left(c_{de} - c_{se} + \phi_e(c_w - c_{se})\right) + \frac{V_L}{V}(c_w + c_L)} \quad (24)$$

	Volume change of constituents		Volume change of element
	Solid phase	Pore Fluid phase	
(a) Sample	$-Vc_s(\Delta\sigma - \Delta u)$	0	$-Vc_d(\Delta\sigma - \Delta u)$
(b) Sample	$-(1-\phi)Vc_s\Delta u$	$-\phi Vc_w\Delta u$	$-Vc_s\Delta u$
(c)Porous element	$-V_e c_{se}(\Delta\sigma - \Delta u)$	0	$-V_e c_{de}(\Delta\sigma - \Delta u)$
(d) Porous element	$-(1-\phi_e)V_e c_{se}\Delta u$	$-\phi_e V_e c_w\Delta u$	$-V_e c_{se}\Delta u$
(e) Connecting lines		$-V_L c_w\Delta u$	$+V_L c_L\Delta u$

Table 1. Variations of volume of the sample, porous element, their constituents and the connecting lines for the independent problems presented in Fig. 4

The effect of the inner and outer lateral geotextiles is also taken into account by adding a second porous element in the scheme presented in Fig. 4. Eq. (24) can hence be rewritten as:

$$B^{mes} = \frac{\Delta u}{\Delta \sigma} = \frac{(c_d - c_s) + \frac{V_p}{V}(c_{dp} - c_{sp}) + \frac{V_g}{V}(c_{dg} - c_{sg})}{(c_d - c_s) + \phi(c_w - c_s) + \frac{V_p}{V}\left(c_{dp} - c_{sp} + \phi_p(c_w - c_{sp})\right) + \frac{V_g}{V}\left(c_{dg} - c_{sg} + \phi_g(c_w - c_{sg})\right) + \frac{V_L}{V}(c_w + c_L)}$$

(25)

in which c_{dp} and c_{dg} are the drained compressibilities, c_{sp} and c_{sg} are the solid phase compressibilities, ϕ_p and ϕ_g are the porosities and V_p and V_g are the total volumes of the metal porous disks and of the geotextiles, respectively. This equation can be simplified by neglecting i) the solid phase compressibility of the metallic porous disk, c_{sp} ,with respect to its

drained compressibility c_{dp}, ii) the solid phase compressibility of the geotextile, c_{sg} ,with respect to its drained compressibility c_{dg} , and iii) the compressibility of water, c_w ,with respect to that of the drained compressibility of the geotextile, c_{dg} , giving:

$$B^{mes} = \frac{\Delta u}{\Delta \sigma} = \frac{c_d + \frac{V_p}{V} c_{dp} + \frac{V_g}{V} c_{dg}}{c_d + \phi c_w + \frac{V_p}{V}\left(c_{dp} + \phi_p c_w\right) + \frac{V_g}{V} c_{dg} + \frac{V_L}{V}(c_w + c_L)} \tag{26}$$

By comparing Eq. (11) and (26) the corrected Skempton coefficient B^{cor} can be obtained as follows:

$$B^{cor} = \frac{B^{mes}}{1 + \frac{1}{V(c_d - c_s)}\left(V_p c_{dp} + V_g c_{dg} - B^{mes}\left(V_p(c_{dp} + \phi_p c_w) + V_g c_{dg} + V_L(c_w + c_L)\right)\right)} \tag{27}$$

The measurement of the undrained compressibility is also affected in the same way by the deformability of the drainage system because of the fluid mass exchange between the sample and the drainage system. From Eqs. (15) and (27), the corrected undrained compressibility is written as:

$$c_u^{cor} = c_d - \frac{c_d - c_u^{mes}}{1 + \frac{1}{V(c_d - c_s)}\left(V_p c_{dp} + V_g c_{dg} - \frac{V_p(c_{dp} + \phi_p c_w) + V_g c_{dg} + V_L(c_w + c_L)}{(c_d - c_s)}(c_d - c_u^{mes})\right)} \tag{28}$$

This correction method is simple and is applied directly on the test results. It requires some calibration tests that are presented in following section.

4.1 Calibration test on a dummy metal sample

To calibrate the parameters of the drainage system presented previously, a series of tests was performed on a dummy hollow cylinder metal sample. Prior to installing the dummy specimen, the entire drainage system was flushed by using compressed air. The inner and outer bands of geotextile were then placed along the inner and outer lateral faces of the dummy sample and a neoprene membrane was placed around the dummy sample, thus isolating the drainage system from the confining pressure. The air in the porous system and connecting lines was then evacuated by applying vacuum with a pump.

To measure the volume of each part of the drainage system, a confining pressure equal to 3250 kPa was applied on the sample while each part of the drainage system was connected separately to a pressure-volume controller (PVC). A pressure of 1000 kPa was used to inject water into the drainage system. The volume of water injected by the PVC gives an estimation of the global volume of each part of the drainage system. To obtain the volume of the connecting lines, the pore volume of the porous elements has to be subtracted from the measured injected volume. The total volume of the porous elements was calculated from their geometry and the porosity of the metallic porous disk and that of the geotextile were estimated equal to about 0.22 and 0.30 respectively.

In Table 2 the estimated volumes of the upper and lower metal porous disks, of the inner and outer geotextile and that of the connecting lines are presented. The parameters V_p, V_g and V_L presented previously are the sum of the volume of the metallic porous disks, the sum of the volume of the geotextiles and the sum of the volume of the connecting lines respectively.

Drainage	$V_{drainage}$ (mm^3)	$V_{porous\ element}$ (mm^3)	ϕ	$V_{connecting\ line}$ (mm^3)
Lower (metallic)	13934	10053	0.22	11722
Upper (metallic)	8975	10053		6763
Outer (geotextile)	7100	5654	0.3	5403
Inner (geotextile)	3500	4241		2228

Table 2. The volume of the porous elements and connecting lines

The drained compressibility of the porous elements was found by performing an isotropic compression test on the dummy metal sample. By neglecting the deformability of the metallic sample, the water exchange between the porous element and the PVC gives an estimation of its drained compressibility. Fig. 5 shows the response of the porous elements water exchange during a drained test for the two metallic porous disks and for the two geotextiles, giving $c_{dp} = 1.02$ GPa^{-1} for the porous disks and $c_{dg} = 9.33$ GPa^{-1} for the geotextiles.

To obtain the compressibility of the connecting lines, the PVC2 was connected to the lower and upper drainage by a T connection and all drainage lines were filled by de-aerated

water. Once saturation was achieved, the pressure in the PVC was increased and the water volume change due to the pressure increase was recorded. This measurement also included the compressibility of the PVC. To subtract the volume change of the PVC from the total volume change, the PVC was isolated from the cell by a valve placed between the cell and the PVC. The same pressure change was applied by the PVC and the volume change was recorded. The difference between the first and the second measurement directly provides the volume change of the drainage system. This volume change is the sum of the volume change due to the expansion of the connecting lines, to the compression of water in the connecting lines and in the metal porous disks and also to the volume change of the metal porous disks:

$$\Delta V_{dr} = c_L V_{Lp} \Delta u + c_w (V_{Lp} + \phi_p V_p) \Delta u + c_{dp} V_p \Delta u \tag{29}$$

where V_{Lp} is the total volume of connecting lines for the upper and lower drainage.

The compressibility of the connecting lines can be derived as:

$$c_L = \frac{\Delta V_{dr} - c_w (V_{Lp} + \phi_p V_p) \Delta u - c_{dp} V_p \Delta u}{V_{Lp} \Delta u} \tag{30}$$

The estimated value of c_L is equal to 0.32 GPa^{-1}. For the sake of simplicity, the same c_L value is assumed for all the connecting lines. This assumption is justified given that all the connecting lines are made with the same metal.

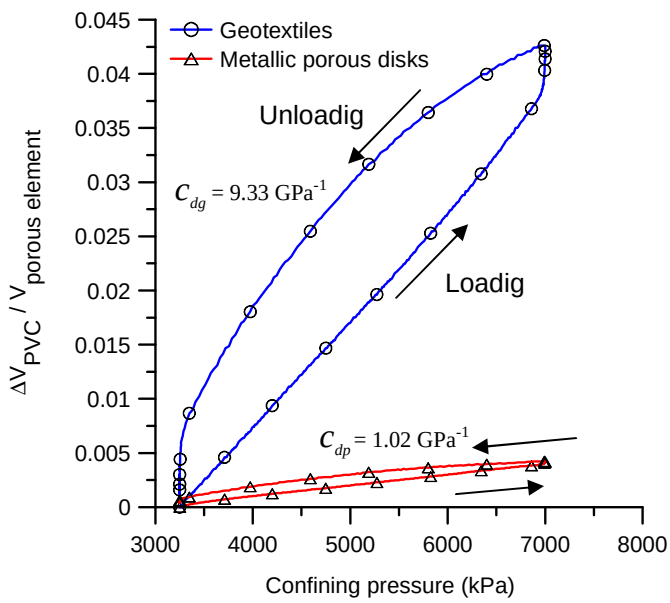


Fig. 5. Drained compressibility of the metallic porous disk and the geotextile

In order to verify the estimated parameters of the drainage system, an undrained test was performed on the dummy metal sample. The induced pore pressure in the lower drainage and the outer geotextile is plotted in Fig. 6 with respect to the confining pressure applied up to 7 MPa. The Skempton coefficients measured for the metallic porous disk and the geotextile are equal to 0.52 and 0.92 respectively. The Skempton coefficient can be estimated by using Eq. (25) adopting a zero porosity ($\phi = 0$) for the metallic sample, and with c_d equal to c_s. The lower and outer drainage were not connected so for each element the Skempton coefficient is expressed as:

$$B_{porous\ element} = \frac{\Delta u}{\Delta \sigma} = \frac{c_{d-porous\ element}}{\left(c_{d-porous\ element} + \phi_{porous\ element} c_w\right) + \dfrac{V_{L-drainage}}{V_{porous\ element}}(c_w + c_L)} \tag{31}$$

where $V_{porous\ element}, V_{L-drainage}$ are the volume of the porous element considered and that of the connecting lines connected to it.

With the values presented above for the parameters of the metallic and geotextile porous elements, a value of 0.51 is obtained for the Skempton coefficient of the metallic porous disk and a value of 0.92 for that of the lateral geotextile. These values are in good accordance with the ones measured, which gives confidence in the estimated parameters of the drainage system.

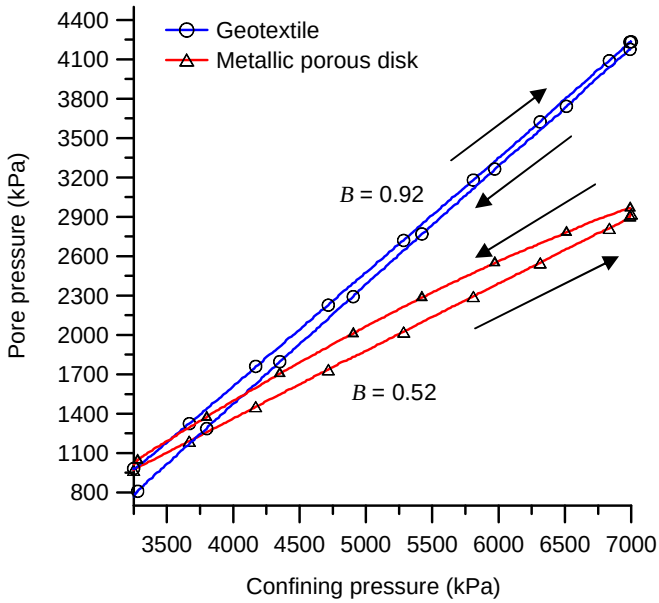


Fig. 6. Induced pore pressure in porous elements during undrained isotropic compression on a dummy metal sample

5 Validation test on Rothbach sandstone

Prior to test the device on a low permeability argillite, a series of tests was carried out on Rothbach sandstone in order to verify the accuracy of local strain measurements. The quality of the strain measurements is assessed through the compatibility of the poro-mechanical parameters obtained from drained and undrained isotropic loading.

The poro-elastic behaviour of Rothbach sandstone has been studied in various publications including the recent contribution of Ghabezloo and Sulem [16]. It has a 14% porosity and is mainly composed of 85% quartz, 12% feldspars and 3% clay. The hollow cylinder sample was prepared in wet condition as described in section 2.

5.1 Drained test

A drained isotropic compression test has been performed on the Rothbach sandstone sample with a loading rate of 50 kPa/min (Fig. 7). The well-known stress dependent character of the compressibility of porous granular rocks [19, 20, 21] is reflected by the non linear response during the loading and unloading phases. The drained elastic compressibility was evaluated from the unloading response. The changes in compressibility with respect to Terzaghi's effective stress is plotted in Fig. 8. These data appear to be compatible with the results obtained by Ghabezloo and Sulem [16] with a conventional triaxial cell, providing some confidence in the results of the hollow cylinder triaxial system developed here.

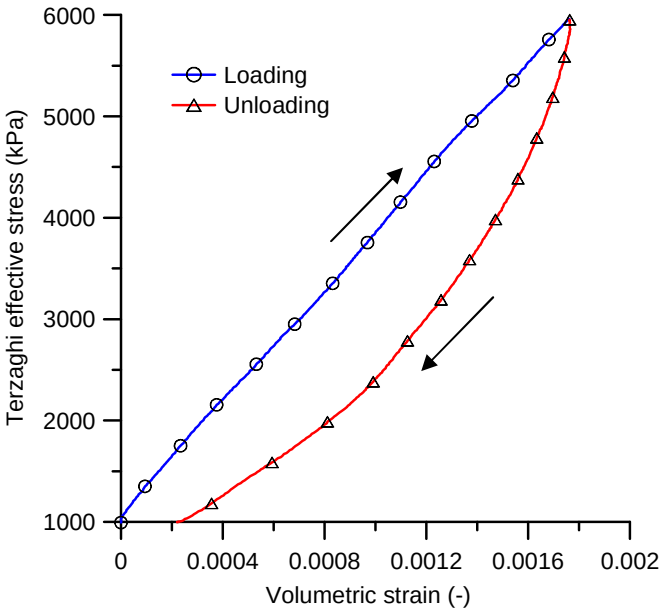


Fig. 7. Drained test on Rothbach sandstone: volumetric response

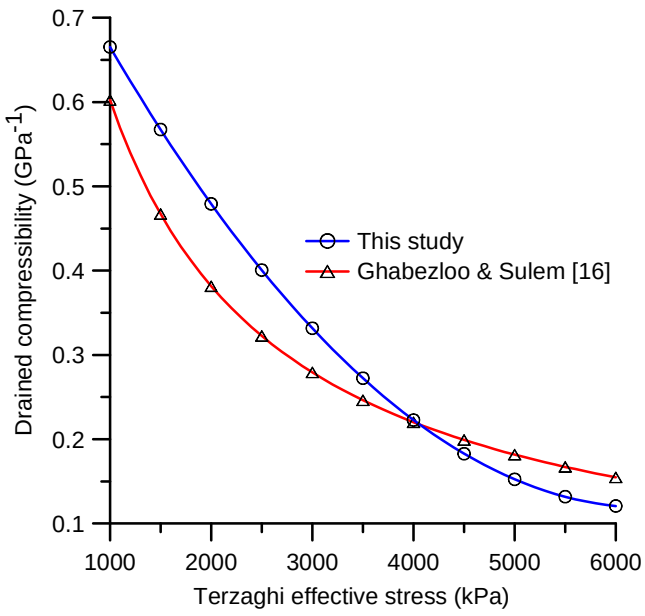


Fig. 8. Drained compressibility of Rothbach sandstone

5.2 Undrained test

An undrained isotropic compression test was performed at a loading rate of 100 kPa/min with an initial confining pressure of 2000 kPa and an initial pore pressure of 1000 kPa.

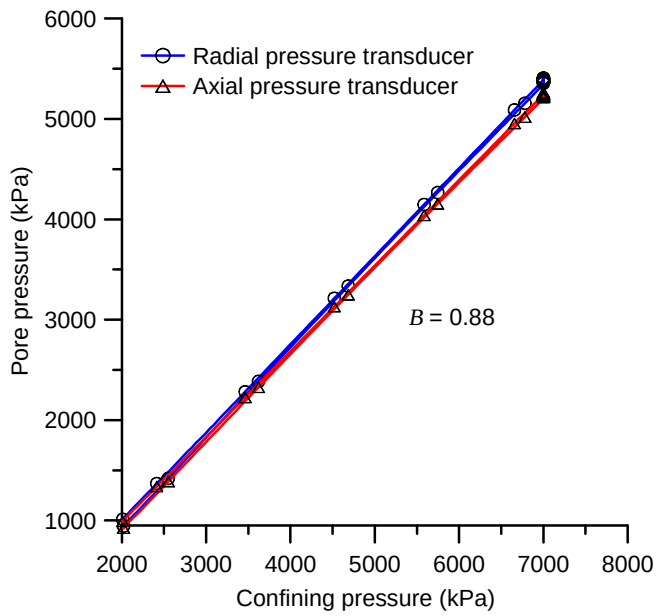


Fig. 9. Undrained isotropic compression test on Rothbach sandstone: Pore pressure response

Fig. 9 shows that the response of both axial and radial pressure transducers along a stress cycle are identical and reversible, reflecting good pore pressure homogeneity within both sample and drainage system. The measured Skempton coefficient is equal to 0.88. To correct

the effect of the drainage system, the drained compressibility and the solid phase compressibility should be known, Eq. (27). The drained compressibility of the rock is changing with the stress level.

Considering that the effective stress does not change significantly during the undrained test (between 1000 kPa and 1650 kPa), an average value of 1325 kPa can be considered to calculate the corresponding drained compressibility. As seen in Fig. 8, the drained compressibility at 1325 kPa is equal to 0.63 GPa^{-1}. The precision of the strain transducers used here ($\pm 1\,\mu m$) is not sufficient to measure the unjacketed compressibility. This compressibility was then estimated by averaging [22] the compressibility of its constituents, i.e 85% quartz, 12% feldspars and 3% clay. The compressibility of these minerals is 0.026 GPa^{-1}, 0.014 GPa^{-1} and 0.02 GPa^{-1} respectively [23, 24]. A Hill's averaging method was used to estimate the solid phase compressibility [25]:

$$c_s = \frac{2}{\sum \frac{f_i}{c_s^i} + \left(\sum f_i c_s^i\right)^{-1}} \tag{32}$$

where f_i, c_s^i are the volume fraction and compressibility of each constituent. The compressibility of the solid phase of the Rothbach sandstone is estimated to be equal to 0.024 GPa^{-1}. This estimation gives the same value as that obtained during an unjacketed compression test by Ghabezloo and Sulem [16].

The water compressibility at 25°C is 0.449 GPa^{-1}[26]. From Eq. (27) a value of 0.91 is found for the corrected Skempton coefficient of the Rothbach sandstone, showing that the error induced by the effect of the drainage system is about 2.7%.

Fig 10 shows the volume change of the sample during an undrained loading cycle. The response is not linear with a steeper start at volumetric strains smaller than 0.002 %. The same trend is observed at the beginning of the unloading section. This non linearity can be related to the lack of precision of the LVDTs for displacements lower than $1\,\mu m$ and also to some adjustments occurring during the start of the loading or unloading phase. The corresponding part of the curve is not considered as being representative of the mechanical behaviour of the sample and is neglected for the evaluation of the undrained compressibility. This parameter is thus estimated along the linear parts of the curves. The slopes in loading and unloading are comparable, giving a value of 0.092 GPa^{-1}. This value must be corrected by using Eq. (28)

that provides an undrained compressibility of 0.075 GPa^{-1}. The error induced by the drainage system is of 18.5%.

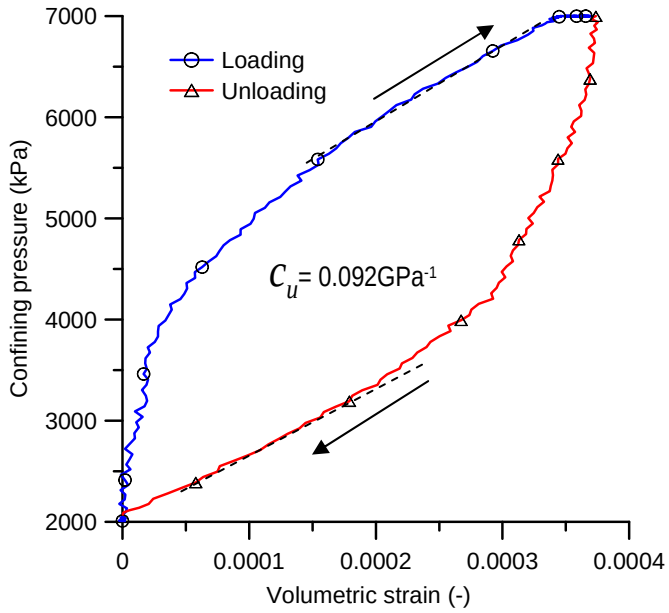


Fig. 10. Undrained isotropic compression test on Rothbach sandstone: Volumetric response

5.3 Compatibility of the results

The compatibility between the measured values for c_d, c_u, c_s and B is verified by using Eq. (11) and (15). The porosity of Rothbach sandstone is 0.14. Using the values of c_d, c_s, c_w and ϕ presented above, the value of the Skempton coefficient obtained from Eq. (11) is 0.91, a value equal to the experimental value.

Using the experimental values of the drained compressibility c_d, the solid phase compressibility c_s and the Skempton coefficient, the undrained compressibility given by Eq.(15) is equal to 0.08 GPa^{-1}. This is in good agreement with the experimental value (0.075 GPa^{-1}).

The above results show the good compatibility between the measured and calculated poro-mechanical parameters and give further confidence in the accuracy of the local strain measurement device.

6 Application of the hollow cylinder cell on a low permeable argillite

The apparatus is now used on a low porosity and permeability material for which it has been developed. Preliminary tests have been carried out on the Opalinus argillite (often named Opalinus clay) coming from the Mont-Terri underground research laboratory in Switzerland [2] The Opalinus argillite is composed of approximately 65% clay minerals, 20% quartz, 8% calcite and 7% feldspar [3] with a mercury intrusion porosity between 9% and 11% [27]. The material has a transverse isotropy caused by the strong bedding of the clay [28].

Cores of Opalinus argillite with an external diameter of 108 mm have been extracted in the direction parallel to the bedding from the shaly facies of the layer in the Mont-Terri. To preserve their water content, cores have been immediately isolated under vacuum by using thermo-sealed plastic-aluminium foil. The sample was trimmed in the laboratory as commented in section 2 with a height of 75 mm. The lateral inner and outer geotextile bands have a 25 mm height.

6.1 Resaturation process

As already mentioned, full sample saturation of low permeability clayrocks prior to testing is very difficult and rarely commented in the literature. One of the aims of the hollow cylinder triaxial cell developed here was to ensure good initial saturation of samples that have been desaturated during the processes of coring, transportation, conservation and trimming in the laboratory. As an example, the Opalinus argillite sample tested here had a water content prior testing of 0.072 corresponding to a degree of saturation of 0.83 and a suction of 5.7MPa according to the water retention curve determined by Muñoz et al. [27]. The Opalinus argillite is also prone to swelling when hydrated under zero stress, which induces further perturbation in the sample. To avoid this problem, a procedure of saturation under stress conditions close to in-situ ones, already used on Boom clay by Delage et al. [29], was adopted. The procedure consists in:

- i) applying a confining pressure close to the in-situ effective stress while avoiding any contact of the sample with water (dry geotextiles and porous disks);

- ii) simultaneously increasing both confining and back pressure until the in-situ pore pressure is attained;

- iii) waiting for stabilization of water exchanges between the back pressure PVC and the sample.

The in-situ stress state of Opalinus argillite formation is clearly anisotropic [30] and it was decided, for sake of simplicity, to apply the same total in-situ mean stress (4.1 MPa) with a back pressure of 2.2 MPa equal to the in-situ pore pressure [2]. In spite of this precaution, the sample exhibited a slight swelling during resaturation, with a volume increase of 0.3% after 10 hours followed by a constant swelling rate of -2.02×10^{-5}/hour (measured by LVDTs) observed during a period of time up to 120 hours as shown in Fig. 11. This constant swelling phase has already been observed on the Boom stiff clay [31].

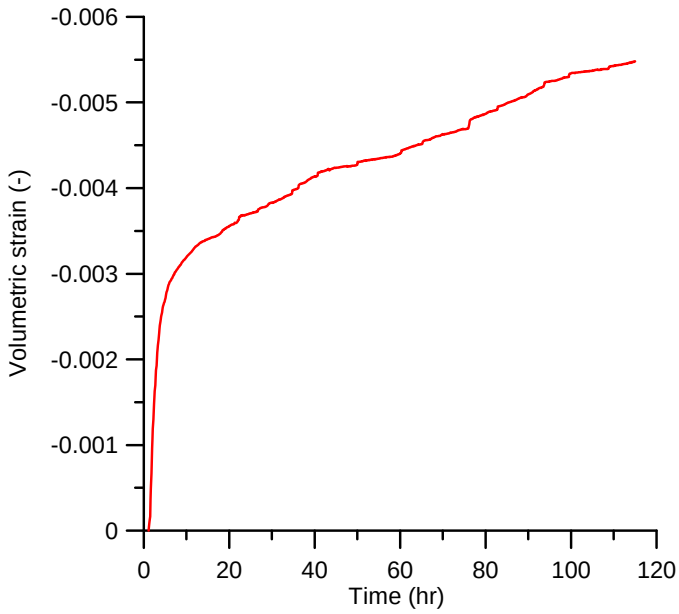


Fig. 11. Volume change of an Opalinus argillite during saturation

The Skempton coefficient was measured during an undrained cycle with a loading rate of 50 kPa/min. The response of the radial and axial pressure transducers along a total stress cycle between 4100 kPa and 4600 kPa is presented in Fig. 12. Whereas the response of the axial transducer appears to be satisfactorily reversible, that of the radial one exhibits smaller values along the loading path and a response closer to the axial transducer along the unloading path. This difference can be explained by the relatively high loading rate adopted that could not allow full homogeneity of the pore pressure in the sample and the drainage system. The average measured Skempton coefficient B^{mes}, for both transducers, calculated as the tangent of unloading curve is equal to 0.86. As explained before, the parameters c_d and c_s of Opalinus argillite must be known so as to correct for the effect of the drainage system, Eq. (27).

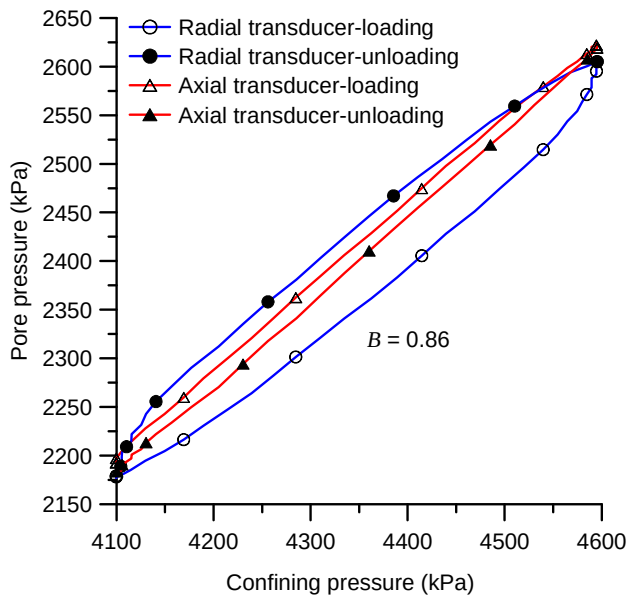


Fig. 12. Undrained isotropic compression test of Opalinus argillite: Evaluation of the Skempton coefficient

The value of c_d is estimated by taking into account the anisotropy of the sample (see section 3.2). For Opalinus clay, the Young's modulus in the direction normal and parallel to the bedding are 10 GPa and 4 GPa respectively and the Poisson ratios are 0.33 and 0.24 respectively [28], giving a value of 0.348 GPa^{-1} for c_d. The compressibility of the solid phase c_s can be estimated from the mineral composition of Opalinus argillite and by using Hill's average formula, Eq. (32). The compressibility of clay, quartz, calcite and feldspar is 0.02 GPa^{-1}, 0.026 GPa^{-1}, 0.014 GPa^{-1} and 0.014 GPa^{-1} respectively, giving a value of 0.02 GPa^{-1} for the solid phase compressibility of Opalinus clay. Using the estimated values for c_d and c_s, the corrected Skempton coefficient obtained from Eq. (27) is equal to 0.89. By using an averaged value of 0.1 for the porosity [27], the theoretical value for the Skempton coefficient of a saturated sample, Eq. (11), is 0.88. Thus the sample pore pressure response is compatible with that of a saturated sample, showing a quite satisfactory saturation of the sample.

6.1.1 Calculation of the time necessary for sample resaturation

Resaturation is now examined by considering the equations of water infiltration in an unsaturated medium. This analysis is performed in order to have an order of magnitude of the period of time necessary to resaturate an initially unsaturated sample. Several assumptions and simplifications are considered in this analysis:

i) Water continuity is preserved in the sample, given the high value of the initial degree of saturation (0.83%)

ii) Water-vapour mass exchanges are neglected. For an initial suction of 5.7 MPa, the partial pressure of water in the gaseous phase given by the psychrometric law is equal to 3.03 kPa. This value can be compared with the partial pressure of water vapour when the liquid water is at zero suction (3.16 kPa at 25°C). This difference is less than 5%, thus it is expected that the liquid-vapour mass exchange is negligible.

iii) Air pressure is considered to be constant and equal to atmospheric pressure.

iv) Dissolution of air in water is not considered [32].

v) Darcy's law is used to describe the water flux in both the unsaturated and the saturated zones [33].

vi) The initial suction is assumed to be homogenous in the sample.

The initial suction in the sample decreases during the resaturation procedure up to zero, followed by positive pore pressures that depend on the pressure imposed at the sample boundaries. The saturation profile changes with time through the sample. At a given time, there are some parts of the sample where $u \geq 0$ (saturated zones) and some others where $u < 0$ (unsaturated zones).

In an unsaturated zone $u < 0$, the water content per unit volume is defined as follows:

$$w = \frac{m_w}{m_s} = \frac{m_w}{\rho_s (1-\phi)} \tag{33}$$

where m_w is the water mass per unit volume($\frac{M_w}{V}$), m_s is the solid mass per unit volume and ρ_s is the solid density equal to 2.71 Mg/m^3 for Opalinus clay [28]. Considering that the solid mass of the volume is constant and taking into account the dependence of water content on suction, the following equation can be obtained by derivation of Eq. (33):

$$\frac{\partial m_w}{\partial t} = (1-\phi)\rho_s \frac{\partial w}{\partial u}\frac{\partial u}{\partial t} \tag{34}$$

where $\frac{\partial w}{\partial u}$ is given by the water retention curve. A modified van Genuchten model (VGM) [27] is used to model the experimental water retention curve:

$$w_e = \frac{w - w_r}{w_s - w_r} = [1 + (\frac{-u}{P})^{\frac{1}{1-\lambda}}]^{-\lambda}(1 + \frac{u}{P_s})^{\lambda_s} \tag{35}$$

where w_e, w_s, w_r is the effective, maximum and minimum water content respectively and $P, P_s, \lambda, \lambda_s$ are the material parameters.

From Eq. (35), $\frac{\partial w}{\partial u}$ can be written as:

$$\frac{\partial w}{\partial u} = (w_s - w_r)[\frac{\lambda}{\lambda - 1}(\frac{1}{P})^{\frac{1}{1-\lambda}}(-u)^{\frac{\lambda}{1-\lambda}}(1 + (\frac{-u}{P})^{\frac{1}{1-\lambda}})^{-\lambda-1}(1 + \frac{u}{P_s})^{\lambda_s} + \frac{\lambda_s}{P_s}(1 + \frac{u}{P_s})^{\lambda_s - 1}(1 + (\frac{-u}{P})^{\frac{1}{1-\lambda}})^{-\lambda}] \tag{36}$$

Conservation of the mass of water is expressed by:

$$\frac{\partial m_w}{\partial t} + divq = 0 \tag{37}$$

where q is the water mass flux per surface area that is estimated assuming Darcy's law

$$q = -\frac{\rho_w k}{\mu_w} grad(u) \tag{38}$$

In cylindrical coordinates, the divergence of q is written as:

$$divq = -\frac{\rho_w}{\mu_w}[\frac{\partial k}{\partial r}\frac{\partial u}{\partial r} + k\frac{\partial^2 u}{\partial r^2} + \frac{1}{r}k\frac{\partial u}{\partial r} + \frac{\partial k}{\partial z}\frac{\partial u}{\partial z} + k\frac{\partial^2 u}{\partial z^2}] \tag{39}$$

In the unsaturated zone, the permeability also varies with suction. This dependence can be expressed by Eq. (40), as proposed in the van Genuchten model.

$$k = k_s\sqrt{w_e}(1 - (1 - w_e^{\frac{1}{\lambda}})^{\lambda})^2 \tag{40}$$

where k_s is the permeability in the saturated state.

By using Eq. (34), Eq. (37) and Eq. (39) the following equation is obtained for the water pressure diffusion in the unsaturated zone ($u < 0$):

$$\frac{\partial u}{\partial t} = \frac{\rho_w}{(1-\phi)\mu_w \rho_s \frac{\partial w}{\partial u}} \nabla^2 (ku) \tag{41}$$

For the saturated zone where $u \geq 0$, the water mass change under constant confining pressure is [11]:

$$\frac{\partial m_w}{\partial t} = \rho_w [c_d - c_s + \phi(c_w - c_s)] \frac{\partial u}{\partial t} \tag{42}$$

By using Eq. (37) , Eq. (38) and Eq. (42) and assuming a constant permeability in the saturated state, the water pressure diffusion in the saturated zone is written as follows:

$$\frac{\partial u}{\partial t} = \frac{k_s}{\mu_w S} \nabla^2 u \tag{43}$$

The storage coefficient S is defined in Eq. (13). Continuity of the diffusivity at the boundary between the saturated zone and the unsaturated one (i.e. for $u = 0$) is retrieved by imposing the following condition derived from equations (36), (41)and (43))

$$k = k_s \text{ and } (w_s - w_r) \frac{\lambda_s}{P_s} = \frac{\rho_w S}{(1-\phi)\rho_s} \tag{44}$$

The following parameters of the water retention curve of Opalinus argillite come from Muñoz [27]

$$P = 3 \text{ MPa}, P_s = 700 \text{ MPa}, \lambda = 0.5, w_r = 0.059, w_s = 0.087 \tag{45}$$

the parameter λ_s is found equal to 3.98 and the experimental data are well reproduced with the modified VGM model (Fig. 13).

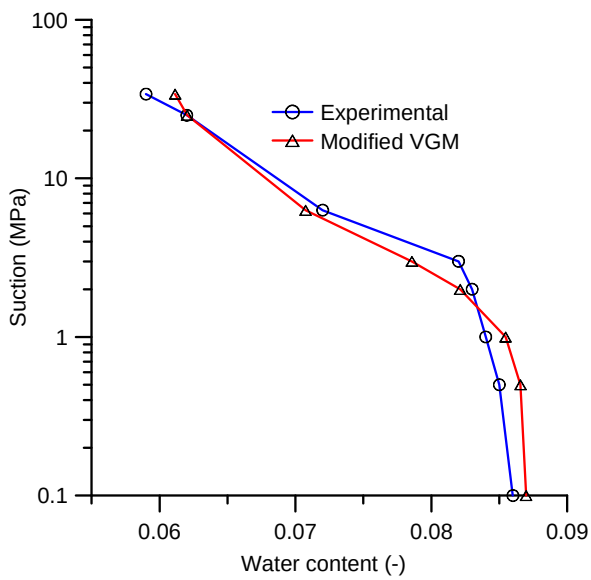


Fig. 13. Water retention curve of Opalinus argillite

Fig. 14 shows the estimated permeability-suction curve by considering a homogenized (isotropic) saturated permeability k_s equal to $2.5\times10^{-20}\text{m}^2$ [27]. As shown in this figure, due to the loss of continuity of the water phase at high suction, the permeability decreases rapidly for suction greater than 6 MPa.

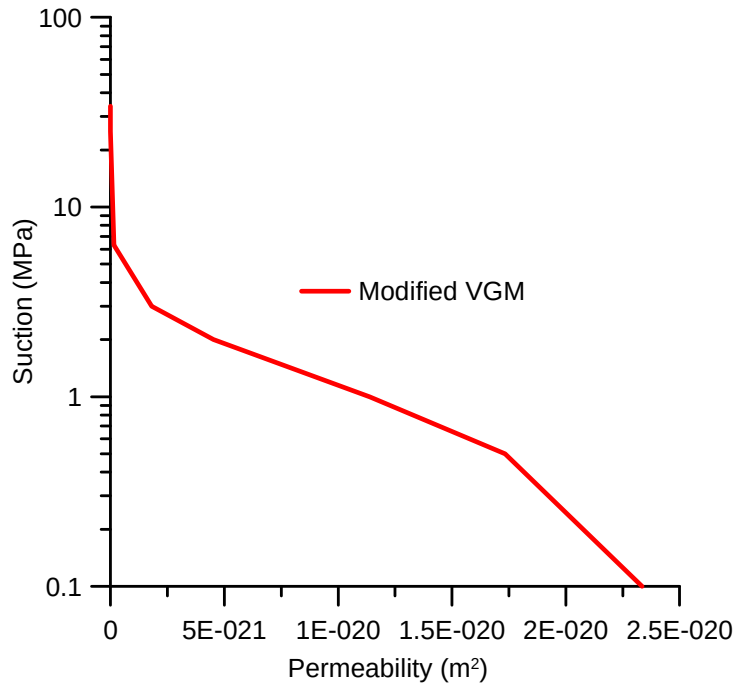


Fig. 14. Permeability-suction curve of Opalinus argillite

By solving Eq. (41) and Eq. (43) for an unsaturated sample with the imposed positive pressure at its boundaries, the time needed to change the negative pressure (suction) in the sample to the positive pressure can be considered as an estimation of the time necessary to resaturate an unsaturated sample.

Eq. (41) and (43) are solved numerically by using a fourth order Runge-Kutta finite difference scheme. The time step is taken equal to 20 seconds. The size of the elements in the z and r directions are equal to $\Delta z = 2.5\times10^{-3} m$ $\Delta r = 3.3\times10^{-3} m$ respectively. The convergence of numerical scheme is guaranteed by the condition:

$$\Delta t < \frac{(\Delta z)^2}{2\rho_w k_{\max}}(1-\phi)\mu_w\rho_s(\frac{\partial w}{\partial u})_{\min} \tag{46}$$

The minimum $\frac{\partial w}{\partial u}$ is reached for u=0 (Eq. (36)). For this state, the permeability is maximum and equal to the permeability of the saturated medium ($k_{\max} = k_s$). Thus, the condition (46) is achieved, if it is verified in the saturated zone:

$$\Delta t < \frac{(\Delta z)^2 \mu_w S}{2k_s} \tag{47}$$

With the above values for the mechanical parameters of Opalinus clay, S is equal to 0.371GPa^{-1}. The water viscosity at 25°C is equal to 8.9×10^{-4} Pa.s [26]. Eq.(47) imposes $\Delta t < 41\,s$. The chosen time step of 20 s obviously satisfies the convergence condition.

The initial and boundary conditions of the problem are shown in Fig. 15.

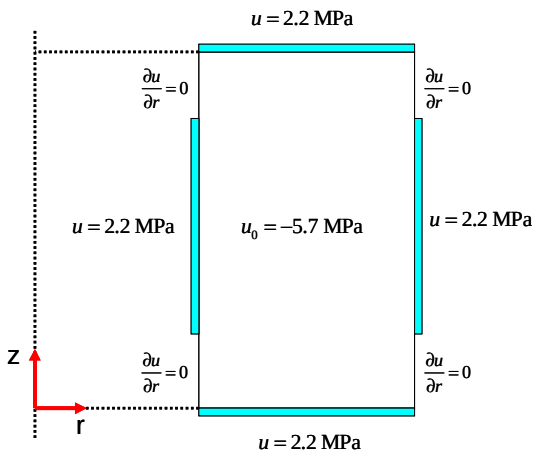


Fig. 15. Initial and boundary conditions for the hollow cylinder sample.

The algorithm of the numerical solution is as follows: At each point where the pressure is negative (u < 0), $\frac{\partial w}{\partial u}$ is calculated from Eq. (36) and the corresponding permeability is estimated from Eq. (40). When the water pressure exceeds zero ($u \geq 0$) the term $\frac{\rho_w}{(1-\phi)\mu_w \rho_s \frac{\partial w}{\partial u}}$ in Eq. (41) is replaced by $\frac{1}{\mu_w S}$ as presented in Eq. (43) and the permeability of the saturated material is taken for that point The saturation process is considered to be complete once the water pressure is positive at all points of the sample. Fig. 16 shows the pore pressure distribution in the sample after 7 hours.

The pore pressure distribution in half the thickness of the sample at different times is shown in Fig 17. These results show that with a drainage system composed of four hydraulic connections as developed in this study, the pore pressure is positive at all points of the sample after approximately 12 hours. These results can be compared to those obtained, with the same initial conditions, for a full cylinder sample drained at both ends (Fig. 18), and at one end (Fig. 19). These graphs show that by using the hollow cylinder triaxial cell, the time needed to

resaturate an Opalinus argillite sample is almost thirty times less than a system drained at one end and 7 times less than a system drained at both ends.

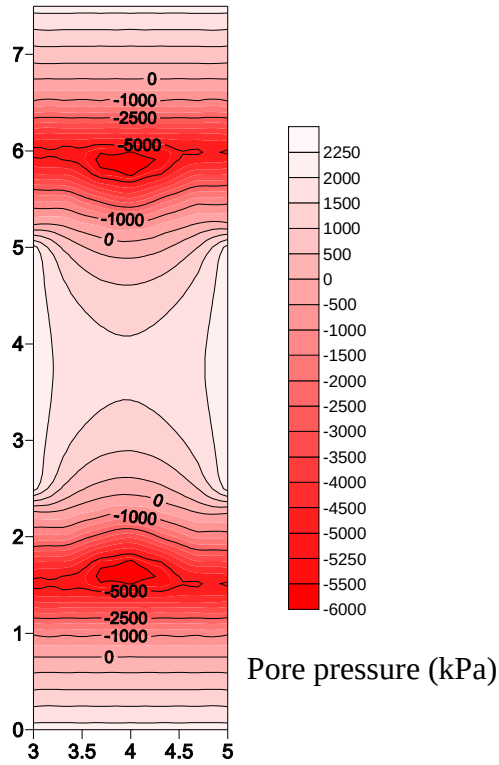


Fig. 16. Resaturation phase: computed pore pressure in the sample after 7 hours

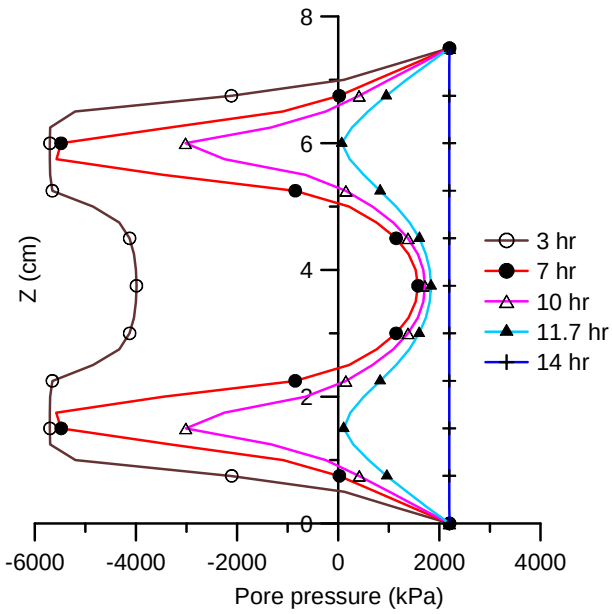


Fig. 17. Computed pore pressure profile in half the thickness of the sample at different times in the case of enhanced lateral drainage

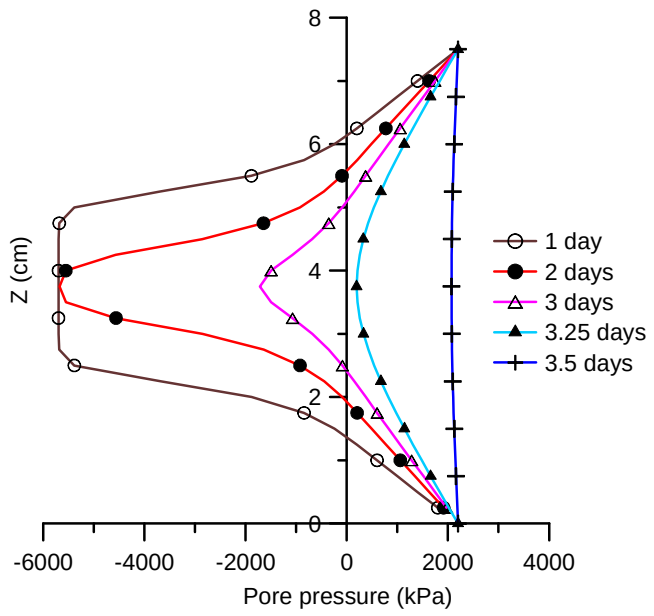


Fig. 18. Computed pore pressure profile in case of a drainage at the upper and lower ends

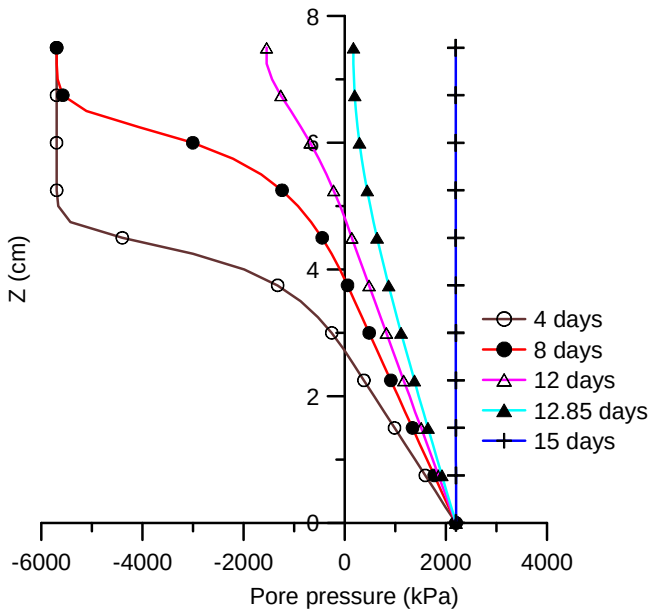


Fig. 19. Computed pore pressure profile in case of a drainage restricted at the lower end

The volume changes during the resaturation process shown in Fig. 11 exhibit a bi-linear response with a steep slope during the first 10 hours. This section is related to the pore pressure diffusion inside the sample, up to reaching positive values in all points of the sample. The duration of this phase is comparable to the resaturation time calculated above with four hydraulic connections (12 hours). The second part with a gentler slope indicates a continuous sample swelling and may be related to i) the isotropic stress applied that is not exactly similar to the anisotropic in-situ stress conditions ii) some enhanced swelling capacity linked to some damage induced in the sample prior to testing, as shown in [18].

6.2 Discussion about the drained tests condition

In theory, a fully drained test is a test in which there is no excess pore pressure in the sample during the loading phase [34]. In practice, a drained test is performed by connecting the drainage system to the PVCs that apply a constant pressure. Even with a very slow loading rate, there is some excess pore pressure generated in the sample. The test can be considered as a drained test if the induced excess pore pressure is negligible with respect to the change in total stress. In this section, the loading rate to perform isotropic compression tests on stiff clays and argillites is re-examined. The pore pressure induced in the sample is calculated and a comparison is made between a sample with conventional drainage (top and bottom) and a sample with lateral drainages as presented in this study.

The pore pressure change during an isotropic compression test can be obtained from the mass balance equation of the fluid phase and Darcy's law (Eq. (10), (37) and (38)):

$$\frac{du}{dt} = B\frac{d\sigma}{dt} + \frac{k_s}{\mu_w S}\nabla^2 u \tag{48}$$

A commonly loading rate used in drained isotropic compression tests on stiff clays is 0.5 kPa/min [35]. The induced pore pressure at half the thickness of the sample for a total stress increment of 500 kPa is calculated by solving Eq (48) using a finite difference scheme. The results obtained with different drainage conditions are plotted in Fig. 20. The calculation shows that the excess pore pressure in the sample with a drainage at one extremity is about 45% of the total load increment. With a drainage at both ends this value is reduced to 14% and with the enhanced lateral drainages this excess pore pressure is only 3%. This confirms that the use of lateral drainages ensures significantly better drained conditions in very low permeability materials such as the Opalinus argillite.

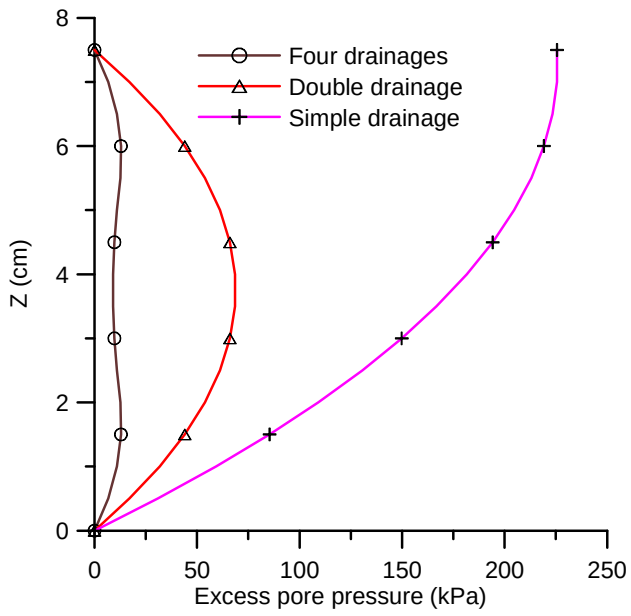


Fig. 20. The excess pore pressure in the half the thickness of the sample during mechanical loading for different drainage conditions: at one end, at both ends, with enhanced lateral drainage

7 Conclusions

A new hollow cylinder apparatus was designed to study the Thermo-Hydro-Mechanical (THM) behaviour of low permeability argillites. The main advantage of this device is the addition of lateral hydraulic connections placed on the inner and outer walls of the hollow cylinder sample so as to reduce the drainage length to half the thickness of the hollow cylinder sample (10 mm). The short drainage path permits a significantly faster resaturation procedure. It also ensures negligible pore fluid overpressure when performing drained tests on very low permeability porous materials. Calibration tests have been conducted on a dummy metal sample to account for the effect of the drainage system. Correction terms have been proposed for the Skempton coefficient and the undrained compressibility by considering the deformability of the porous elements and of the drainage system. The accuracy of the local strain measurement was verified by performing drained and undrained compression tests on Rothbach sandstone and by checking the compatibility of the evaluated poro-elastic parameters.

The saturation procedure of argillites hollow cylinder samples has also been studied in detail by carrying out a numerical analysis. It was shown that the estimated period of time necessary to resaturate an Opalinus hollow cylinder argillite sample with enhanced lateral drainages system (about 12 hours) was in good accordance with experimental observations.

This period of time appeared to be about thirty times faster than that computed with a standard system with a single drainage and seven times faster than that of a standard system with a double drainage.

Finally, the loading rates necessary to ensure satisfactory drained conditions when performing mechanical tests have been examined based on a numerical analysis. It was shown on an Opalinus argillite sample that the enhanced lateral drainage system used here was able to ensure negligible pore fluid overpressure during a mechanical test carried out at a rate of 0.5kPa/min.

These results confirm that the new hollow cylinder triaxial apparatus presented in this paper is a device able to face the significant difficulties related to testing low permeability argillites within reasonable periods of time.

Acknowledgements

The authors wish to acknowledge the financial support provided by the European project TIMODAZ (F16W-CT-2007-036449 coordinated by EURIDICE, Dr. Li Xiang-Ling) for this research that was conducted through the first author's PhD thesis. They also wish to thank the technical team of Navier/CERMES (Ecole des ponts ParisTech) for its assistance in the experimental work and Prof. Y.J. Cui and Dr. S. Ghabezloo for fruitful discussions. Dr. T Vietor, from NAGRA, is also acknowledged for providing the samples of Opalinus argillite and for fruitful discussions.

References

[1] Bastiaens W, Bernier F, Li XL. SELFRAC: Experiments and conclusions on fracturing, self- healing and self-sealing processes in clays. J Physics and Chemistry of the Earth 2007;32:600-615.

[2] Thury M,.Bossart P. The Mont Terri rock laboratory, a new international research

project in a Mesozoic shale formation, in Switzerland. Engineering Geology 1999;52:347–359.

[3] ANDRA. Dossier 2005, Référentiel du site Meuse/Haute Marne. Tome 2; Report CRPADS040022_B.

[4] Coll C. Endommagement des roches argileuses et perméabilité induite au voisinage d'ouvrages souterrains, Thèse de Doctorat de l'Université Joseph Fourier-Grenoble II 2005, 257 pp.

[5] Escoffier S, Homand F, Giraud A, Hoteit N, Su K. Under stress permeability determination of the Meuse/Haute-Marne mudstone. J Eng Geol 2005;81(3):329–340.

[6] Lenoir N, Bornert M, Desrues J, Bésuelle P, Viggiani G. Volumetric digital image correlation applied to X-ray microtomography images from triaxial compression tests on argillaceous rock. Strain 2007;43(3):193-205.

[7]. Rice JR, Cleary MP. Some basic stress diffusion solutions for fluid-saturated elastic porous media with compressible constituents. Rev Geophys Space Phys 1976;14(2):227–240.

[8] Bornert M, Vales F, Gharbi H, Nguyen MD. Multiscale full-field strain measurements for micromechanical investigations of the hydromechanical behaviour of clayey rocks. Strain 2010;46 (1):33-46.

[9] Zimmerman RW, Somerton WH, King MS. Compressibility of porous rocks. J Geophys Res 1986;91(B12):12765–12777.

[10] Brown RJS, Korringa J. On the dependence of the elastic properties of a porous rock on the compressibility of the pore fluid. Geophysics 1975;40(4):608-616.

[11] Detournay E, Cheng AHD. Fundamentals of poroelasticity, Chapter 5. In, Comprehensive Rock Engineering: Vol. II. Pergamon Press, 1993, pp 113–171.

[12] Coussy O. Poromechanics. John Wiley & Sons, 2004.

[13] Ghabezloo S, Sulem J, Guédon S, Martineau F, Saint-Marc J. Poromechanical behaviour of hardened cement paste under isotropic loading. Cement and Concrete Research 2008;38(12):1424-1437.

[14] Cheng AHD. Material coefficients of anisotropic poroelasticity. Int J Rock Mech Min Sci 1997;34(2):199-205.

[15] Bishop AW. Influence of system compressibility on observed pore pressure response to an undrained change in stress in saturated rock. Géotechnique 1976;26(2):371-375.

[16] Ghabezloo S, Sulem J. Stress dependent thermal pressurization of a fluid-saturated rock. Rock Mechanics and Rock Engineering 2009;42:1–24.

[17] Ghabezloo S, Sulem J. Effect of the volume of the drainage system on the measurement of undrained thermo-poro-elastic parameters. Int J Rock Mech Min Sci 2010;47:60-68.

[18] Mohajerani M, Delage P, Monfared M, Sulem J, Tang AM, Gatmiri B. Oedometer compression and swelling behaviour of the Callovo-Oxfordian argillite. Submitted to Int J Rock Mech Min Sci 2010.

[19] Zimmerman RW. Compressibility of sandstones. Amsterdam: Elsevier, 1991.

[20] Sulem J, Vardoulakis I, Papamichos E, Oulahna A, Tronvoll J. Elasto-plastic modelling of red Wildmoor sandstone. Mech Cohes Frict Mat 1999;4(3):215–246.

[21] Sulem J, Ouffroukh H. Hydromechanical behaviour of Fontainebleau sandstone, Rock Mechanics and Rock Engineering 2006;39(3):185–213.

[22] Berryman J. Mixture theories for rock properties, In: Thomas JA (ed) Rock physics and

phase relations: a handbook of physical constants. American Geophysical Union Online. 1995; Reference 3:205–228.

[23] McTigue DF. Thermoelastic response of fluid-saturated porous rock. J Geophys Res 1986;91(B9):9533–9542.

[24] Fei Y. Thermal expansion, In: Thomas JA (ed) Mineral physics and crystallography: a handbook of physical constants, American Geophysical Union Online. 1995; Reference 2: 29–44.

[25] Hill R. The elastic behaviour of crystalline aggregate. Proc Physical Soc. London. 1952; A65:349-354.

[26] Spang B. Excel Add-In for Properties of Water and Steam in SI-Units. 2002;http://www.cheresources.com/ iapwsif97.shtml.

[27] Muñoz JJ. Thermo-Hydro-Mechanical analysis of soft rock application to a large scale heating test and large scale ventilation test, PhD thesis, University Politecnica de Catalunya 2006; 246 p.

[28] Bock H. Rock Mechanics Analyses and Synthesis: RA Experiment. Rock Mechanics Analyses and Synthesis: Data Report on Rock Mechanics, Mont Terri Technical Report 2000-02. Q+S Consult 2001:52 p.

[29] Delage P, Le TT, Tang AM, Cui YJ, Li XL. Suction effects in deep Boom Clay block samples. Géotechnique 2007;57(1):239–244.

[30] Martin C.D, Lanyon GW. Measurement of in-situ stress in weak rocks at Mont Terri Rock Laboratory, Switzerland. Int J Rock Mech Min Sci 2003; 40(7-8):1077–1088.

[31] Le TT, Comportement thermo-hydro-mécanique de l’argile de Boom. PhD thesis, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, 2008; 237 p.

[32] Fredlund DG, Rahardjo H. Soil Mechanics for Unsaturated Soils, New York: Wiley, 1993.

[33] Richards LA. Capillary conduction of liquids through porous medium, Physics 1931; 1:318-333.

[34] Gibson RE, Henkel DJ. Influence of duration of tests at constant rate of strain on measured “drained" strength. Géotechnique 1954; 4(1):6-15.

[35] Sultan N, Delage P, Cui YJ. Comportement thermomécanique de l'argile de Boom. Comptes Rendus de l’Académie des Sciences, Series IIB, Mechanics 2000; 328(6):457-463.