



**HAL**  
open science

# Caractérisation géomécanique de la dégradation des roches sous l'effet de l'injection de gaz acides

Minh Tuan Nguyen

► **To cite this version:**

Minh Tuan Nguyen. Caractérisation géomécanique de la dégradation des roches sous l'effet de l'injection de gaz acides. Matériaux. Université Paris-Est, 2012. Français. ⟨NNT : 2012PEST1032⟩. ⟨pastel-00730840⟩

**HAL Id: pastel-00730840**

**<https://pastel.hal.science/pastel-00730840v1>**

Submitted on 11 Sep 2012

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.



HAL Authorization

# THÈSE DE DOCTORAT

présentée pour l'obtention du diplôme de

**Docteur**

de l'Université Paris-Est

**Spécialité : Géomatériaux**

Présentée et soutenue par

**Minh Tuan NGUYEN**

**Caractérisation géomécanique de la dégradation  
des roches sous l'effet de l'injection de gaz acides**

soutenue le 29 mai 2012

devant le jury composé de :

<b>Albert GIRAUD</b> , Laego École de Géologie,	Rapporteur
<b>Frédéric SKOCZYLAS</b> , École Centrale de Lille,	Rapporteur
<b>Jian Fu SHAO</b> , Laboratoire de Mécanique de Lille,	Examineur
<b>Jolanta LEWANDOWSKA</b> , Université Montpellier 2,	Examineur
<b>Elisabeth BEMER</b> , IFP Energies nouvelles,	Examineur
<b>Luc DORMIEUX</b> , Laboratoire NAVIER - ENPC,	Directeur de thèse



*A mon amour Thao et mes parents*



# Remerciement

Je souhaite remercier Monsieur le Professeur Jian-Fu Shao, de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse ainsi que Messieurs les Professeurs Albert Giraud et Frédéric Skoczylas, d'avoir accepté la lourde tâche de rapporter mon mémoire de thèse et d'avoir suscité ma réflexion par leurs remarques constructives. Je remercie également Madame le Professeur Jolanta Lewandoska d'avoir participé à l'évaluation de ce travail de thèse.

Je voudrais maintenant exprimer toute ma profonde gratitude à mes encadrants Elisabeth Bemer et Luc Dormieux. Je voudrais remercier tout d'abord Elisabeth Bemer qui m'a accompagné au cours de trois longues années à L'IFPEN non seulement pour sa direction scientifique et sa patience, mais aussi, pour ses conseils sincères, sa confiance, l'encouragement inestimable qu'elle m'a accordé pendant ces années. J'ai appris d'elle la méthode de travail, la patience et le rigueur dans la recherche. Les expériences que j'ai acquises seront mes bagages accompagnés pour la suite dans ma vie professionnelle.

Je voudrais remercier vivement Luc Dormieux, mon directeur de thèse qui m'a beaucoup aidé au cours de ce travail de thèse. Sa rigueur scientifique, sa patience, son sens de la pédagogie et ses grandes qualités humaines m'ont particulièrement touché. Une grande partie de ce travail n'aurait pas abouti sans la direction et le soutien de mon directeur de thèse. J'ai vraiment eu la chance de travailler avec Elisabeth Bemer et Luc Dormieux.

Je voudrais exprimer également le plaisir que j'ai eu à travailler au sein du département de l'Ingénierie de réservoir- IFP Energies nouvelles. Trois ans n'est pas une longue période mais est suffisant pour laisser dans mon esprit des souvenirs inoubliables avec les personnes qui j'ai eu l'occasion de travailler, de discuter, de partager les expériences dans le travail ainsi que dans la vie quotidienne.

Je voudrais s'adresser mes sincères remerciements à Danilo, Ludwig, Marie-Claude, Jean Mark, Françoise et Valérie, en particulièrement Ludwig, qui ont contribué une grande partie à mes travaux expérimentales de thèse. Merci également Benoit, Jean, Jack et Jean-Luc pour leurs partages d'expériences, leur conseils, leurs rigolos. Grâce à vous tous, mes compétences et connaissances de laboratoires, de langue française se sont développées.

Je souhaite m'adresser également ma sincère remerciement à tous les personnes dans l'équipe géomécanique (Elisabeth, Jean-François, Jérémy, Virginie, Ludwig, Valérie et Hong) avec qui j'ai partagé des cafés, des repas, des événements et des fous rires consécutifs, qui resteront inoubliables. Je remercie spécialement Jean-François Nauroy pour ses aides, ses conseils et ses gentillesse pendant toute ma période à l'IFPEN.

Je voudrais aussi profiter de cette page pour témoigner ma reconnaissance aux secrétaires et ancienne secrétaires Myriam, Sylvie, Delphine, en particulièrement Myriam, qui ont contribué à rendre mes séjours à l'IFPEN les plus facile et agréable. Je remercie également Marie-Françoise,

secrétaire de l'équipe Multi-échelle pour ses accompagnons dans tous les démarches administratives au cours de mon passage à l'école.

Merci à tout le bande de thésards de l'IFPEN et de l'ENPC avec qui j'ai déjeuné pendant trois années et six mois. Je remercie spécialement Maximilien Siavelis, mon meilleur copain, qui m'a expliqué avec sa passion tous mes problèmes mathématiques, mécaniques, aussi, grâce à lui, j'ai découvert des merveilles du monde informatique.

Ce n'est pas facile d'exprimer tous mes reconnaissances à tous les gens j'ai eu la chance de connaître au cours de ces dernières années. Je voudrais dire pour encore une fois à tous MERCI.

## Résumé

Ce travail de thèse combine des approches expérimentales et théoriques visant à caractériser l'impact des effets géomécaniques lors de l'injection de CO<sub>2</sub> dans une formation de calcaire. La première partie est consacrée à l'étude expérimentale, à l'échelle de l'échantillon, des évolutions des propriétés pétrophysiques et géomécaniques du calcaire étudié sous l'effet de l'altération chimique. L'évolution de la microstructure de la roche est également étudiée dans le but de comprendre les phénomènes observés à l'échelle macroscopique. La deuxième partie vise à définir, par approche micromécanique, un modèle de comportement géomécanique prenant en compte la dégradation des propriétés mécaniques de la roche carbonatée sous l'effet de l'attaque acide. L'élasticité et la résistance de la roche ont été modélisées et validées par les données expérimentales.

**Mots-clés** : Carbonate, roche, essai triaxial, altération chimique, homogénéisation, élasticité, résistance à la rupture.

---

## Abstract

This work composed of both experimental and theoretical studies aims at the characterization of carbonate rocks geomechanical evolution during CO<sub>2</sub> injection. The first part of the study deals with the experimental work in order to characterize the petrophysical and geomechanical evolution of carbonate rock under chemical effect. Microstructure evolution has been investigated, in order to provide a better understanding of the observed phenomena at the macroscopic scale. The aim of the last part is to derive macroscopic properties of carbonate rock in framework of a micromechanical approach. The elastic moduli and effective strength in both intact and altered states have been computed and are compared with experimental data.

**Keywords** : Carbonate rock, triaxial test, chemical alteration, homogenization, elastic moduli, strength.



# Table des matières

<b>Introduction générale</b>	<b>5</b>
<b>I Étude expérimentale</b>	<b>7</b>
<b>1 Impact de l'injection de CO<sub>2</sub> sur les roches réservoir carbonatées</b>	<b>9</b>
1.1 Changement climatique et stockage géologique du CO <sub>2</sub>	11
1.1.1 Options de stockage du CO <sub>2</sub>	11
1.1.2 Mécanismes de piégeage	13
1.2 Effets de l'injection de CO <sub>2</sub> sur les roches réservoir	14
1.2.1 Phénomènes observés sous l'effet de l'injection de CO <sub>2</sub>	14
1.2.2 Évolution des propriétés pétrophysiques	17
1.2.3 Modification de la microstructure	20
1.2.4 Évolution des propriétés mécaniques	21
1.3 Méthode d'altération homogène	23
1.3.1 Méthode d'altération par acidification rapide	23
1.3.2 Méthode d'altération chimique par acide retard	24
1.3.3 Conclusion	32
<b>2 Dispositif expérimental et procédure d'essais</b>	<b>35</b>
2.1 Méthodologie pour la caractérisation pétrophysique	37
2.1.1 Mesure de la porosité	37
2.1.2 Résonance Magnétique Nucléaire (RMN)	39
2.1.3 Tomographie RX sur scanner médical	41
2.1.4 Porosimétrie par injection de mercure	42
2.2 Méthode d'altération homogène	43
2.2.1 Essai d'altération homogène	43
2.2.2 Mesure de la perméabilité	45
2.3 Principe et analyse des résultats d'un essai triaxial	46
2.3.1 Modules élastiques drainés	48
2.3.2 Résistance à la rupture	49

<b>3</b>	<b>Résultats expérimentaux</b>	<b>53</b>
3.1	Étude expérimentale à l'échelle de l'échantillon . . . . .	55
3.1.1	Méthodologie expérimentale . . . . .	55
3.1.2	Programme expérimental et sélection des échantillons . . . . .	56
3.1.3	Évolution des propriétés pétrophysiques sous l'effet de l'altération chimique	62
3.1.4	Évolutions des modules élastiques . . . . .	67
3.1.5	Évolution de la résistance à la rupture . . . . .	71
3.1.6	Évolution du comportement avant rupture . . . . .	79
3.2	Évolution de la microstructure sous l'effet de l'altération chimique . . . . .	83
3.2.1	Description de la microstructure du calcaire d'Euville . . . . .	83
3.2.2	Porosimétrie au mercure . . . . .	84
3.2.3	Résonance magnétique nucléaire . . . . .	98
3.2.4	Discussion . . . . .	100
3.3	Essai de nano-indentation . . . . .	101
3.3.1	Principe de base de la technique . . . . .	101
3.3.2	Module d'élasticité . . . . .	102
3.3.3	Échantillon à l'état altéré . . . . .	106
3.3.4	Conclusion . . . . .	108
3.4	Estimation de la fraction volumique de chacune des phases dans le milieu . . . .	109
3.4.1	Mesure de la fraction volumique des espaces macroporeux et microporeux	109
3.4.2	Mesure des fractions volumiques du ciment syntaxial et des lithoclastes .	111
3.4.3	Conclusion . . . . .	113
<b>II</b>	<b>Modélisation par approche micromécanique</b>	<b>115</b>
<b>4</b>	<b>Méthode de changement d'échelle</b>	<b>117</b>
4.1	Méthodologie de l'homogénéisation . . . . .	120
4.1.1	Représentation . . . . .	120
4.1.2	Localisation . . . . .	120
4.1.3	Homogénéisation . . . . .	123
4.1.4	Bornes classiques du tenseur d'élasticité homogénéisé . . . . .	123
4.2	Méthode d'estimation . . . . .	125
4.2.1	Premier problème d'Eshelby (problème de l'inclusion) . . . . .	125
4.2.2	Deuxième problème d'Eshelby (problème de l'inhomogénéité) . . . . .	126
4.3	Moyenne des déformations dans la phase solide . . . . .	128
4.4	Critère de résistance . . . . .	130
4.4.1	Caractéristiques des matériaux . . . . .	130
4.4.2	Critère de résistance macroscopique . . . . .	131

4.4.3	Détermination de $\partial G^{hom}$ . . . . .	132
4.4.4	Critère de la phase solide fonction des deux premiers invariants . . . . .	132
4.4.5	Principe de l'homogénéisation non linéaire . . . . .	133
4.4.6	Critère de von Mises . . . . .	134
<b>5</b>	<b>Homogénéisation linéaire</b> . . . . .	<b>139</b>
5.1	Description de la microstructure . . . . .	141
5.2	Description du problème . . . . .	142
5.3	Homogénéisation à l'échelle mésoscopique . . . . .	143
5.3.1	Schéma auto-cohérent . . . . .	144
5.4	Homogénéisation à l'échelle microscopique . . . . .	147
5.5	Attaque chimique . . . . .	148
5.6	Paramètres d'entrée du modèle . . . . .	149
5.7	Application . . . . .	151
5.8	Conclusion . . . . .	157
<b>6</b>	<b>Résistance du calcaire d'Euville</b> . . . . .	<b>159</b>
6.1	Problème élastique linéaire . . . . .	162
6.1.1	Moyenne quadratique des déformations . . . . .	163
6.1.2	Dérivation des modules homogénéisés par rapport à $\mu_c$ et $k_c$ . . . . .	164
6.2	Critère de von Mises . . . . .	166
6.2.1	Homogénéisation à l'échelle microscopique . . . . .	166
6.2.2	Homogénéisation à l'échelle mésoscopique . . . . .	167
6.2.3	Application . . . . .	170
6.2.4	Conclusion . . . . .	175
6.3	Critère de Drucker Prager . . . . .	177
6.3.1	Homogénéisation à l'échelle microscopique . . . . .	177
6.3.2	Homogénéisation à l'échelle mésoscopique . . . . .	177
6.3.3	Critère macroscopique . . . . .	186
6.3.4	Application . . . . .	188
6.3.5	Conclusion . . . . .	194
<b>7</b>	<b>Limite d'élasticité du calcaire d'Euville</b> . . . . .	<b>195</b>
7.1	Critère de von Mises . . . . .	198
7.1.1	Homogénéisation à l'échelle microscopique . . . . .	198
7.1.2	Homogénéisation à l'échelle mésoscopique . . . . .	201
7.1.3	Application . . . . .	203
7.2	Critère Drucker-Prager . . . . .	205
7.2.1	Homogénéisation à l'échelle microscopique . . . . .	205

7.2.2	Moyenne de la contrainte sphérique . . . . .	207
7.2.3	Homogénéisation à l'échelle mésoscopique . . . . .	207
7.2.4	Application . . . . .	209
7.3	Conclusion . . . . .	210

<b>Conclusions et perspectives</b>	<b>213</b>
A Mesure des modules élastiques	217
B Dérivation des modules homogénéisés par rapport à $\mu_c$ et $k_c$	225
Bibliographie	229
Table des figures	235
Listes des tableaux	241

# Introduction générale



Le stockage géologique du CO<sub>2</sub> apparaît comme l'un des moyens d'action incontournables de la lutte contre le réchauffement climatique induit par l'augmentation de la concentration dans l'atmosphère de ce gaz à effet de serre. Les problématiques spécifiques générées par l'injection de CO<sub>2</sub> dans un aquifère ou un réservoir déplété proviennent de la capacité de ce fluide à induire des réactions géochimiques avec les roches en place, susceptibles de remettre en cause l'injectivité et l'intégrité du site retenu.

Les études expérimentales de co-injection de CO<sub>2</sub> supercritique et de saumure dans des échantillons de carbonates conduisent à des profils de dissolution non homogènes : création de wormholes pour les forts débits d'injection ou profil de dissolution compacte proche de la face d'injection pour les faibles débits (Egermann et al., 2005). Les échantillons ainsi dégradés sont fortement hétérogènes et ne peuvent plus être considérés comme des volumes élémentaires représentatifs permettant de conduire une campagne de caractérisation des propriétés géomécaniques et pétroacoustiques des roches après altération chimique.

Une procédure d'altération homogène reposant sur l'utilisation d'un acide retard activé uniquement sous l'effet de la température a été mise au point à l'IFP Energies nouvelles (Egermann et al., 2006). Une observation des échantillons sous scanner avant et après altération montre des profils de porosité identiques avec une simple translation vers les porosités plus élevées. Cette procédure a été utilisée avec succès pour étudier l'effet d'une altération chimique sur les modules élastiques statiques et la résistance à la rupture d'échantillons de roches carbonatées.

Les études conduites dans le cadre du projet ANR GéoCarbone-INJECTIVITE et portant sur deux carbonates représentatifs du Bassin de Paris (Calcaire du Comblanchien et Calcaire de Lavoux) ont montré une diminution de la raideur et de la résistance à la rupture sous l'effet de l'altération chimique supérieure à ce qui serait attendu pour des échantillons naturels de même écart de porosité qu'entre les échantillons sains et altérés (Bemer et Lombard, 2009; Bemer et al., 2004). Ces résultats restent néanmoins insuffisants pour définir une loi de comportement adaptée. En particulier, les mesures de porosité seules semblent insuffisantes pour prendre en compte l'ensemble des phénomènes qui impactent ensuite sur les propriétés mécaniques.

Ce travail de thèse combine des approches expérimentales et théoriques visant à permettre la caractérisation de l'impact des effets géomécaniques lors de l'injection de CO<sub>2</sub> dans une formation de calcaire. Plusieurs objectifs étaient poursuivis en parallèle :

- disposer d'une nouvelle série de données concernant l'évolution des propriétés géomécaniques d'une roche calcaire sous l'effet d'une altération chimique ;
- caractériser l'impact de l'altération chimique sur la microstructure de la roche ;
- définir un modèle de comportement géomécanique via une approche par homogénéisation prenant en compte la dégradation des propriétés mécaniques de la roche carbonatée sous l'effet de l'attaque acide.

La partie I est consacrée à la caractérisation expérimentale de l'impact de l'altération chimique sur les propriétés hydromécaniques (pétrophysiques et géomécaniques) et la microstruc-

ture du calcaire étudié. Elle comprend 3 chapitres.

Le chapitre 1 est une synthèse bibliographique portant sur les études au laboratoire de l'influence de l'injection d'une solution acide (co-injection de  $\text{CO}_2$  et de saumure, injection d'une saumure chargée en  $\text{CO}_2$  et d'acide retard) sur les propriétés pétrophysiques et géomécaniques de roches réservoir.

Le chapitre 2 présente les dispositifs expérimentaux utilisés dans le cadre de ce travail ainsi que les procédures d'essais correspondantes.

Le chapitre 3 présente la méthodologie suivie pour caractériser l'évolution des propriétés pétrophysiques et géomécaniques sous l'effet d'une altération chimique. Il fournit également les informations obtenues sur la microstructure de la roche qui serviront de base à la mise en oeuvre l'approche par homogénéisation.

La partie II, composée de quatre chapitres, est consacrée à l'approche micromécanique suivie pour définir un modèle de comportement géomécanique prenant en compte la dégradation des propriétés mécaniques de la roche carbonatée sous l'effet de l'attaque acide.

Le chapitre 4 reprend les éléments clés des méthodes d'homogénéisation. On présente brièvement les bases de l'homogénéisation linéaire et les schémas d'homogénéisation utilisés dans cette étude pour calculer les propriétés élastiques macroscopiques. On décrit ensuite les approches dédiées à la détermination des critères de résistance macroscopiques.

Dans le chapitre 5, on décrit la morphologie au sens d'une approche par homogénéisation, adaptée à la microstructure de la roche étudiée. En s'appuyant sur la morphologie ainsi définie, on propose un schéma d'homogénéisation permettant de prédire l'évolution des propriétés élastiques de cette roche sous l'effet de l'altération chimique.

Les chapitres 6 et 7 sont consacrés à la définition des critères de rupture macroscopiques du calcaire étudié. Deux critères microscopiques locaux sont envisagés : von Mises et Drucker Prager. Dans le chapitre 6, la technique d'homogénéisation non-linéaire est utilisée pour définir le critère macroscopique de rupture ductile. Le chapitre 7 développe un modèle de limite d'élasticité à partir d'un critère de fragilité local pour représenter le comportement macroscopique dans le cas d'une rupture fragile.

# Notations

On définit ici les principales notations utilisées dans ce mémoire pour faciliter la lecture.

## Notations utilisées dans la partie II

$\mathbf{1}$  : tenseur d'identité d'ordre 2

$\mathbb{I}$  : tenseur d'identité d'ordre 4

$\mathbb{J}$  : projection sphérique de  $\mathbb{I}$

$\mathbb{K}$  : projection déviatorique de  $\mathbb{I}$

$\underline{\mathbf{A}}$  : tenseur d'ordre 1

$\mathbf{A}$  : tenseur d'ordre 2

$\mathbb{A}$  : tenseur d'ordre 4

$\text{tr}(\mathbf{A})$  : trace de  $\mathbf{A}$

$\mathbf{A}_d$  : déviateur de  $\mathbf{A}$

$A_m$  : intensité la partie sphérique de  $\mathbf{A}$ ,  $A_m = \text{tr}(\mathbf{A})/3$

$A_d$  : intensité la partie déviatorique de  $\mathbf{A}$ ,  $A_d = \sqrt{1/2 \mathbf{A}_d : \mathbf{A}_d}$

$\mathbb{C}^{-1}$  : inverse d'un tenseur d'ordre 4

$\text{div}(\mathbf{A})$  : divergence d'un tenseur d'ordre 2

$\Omega$  : domaine occupé par le VER (volume élémentaire représentatif)

$\bar{a}^\Omega$  : moyenne d'une grandeur  $a$  dans un domaine  $\Omega$

$\mathbb{C}_c$  : tenseur de rigidité de la couche d'interphase microporeuse à l'échelle mésoscopique

$\mathbb{C}_{noy}$  : tenseur de rigidité du noyau de calcite à l'échelle mésoscopique

$\mathbb{C}_s$  : tenseur de rigidité de la phase solide de la couche microporeuse à l'échelle microscopique

$k_c$  : module de compressibilité de la couche d'interphase microporeuse à l'échelle mésoscopique

$\mu_c$  : module de cisaillement de la couche d'interphase microporeuse à l'échelle mésoscopique

$k_{noy}$  : module de compressibilité du noyau de calcite à l'échelle mésoscopique

$\mu_{noy}$  : module de cisaillement du noyau de calcite à l'échelle mésoscopique

$f$  : fraction volumique de l'espace mésoporeux

$f_c$  : fraction volumique de la couche microporeuse

$\phi$  : porosité de la couche microporeuse

$\Phi$  : porosité par pesée

## Notations utilisées dans la partie I

Comme certaines conventions sont différentes entre la mécanique des roches et la mécanique des milieux continus. Dans cette partie, on utilise :

$K_o$  : module de d'incompressibilité drainé macroscopique ( $k_{ac}$ )

$G$  : module de cisaillement macroscopique ( $\mu_{ac}$ )

Première partie  
Étude expérimentale



# Chapitre 1

## Impact de l'injection de CO<sub>2</sub> sur les roches réservoir carbonatées

### Sommaire

---

<b>1.1</b>	<b>Changement climatique et stockage géologique du CO<sub>2</sub></b>	<b>11</b>
1.1.1	Options de stockage du CO <sub>2</sub>	11
1.1.2	Mécanismes de piégeage	13
<b>1.2</b>	<b>Effets de l'injection de CO<sub>2</sub> sur les roches réservoir</b>	<b>14</b>
1.2.1	Phénomènes observés sous l'effet de l'injection de CO <sub>2</sub>	14
1.2.2	Évolution des propriétés pétrophysiques	17
1.2.3	Modification de la microstructure	20
1.2.4	Évolution des propriétés mécaniques	21
<b>1.3</b>	<b>Méthode d'altération homogène</b>	<b>23</b>
1.3.1	Méthode d'altération par acidification rapide	23
1.3.2	Méthode d'altération chimique par acide retard	24
1.3.3	Conclusion	32

---



## 1.1 Changement climatique et stockage géologique du CO<sub>2</sub>

La consommation mondiale d'énergie a beaucoup augmenté au cours des dix dernières années et on estime la croissance de cette demande à 70% entre 2000 et 2030 (IEA, 2009). Dans ce contexte, les énergies fossiles telles que le pétrole, le gaz et le charbon, continuent à jouer un rôle important et dominant. Cette croissance conduit à une augmentation des émissions de gaz à effet de serre, qui sont les grands responsables du réchauffement climatique.

Face à cette situation, plusieurs solutions sont envisagées pour parvenir à une réduction sensible des émissions de CO<sub>2</sub> : la maîtrise de l'énergie, le développement d'énergies avec un meilleur bilan carbone, en particulier les énergies renouvelables, et le développement de la filière capture/stockage du CO<sub>2</sub>. D'importants travaux sont actuellement conduits sur la filière capture/stockage géologique du CO<sub>2</sub> en raison des importantes possibilités de stockage dans le sous-sol, notamment dans les bassins sédimentaires (Bradshaw et al., 2007).

Dans le cadre d'un stockage géologique, le CO<sub>2</sub> est injecté sous forme supercritique dans une roche réservoir. Le stockage du CO<sub>2</sub> doit être prévu sur des durées suffisamment longues pour couvrir au minimum la période pendant laquelle les concentrations de gaz à effet de serre demeureront critiques. Le stockage géologique pose des problèmes complexes, en particulier pour garantir la fiabilité des stockages sur le très long terme et pour apprécier son impact environnemental.

Les réservoirs potentiels de stockage du CO<sub>2</sub> doivent répondre à de nombreux critères, notamment :

- une porosité, une perméabilité et une capacité de stockage suffisantes ;
- la présence d'une couche écran imperméable, appelée couverture, empêchant le CO<sub>2</sub> de remonter vers des aquifères d'eau potable et à terme vers la surface ;
- la présence de structures pièges, comme une couverture en forme de dôme, contrôlant la migration latérale du CO<sub>2</sub> dans la formation de stockage ;
- une profondeur de plus de 800 mètres, où la pression et la température sont suffisamment élevées pour permettre le stockage du CO<sub>2</sub> sous forme de fluide dense et maximiser ainsi la quantité stockée ;
- l'absence d'eau potable : le CO<sub>2</sub> ne doit pas être injecté dans les eaux propres à la consommation et aux activités humaines.

### 1.1.1 Options de stockage du CO<sub>2</sub>

Le stockage géologique est envisagé selon trois options (cf. Figure 1.1) :

- le stockage dans des gisements de pétrole et de gaz naturel ;
- le stockage dans des gisements de charbons inexploités ;
- le stockage en aquifères profonds.

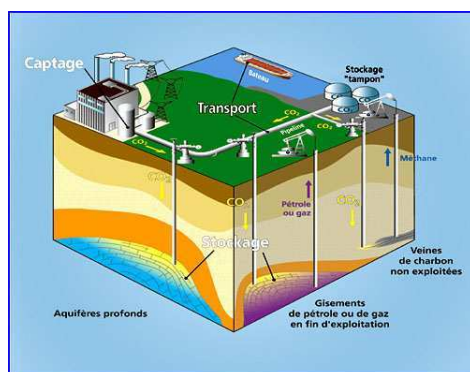


Figure 1.1 – Stockage géologique du CO<sub>2</sub> (IFPEN)

### 1.1.1.1 Stockage dans des gisements de pétrole et de gaz naturel

Dans ce type de stockage, le CO<sub>2</sub> est injecté dans des roches où le pétrole et le gaz ont été exploités ou sont en voie d'épuisement. Cette option est a priori la plus facile à mettre en oeuvre puisque ces structures ont retenu du pétrole et du gaz pendant des millions d'années et que ce milieu géologique est bien connu.

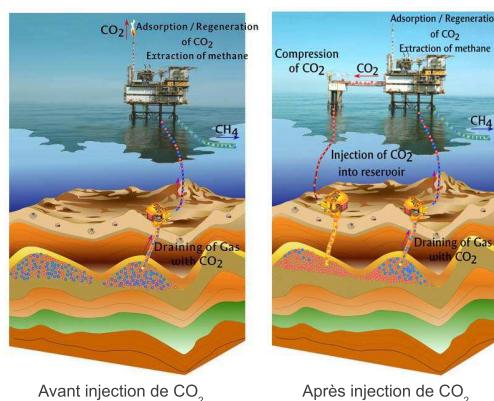


Figure 1.2 – Processus d'amélioration de récupération du gaz naturel (GDF., 2005)

Les techniques d'injection de CO<sub>2</sub> sont bien maîtrisées dans le monde pétrolier et utilisées comme des techniques avancées de récupération de pétrole et de gaz. Cependant, les volumes de stockage concernés sont relativement faibles par rapport aux autres options. La figure 1.2 présente le processus d'amélioration de récupération du gaz naturel par injection de CO<sub>2</sub>.

### 1.1.1.2 Stockage dans des gisements de charbons inexploités

Le charbon est un excellent absorbant de gaz. La majorité du gaz est absorbée dans la microporosité et une partie reste libre dans la macroporosité.

Le méthane est naturellement présent dans la microporosité du charbon. L'injection de CO<sub>2</sub> est capable de faire sortir le méthane de la microporosité et d'augmenter l'exploitation du gaz naturel. Pourtant cette option est limitée par la faiblesse de la porosité et de la perméabilité du charbon ainsi que par la difficulté à maîtriser ce processus.

### 1.1.1.3 Stockage en aquifères profonds

Les aquifères salins profonds représentent le plus gros potentiel en matière de capacité de stockage. Ce sont des réservoirs d'eau salée non potable, situés à de grandes profondeurs. Ils sont mieux répartis à la surface du globe que les gisements d'hydrocarbures. La grande difficulté de cette option est que ces structures sont peu connues, ce qui implique donc des campagnes lourdes et longues de vérification de la faisabilité du piégeage. Dans la suite de ce travail, nous nous intéresserons en priorité à cette option de stockage.

## 1.1.2 Mécanismes de piégeage

Lorsqu'il est injecté dans un réservoir, le CO<sub>2</sub> pénètre dans les pores de la roche, qui, dans le cas d'un aquifère profond, sont déjà remplis d'eau salée. Au fur et à mesure de l'injection du CO<sub>2</sub>, les mécanismes décrits ci-dessous commencent à entrer en action. Le premier est considéré comme le plus important, car il empêche le CO<sub>2</sub> de remonter à la surface. Les trois autres tendent à améliorer l'efficacité et la sécurité du stockage au fil du temps (BRGM, 2007).

### 1.1.2.1 *Accumulation sous la roche couverture (piégeage structural)*

Comme le CO<sub>2</sub> dense est plus léger que l'eau, il commence à remonter. Ce mouvement s'arrête quand le CO<sub>2</sub> rencontre la couverture de roche imperméable. Généralement composée d'argile ou de sel, cette couverture agit comme un piège, bloquant la remontée du CO<sub>2</sub> qui s'accumule alors en dessous de celle-ci.

### 1.1.2.2 *Immobilisation dans les pores (piégeage résiduel)*

Le piégeage résiduel se produit quand les pores de la roche réservoir sont si étroits que le CO<sub>2</sub> ne peut plus remonter, malgré la différence de densité avec l'eau environnante. Ce mécanisme se produit principalement pendant la migration du CO<sub>2</sub> et conduit généralement à l'immobilisation d'un faible pourcentage du CO<sub>2</sub> injecté en fonction des propriétés de la roche réservoir.

### 1.1.2.3 *Dissolution (piégeage par solubilité)*

Une petite partie du CO<sub>2</sub> injecté se dissout dans l'eau salée présente dans les pores. L'eau contenant du CO<sub>2</sub> dissous est plus lourde que celle qui n'en contient pas et a tendance à descendre vers le bas du réservoir. La vitesse de dissolution du CO<sub>2</sub> dans la saumure dépend de la surface de contact avec l'eau salée. De plus, la quantité qui va se dissoudre est limitée : elle ne peut pas dépasser la concentration à saturation du CO<sub>2</sub> dans l'eau salée. Toutefois, suite au mouvement descendant de l'eau contenant du CO<sub>2</sub>, l'eau salée est continuellement renouvelée, ce qui augmente donc la quantité de CO<sub>2</sub> qui peut être dissoute. Ces mécanismes sont relativement lents car ils ont lieu dans l'étroitesse des pores. Dans le cadre du projet Sleipner, le CO<sub>2</sub> supercritique a été injecté dans la formation de grès peu consolidés d'Utsira. Des estimations réalisées indiquent qu'environ 15% du CO<sub>2</sub> injecté est dissous au bout de 10 années d'injection (Chadwick et al., 2006).

## 1.2 Effets de l'injection de CO<sub>2</sub> sur les roches réservoir

Les roches réservoir admissibles sont en majorité des grès ou des carbonates. Les problématiques générées par l'injection de CO<sub>2</sub> dans un réservoir proviennent de la capacité de ce fluide à induire des réactions géochimiques avec les roches en place (réservoir et couverture). Des travaux expérimentaux ont été conduits pour étudier les impacts de l'injection de CO<sub>2</sub> sur différents types de roche réservoir (Brosse et al., 2005; Egermann et al., 2005; Izgec et al., 2008; Luquot et Gouze, 2009; Noiriél et al., 2005). Les roches calcaires sont les plus sensibles à l'injection de solutions acides. Nous nous focaliserons donc essentiellement sur les effets de l'injection de CO<sub>2</sub> sur les carbonates.

L'injection de CO<sub>2</sub> affecte les propriétés pétrophysiques ainsi que les propriétés géomécaniques des roches réservoir. L'impact de l'injection de CO<sub>2</sub> sur les propriétés mécaniques a fait l'objet de moins d'études que celui sur les propriétés pétrophysiques. La difficulté majeure provient de la dissolution non homogène de la roche réservoir en contact avec le fluide acide injecté, qui empêche de conduire une campagne de caractérisation expérimentale des propriétés mécaniques des roches altérées. Nous présentons au paragraphe 1.3 une méthode expérimentale originale qui permet une caractérisation globale des effets pétrophysiques et géomécaniques.

### 1.2.1 Phénomènes observés sous l'effet de l'injection de CO<sub>2</sub>

L'injection d'une quantité massive de CO<sub>2</sub> dans un réservoir conduit à d'importants déséquilibres thermodynamiques qui déclenchent des mécanismes d'interactions roche-fluides. Le CO<sub>2</sub> se dissout dans la saumure, puis forme un acide faible (H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) réagissant avec les minéraux de la roche en place (calcaire, dolomite, anhydrite, etc...). La réaction chimique peut modifier significativement la structure poreuse et les propriétés hydromécaniques de la roche réservoir.

Les simulations numériques de l'injection de CO<sub>2</sub> supercritique à l'échelle d'un aquifère salin montrent le développement d'une zone asséchée aux abords du puits dans laquelle on rencontre quasiment uniquement le CO<sub>2</sub> à l'état gazeux (Andre et al., 2007). Une zone de transition avec une présence de CO<sub>2</sub> gazeux et de saumure est ensuite rencontrée avant de parvenir à une zone entièrement saturée en saumure de moins en moins chargée en CO<sub>2</sub> et atteindre enfin une zone intacte. Les phénomènes de dissolution et de précipitation se produisent essentiellement dans les deux zones intermédiaires (cf. Figure 1.3).

A l'échelle du laboratoire, des essais de co-injection d'un mélange de saumure et de CO<sub>2</sub> dans un échantillon de roche montrent que les phénomènes mis en jeu dépendent forcément des débits d'injection, de la composition des fluides acides ainsi que de la nature des roches (Egermann et al., 2005; Izgec et al., 2008; Luquot et Gouze, 2009).

Les roches calcaires ont fait l'objet de différentes études en particulier pour optimiser le débit d'injection d'acides pour la stimulation des réservoirs carbonatés (Wang et al., 1993).

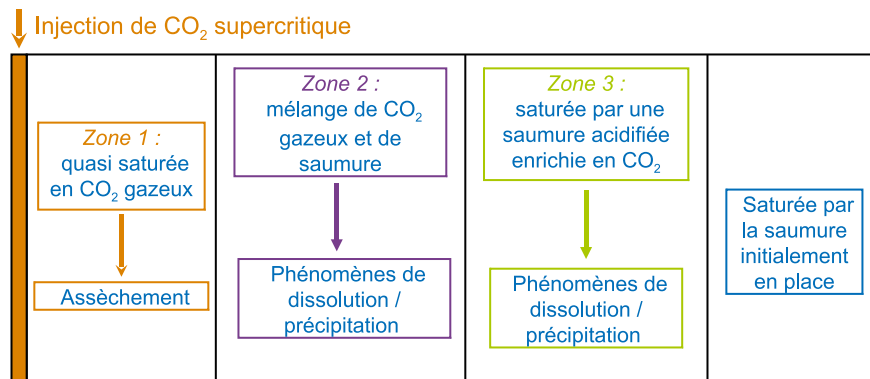


Figure 1.3 – Phénomènes attendus aux abords d’un puits injecteur de CO<sub>2</sub> .

L’injection d’une saumure saturée en CO<sub>2</sub> dans des échantillons de roches carbonatées montre que le profil de dissolution du calcaire est fonction du régime d’écoulement. Un fort débit d’injection crée des wormholes qui peuvent être transportés plus loin dans l’échantillon, alors qu’un profil de dissolution compact est formé pour un faible débit d’injection (Egermann et al., 2005). L’altération est alors localisée et n’est transportée que sur une petite distance par rapport à la surface d’injection (Lombard et al., 2010). La figure 1.4 illustre les deux principaux profils de dissolution observés sous l’effet de l’injection de CO<sub>2</sub> dans les carbonates (Egermann et al., 2005).

Les régimes de dissolution sont caractérisés par deux paramètres adimensionnels, le nombre de Peck et le nombre de Damköhler (cf. Figure 1.5) :

$$P_e = \frac{\nu_0 l}{D}, D_a = \frac{\kappa}{\nu_0}, P_e D_a = \frac{\kappa l}{D} \quad (1.1)$$

où  $\nu_0$  est la vitesse du fluide,  $l$  la longueur caractéristique de pore,  $D$  le coefficient de diffusion et  $\kappa$  la constante de réaction.



(a) Formation de wormholes (500 cm<sup>3</sup>/h)      (b) Dissolution compacte ( 2 cm<sup>3</sup>/h)

Figure 1.4 – Profils de dissolution observés sous l’effet de l’injection de CO<sub>2</sub> dans les carbonates.

Les fortes valeurs de  $P_e$  et  $P_e D_a$  correspondent à une dissolution non homogène par formation de wormholes, tandis que les faibles valeurs de  $P_e$  conduisent à une dissolution compacte. La dissolution homogène est a priori obtenue quand  $P_e D_a$  tend vers zéro (Egermann et al., 2005),

ce qui rend difficile la génération des conditions expérimentales nécessaires pour générer ce type de dissolution. Les régimes de dissolution observés à l'échelle du laboratoire sont donc principalement la formation de wormholes et la dissolution compacte.

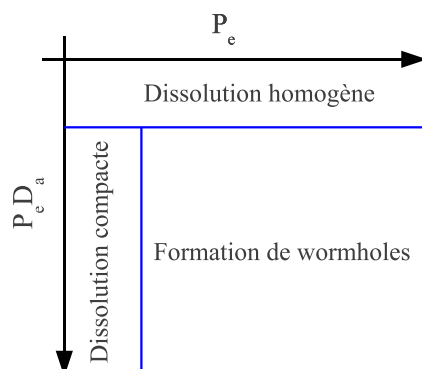


Figure 1.5 – Régime de dissolution en fonction du nombre de Pecket et du nombre Damköhler.

Noiriel et al. (2005) ont obtenu une dissolution homogène en injectant une saumure saturée en  $\text{CO}_2$  dans un petit échantillon de roche carbonatée. La roche étudiée est un calcaire quasiment pur, provenant de la région de Lérerville située dans le bassin de Paris. L'échantillon utilisé, de 9 mm de diamètre et de 21 mm de longueur, possède une porosité d'environ 27% et une perméabilité de 40 mD. La solution injectée a un pH de 4 et le débit d'injection est de l'ordre de  $300 \text{ cm}^3/\text{h}$ . Pour obtenir une dissolution homogène, l'injection a été poursuivie jusqu'à une porosité finale de 35%, soit une augmentation de porosité très importante de 8%. L'utilisation répétée de l'imagerie microtomographique à rayon X a permis d'observer le profil de dissolution qui s'est révélé homogène le long de l'échantillon. La taille de l'échantillon utilisé rend cependant difficile la caractérisation de l'évolution de ses propriétés.

Les mécanismes de dissolution intervenant à l'échelle des pores présentent trois étapes (Golfer et al., 2002; Lasaga, 1984) :

- le transport du fluide réactif vers la surface de réaction ;
- la réaction sur la surface du minéral ;
- le transport du produit de réaction en s'éloignant de la surface de réaction.

La cinétique de la réaction est principalement contrôlée par l'étape la plus lente. Le transport du fluide réactif vers la surface de réaction et le transport des produits de réaction en s'éloignant de la surface de réaction sont caractérisés par un même temps caractéristique : le temps caractéristique de transport. Si le temps caractéristique de transport est supérieur à celui de la réaction, la réaction est limitée par le transport : 'transport limited'. Dans le cas contraire, la réaction est limitée par la réaction : 'reaction limited' (Luquot et Gouze, 2009).

La composition du fluide injecté peut affecter la dissolution de la roche en évitant ou favorisant le développement de wormholes. Elle peut également modifier l'acidité des fluides en place et induire des phénomènes de précipitation (Egermann et al., 2005; Izgec et al., 2008).

La nature de la roche, caractérisée par sa composition minérale et sa microstructure, joue également un rôle clé. Une roche hétérogène peut ainsi former un chemin préférentiel pour le fluide acide (trou, wormhole) ou bien bloquer son écoulement (Egermann et al., 2005; Izgec et al., 2008).

## 1.2.2 Évolution des propriétés pétrophysiques

L'étude de l'influence de l'injection de CO<sub>2</sub> sur les propriétés pétrophysiques de la roche réservoir est une étape essentielle vers la maîtrise de l'injectivité du CO<sub>2</sub> dans le cadre du stockage géologique. La plupart des travaux s'appuie sur des expérimentations interprétées numériquement à l'échelle de la carotte afin de comprendre les différents mécanismes mis en jeu. L'étude numérique à l'échelle du réservoir de l'évolution des propriétés pétrophysiques sous l'effet de l'injection de CO<sub>2</sub> est encore limitée du fait de la difficulté de prise en compte de tous les phénomènes intervenant in situ.

### 1.2.2.1 Modification de la porosité

Dans le contexte du stockage du CO<sub>2</sub>, la porosité est un facteur clé caractérisant le potentiel du site en matière de capacité du stockage. L'étude de la variation de la porosité sous l'effet de l'injection de CO<sub>2</sub> a pour objectif de prévoir le comportement du réservoir à long terme.

Après une période d'injection de CO<sub>2</sub> supercritique, des simulations numériques d'écoulement réactif à l'échelle du réservoir montrent une zone asséchée proche du puits d'injection où se trouve uniquement du CO<sub>2</sub> supercritique (Andre et al., 2007). L'évaporation de l'eau dans cette zone conduit à une précipitation de minéraux susceptible de diminuer la porosité. Les interactions roche-fluides se produisent essentiellement dans les zones plus éloignées saturées d'abord par un mélange de CO<sub>2</sub> gazeux et de saumure, puis par une saumure chargée en CO<sub>2</sub>. Dans ces deux dernières zones, la porosité varie en fonction des phénomènes de dissolution ou de précipitation des minéraux. Il n'y a pas de variation de porosité dans la zone intacte où l'on rencontre uniquement la saumure d'origine. Les résultats de ces simulations doivent être considérés uniquement d'un point de vue qualitatif, les modèles d'écoulement réactif à l'échelle du site n'étant pas à ce jour totalement validés.

A l'échelle du laboratoire, la porosité varie en fonction du profil de dissolution qui dépend des conditions hydrodynamiques, de la composition des fluides acides, ainsi que de la nature de roche.

Dans le cadre du projet ANR GéoCarbone-INJECTIVITE (Lombard et al., 2007), un mélange de CO<sub>2</sub> et de saumure équivalente à celle du Dogger a été injecté dans deux roches carbonatées : le calcaire de Lavoux Jaune et le calcaire du Comblanchien. Le calcaire de Lavoux Jaune est un calcaire quasiment pur, provenant d'un affleurement du Dogger. Il possède une porosité moyenne de l'ordre de 20% et une perméabilité moyenne de l'ordre de 200 mD. Le calcaire du Comblanchien provient du site de Charmottes dans le Bassin de Paris. Sa compo-

sition minéralogique est d'environ 85% de calcite, 5% de dolomite ferrifère et 10% de quartz. Il possède une porosité moyenne de l'ordre de 15% et une perméabilité moyenne de l'ordre de 10 mD (Bemer et Lombard, 2009). Différents débits d'injection ont été choisis dans le but de modéliser le comportement du réservoir dans différentes zones (un fort débit correspondant à une zone proche du puits et un faible débit à une zone plus loin du puits). L'observation du profil de porosité scanner avant et après traitement acide des échantillons montre plusieurs tendances qui dépendent du débit d'injection et de la nature de roche.

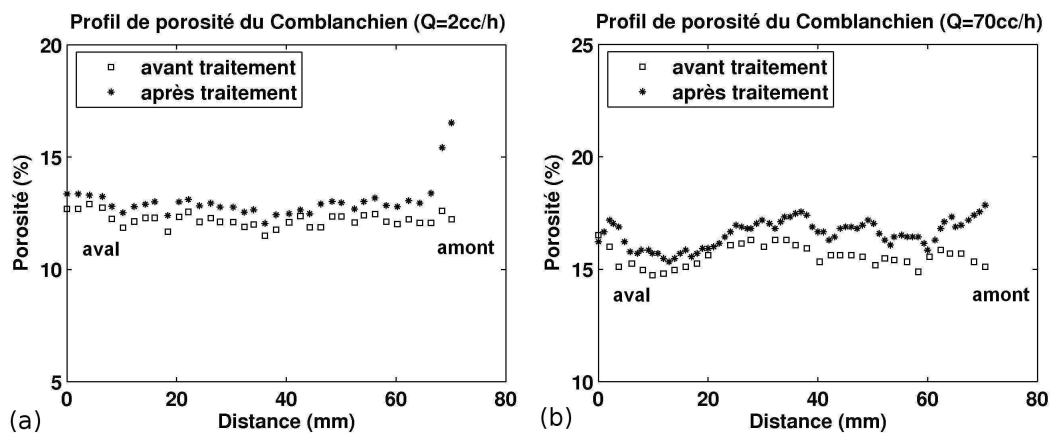


Figure 1.6 – Profil de porosité du calcaire du Comblanchien observé sous scanner avant et après injection de  $\text{CO}_2$  (Lombard et al., 2007)

La figure 1.6 présente les profils de porosité du calcaire du Comblanchien avant et après traitement acide pour deux niveaux de débit d'injection :  $2 \text{ cm}^3/\text{h}$  et  $70 \text{ cm}^3/\text{h}$ .

Le profil de porosité de l'expérience conduite à faible débit ( $Q_w = Q_{\text{CO}_2} = 2 \text{ cm}^3/\text{h}$ ) est singulier. Les images scanner montrent deux schémas de dissolution différents. On observe en entrée de percolation (amont) un schéma de type compact sur les 6 ou 7 premiers millimètres de l'échantillon. En aval de cette zone, le schéma de dissolution est plutôt de type uniforme et se traduit par une variation de porosité d'environ 0,7% sur l'ensemble de l'échantillon.

L'observation scanner après l'expérience conduite à un débit de percolation plus élevé ( $Q_w = Q_{\text{CO}_2} = 70 \text{ cm}^3/\text{h}$ ) montre un schéma de dissolution avec formation de wormholes. Les wormholes sont transportés sur environ 50 millimètres et semblent être atténués en sortie de carotte.

Dans le cas du calcaire de Lavoux Jaune, le profil de porosité scanner avant et après altération sur l'expérience conduite à forte débit ( $Q_w = Q_{\text{CO}_2} = 100 \text{ cm}^3/\text{h}$ ) montre que l'altération est localisée en amont de l'échantillon (cf. Figure 1.7b). Une observation des images scanner montre la formation de wormholes suivant les lignes de courant principales de l'écoulement. Dans le cas de l'expérience conduite à faible débit ( $Q_w = Q_{\text{CO}_2} = 5 \text{ cm}^3/\text{h}$ ), les images scanner montrent également une dissolution de type compacte localisée sur la face amont de l'échantillon.

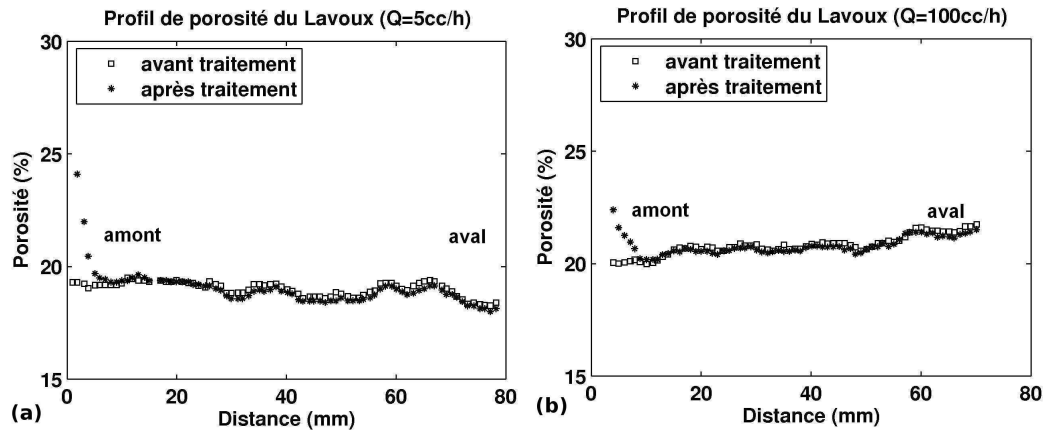


Figure 1.7 – Profil de porosité du calcaire de Lavoux observé sous scanner avant et après injection de CO<sub>2</sub> (Lombard et al., 2007)

L'influence de la nature de la roche apparaît nettement lorsque l'on compare l'altération des deux types de calcaire étudiés. L'attaque acide est restée principalement localisée à proximité de la surface d'injection pour le calcaire de Lavoux Jaune composé quasiment uniquement de calcite (cf. Figure 1.7). Elle a au contraire agi quasiment sur toute la longueur de l'échantillon pour le calcaire du Comblanchien dont la composition minéralogique est plus variée (cf. Figure 1.6).

L'évolution de la porosité d'une roche sous l'effet de processus de dissolution de minéraux a été étudiée par différents auteurs (Brosse et al., 2005; Izgec et al., 2008; Luquot et Gouze, 2009; Noiriel et al., 2009). La dissolution de la calcite est contrôlée par la surface réactive de la roche qui dépend de la surface spécifique des minéraux (Brosse et al., 2005), de la vitesse de la réaction (Kieffer et al., 1999), des conditions thermodynamiques et de la porosité (Luquot et Gouze, 2009). Brosse et al. (2005) ont proposé un modèle dans lequel la surface réactive est exprimée par le produit de la surface spécifique et d'un coefficient d'accessibilité aux sites réactifs.

### 1.2.2.2 Modification de la perméabilité

La perméabilité est une propriété intrinsèque de la roche qui dépend principalement de sa microstructure : la taille des pores, la distribution de la taille des pores et la connectivité des vides (Mavko et Nur, 1997). Elle est souvent évaluée à partir de la porosité en utilisant des lois puissance (Pape et al., 1999). Dans le contexte du stockage géologique du CO<sub>2</sub>, la perméabilité est un facteur clé qui contrôle le niveau d'injectivité et joue donc un rôle important sur l'efficacité du stockage.

La plupart des études portant sur la variation de la perméabilité sous l'effet de l'injection de CO<sub>2</sub> conduites à l'échelle du laboratoire montre que l'augmentation de la porosité n'entraîne pas systématiquement une augmentation de la perméabilité (Egermann et al., 2005; Izgec et al.,

2008; Luquot et Gouze, 2009).

Egermann et al. (2005) ont co-injecté de la saumure et du  $\text{CO}_2$  dans des échantillons de calcaire de Lavoux qui possèdent une porosité moyenne de 25% et une perméabilité moyenne de 5 mD. Les expériences ont été réalisées sous des conditions représentatives de celles du réservoir (pression de 300 bar et température de  $120^\circ\text{C}$ ). Deux saumures différentes ont été utilisées : la première a une composition assimilable à celle de l'eau de mer ; la deuxième a été préparée de la même façon que la première, mais sans ions  $\text{SO}_4^{2-}$ . Egermann et al. (2005) ont montré que la variation de la perméabilité dépend fortement des phénomènes de dissolution et de précipitation. Ils ont observé une augmentation de 20% de la perméabilité quand la saumure sans ions  $\text{SO}_4^{2-}$  est injectée dans l'échantillon. Par contre une diminution de 15% de la perméabilité a été observée quand les ions  $\text{SO}_4^{2-}$  sont présents dans la saumure injectée. Les deux essais ont été réalisés dans des conditions identiques avec un débit d'injection de  $500 \text{ cm}^3/\text{h}$ . La présence d'ions  $\text{SO}_4^{2-}$  dans la saumure injectée entraîne la re-précipitation des insolubles et conduit à une diminution de la perméabilité.

Luquot et Gouze (2009) ont proposé un modèle reliant la perméabilité à la porosité par une loi puissance en introduisant un paramètre de surface réactive intégrant les complexités de la microstructure ainsi que le régime de la réaction chimique. La diminution de la perméabilité est observée pour un régime limité par la réaction pour lequel des phénomènes de précipitation entrent probablement en jeu.

L'influence du déplacement des particules fines sur la perméabilité a été soulignée dans les travaux de Noiriél et al. (2005). Ils ont injecté de la saumure saturée en  $\text{CO}_2$  dans des échantillons de calcaire de Lérrouville, qui possède une porosité moyenne de 27% et une perméabilité de 40 mD. Noiriél et al. (2005) montrent que, sur un échantillon court d'environ 2 cm, les grains fins entraînés et déposés par l'écoulement peuvent être évacués et sortis de l'échantillon lorsque l'on continue à injecter le fluide, ce qui induit une augmentation de la perméabilité. Par contre, sur un échantillon relativement long, à l'intérieur duquel les grains fins restent bloqués, le déplacement des fines peut induire une chute de la perméabilité. La question demeurant ouverte est de savoir si ce phénomène de déplacement de fines affecte l'évolution de la perméabilité à l'échelle du site.

### 1.2.3 Modification de la microstructure

L'étude de la modification de la microstructure d'une roche sous l'effet de l'injection de  $\text{CO}_2$  constitue une étape importante pour expliquer l'évolution d'autres propriétés physiques. Ces études encore rares à l'heure actuelle sont conditionnées par l'accès à des outils puissants pour observer la microstructure sans détruire la roche. Les analyses par lames minces, microscanner, RMN (Résonance Magnétique Nucléaire) et MEB (microscopie électronique à balayage), sont les méthodes les plus utilisées, les analyses par RMN et microscanner présentant l'avantage d'être des techniques non destructives. Les échantillons destinés à l'observation au microscanner

doivent néanmoins être de petite taille (typiquement un diamètre d'environ 6 mm pour 7 mm de hauteur pour garantir une précision d'observation optimale).

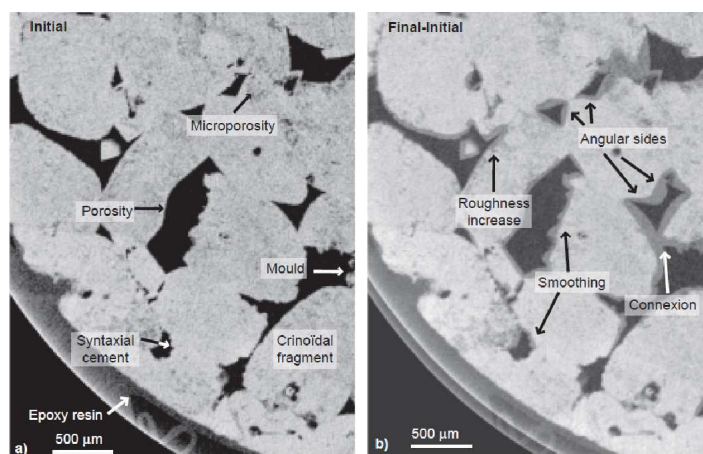


Figure 1.8 – Évolution de l'état de surface et de la taille des pores (Noiriel et al., 2005)

Dans une roche calcaire, l'arrivée d'eau acidifiée dans le milieu induit une dissolution de la calcite aux interfaces fluide-solide conduisant à une évolution de la microstructure de la roche. Noiriel et al. (2005) ont injecté de la saumure saturée en  $\text{CO}_2$  dans un échantillon de calcaire provenant de la région de Lérerville dans le bassin de Paris. L'utilisation répétée de l'imagerie microtomographique à rayons X leur a permis d'observer l'évolution de la taille des pores et la variation de la rugosité de la surface des minéraux en contact avec le fluide acide. Dans cette étude, l'échantillon altéré a vu une augmentation de porosité importante de l'ordre de 8% permettant d'obtenir une bonne analyse de l'évolution de la microstructure par l'imagerie microtomographique à rayon X. La figure 1.8 montre l'évolution de l'état de surface et de la taille des pores après l'essai d'injection de  $\text{CO}_2$ .

#### 1.2.4 Évolution des propriétés mécaniques

Un point clé pour le succès du stockage géologique du  $\text{CO}_2$  est d'assurer l'intégrité à long terme des formations géologiques ainsi que des puits d'injection. Les études de l'impact de l'injection de  $\text{CO}_2$  sur les propriétés géomécaniques des roches réservoir jouent ainsi un rôle essentiel pour garantir la fiabilité d'un tel stockage.

Les modifications des propriétés pétrophysiques au cours de l'injection de  $\text{CO}_2$  résultent de plusieurs phénomènes : la dissolution, le transport et la précipitation. La question posée est alors de déterminer si ces phénomènes peuvent conduire à des effondrements des réseaux de pores ou à d'autres mécanismes de déformation.

Les sites actuels d'injection de  $\text{CO}_2$  (Chadwick et al., 2006) ont pour objectif soit d'améliorer la récupération du pétrole : Weyburn au Canada (carbonate), Permian Basin aux États-Unis (carbonate), soit de tester les possibilités de stockage en aquifères salins profonds : Spleiner en Norvège (grès), Kalundborg au Danemark (grès), In Salah en Algérie (carbonate). Plusieurs

millions de tonnes de CO<sub>2</sub> ont été injectés dans ces réservoirs. Les exigences de fiabilité et de sûreté des sites de stockage nécessitent de caractériser la réponse géomécanique des roches en prenant en compte les effets spécifiquement induit par les phénomènes géochimiques entrant en jeu. La plupart des travaux récents étudient les interactions roche-fluide sous l'angle de leur effet sur les propriétés pétrophysiques des roches réservoir. Ce sont essentiellement des études à l'échelle du laboratoire portant sur les phénomènes de dissolution et de précipitation en présence de CO<sub>2</sub> et leur influence sur les propriétés pétrophysiques des carbonates. Le couplage chimie-mécanique reste un domaine d'étude encore peu exploré.

L'étude du comportement mécanique des roches sous l'effet d'une altération chimique a été abordée soit via des simulations numériques à l'échelle du réservoir (Vidal-Gilbert et al., 2009), soit expérimentalement à l'échelle du laboratoire (Bemer et Lombard, 2009; Gueguen et Bouteca, 1999; Le Guen et al., 2007; Liteanu, 2009). Les travaux s'orientent essentiellement sur l'accélération de la déformation des roches en présence d'un mélange de saumure et de CO<sub>2</sub>. Dans le travail de Le Guen (2006), la saumure saturée en CO<sub>2</sub> est injectée dans trois types de roche : le calcaire des Estailades, le calcaire de Lavoux et un grès à ciment carbonaté, avec différents niveaux de pression d'injection. La contrainte verticale, la pression de confinement et la température appliquée aux échantillons assurent des conditions similaires à celles du réservoir. Il s'agit dans cette étude d'essais triaxiaux à une pression confinement de 12 MPa et une température de 40°C. La déformation verticale des échantillons mesurée en cours d'essai par un capteur LVDT situé à l'extérieur de la cellule montre une compaction instantanée des échantillons lors de l'arrivée du fluide réactif. Pour les mêmes conditions d'essais, les échantillons de calcaire de Lavoux se déforment plus significativement que les échantillons de grès, ce qui s'explique simplement par la différence de composition minéralogique des deux roches. La solubilité et la cinétique de dissolution du quartz sont en effet nettement inférieures à celles de la calcite. L'arrivée du fluide dans les échantillons de carbonate déclenche donc des réactions chimiques plus rapides et de plus grande ampleur que l'arrivée de fluide dans les échantillons de grès (Le Guen, 2006).

Dans le travail de Bemer et Lombard (2009), une procédure expérimentale d'altération chimique homogène est proposée. L'objectif de cette procédure est de garantir un profil de dissolution homogène permettant de conserver un échantillon assimilable à un VER (Volume Élémentaire Représentatif) et de pouvoir ainsi étudier à l'appareil triaxial le comportement mécanique de la roche altérée. Trois roches carbonatées différentes ont été étudiées : deux roches réservoir et une roche située dans la zone transition entre le réservoir et la couverture. Les résultats seront détaillés dans le chapitre suivant afin de décrire précisément cette nouvelle technique qui s'avère prometteuse pour l'étude de l'influence du CO<sub>2</sub> sur les propriétés géomécaniques.

## 1.3 Méthode d'altération homogène

Les études expérimentales conduites à l'échelle du laboratoire jouent un rôle important dans la caractérisation du comportement mécanique des roches sous l'effet d'injection de CO<sub>2</sub>. Cependant, comme nous l'avons présenté au paragraphe précédent, la co-injection de CO<sub>2</sub> supercritique et de saumure dans des échantillons de carbonates conduit à des profils de dissolution non homogènes (création de wormholes pour les forts débits d'injection ou profil de dissolution compacte proche de la face d'injection pour les faibles débits), et ne permet donc pas d'obtenir des échantillons à même d'être considérés comme des volumes élémentaires représentatifs pour des campagnes expérimentales de caractérisation géomécanique. Il existe actuellement deux méthodes potentielles pour parvenir à une altération homogène de la structure poreuse :

- mise en place d'une solution passive qui est activée après l'injection (acide retard ou déclenchement d'une attaque par une action extérieure) (Egermann et al., 2006) ;
- mise en place extrêmement rapide de la solution acide pour qu'elle garde toute sa réactivité une fois dans l'espace poreux (Egermann, 2005).

Les deux méthodes ci-dessus qui n'utilisent pas directement du CO<sub>2</sub> ont été testées avec succès à l'IFP Energies nouvelles. La première n'implique pas de contraintes spécifiques sur la perméabilité et la longueur de l'échantillon. La seconde nécessite un échantillon de faible épaisseur et relativement perméable; elle n'est donc pas adaptée à une caractérisation des propriétés mécaniques après altération.

Dans le contexte du stockage géologique du CO<sub>2</sub>, le point essentiel est de savoir si les processus de dissolution homogène générés par ces méthodes sont représentatifs de ceux induits par l'injection de CO<sub>2</sub>. La zone de dissolution homogène attendue in situ loin du puits d'injection (Andre et al., 2007) pourrait notamment être modélisée par ces techniques. La comparaison de l'évolution des propriétés pétrophysiques et géomécaniques induites par injection de CO<sub>2</sub> et par altération homogène reste à conduire afin de garantir la représentativité de cette technique.

### 1.3.1 Méthode d'altération par acidification rapide

La méthode d'altération par acidification rapide repose sur la mise en place extrêmement rapide de la solution acide pour qu'elle garde toute sa réactivité une fois dans l'espace poreux. Le dispositif expérimental et les procédures associées sont détaillés dans (Egermann, 2005).

Les essais ont été conduits sur deux types de calcaire de Lavoux : un calcaire de Lavoux peu perméable (Lavoux roche fine) possédant une perméabilité moyenne de 2 mD et un calcaire de Lavoux plus perméable (Lavoux Jaune) de 470 mD. Les échantillons ont une longueur d'environ 2 cm (échantillon court) et un diamètre de 5 cm. La porosité de l'échantillon de Lavoux roche fine est de 22,9% et celle de l'échantillon de Lavoux Jaune est de 27,7%. Plusieurs cycles d'injection d'acide ont été réalisés.

Dans les deux cas, les essais ont montré une augmentation significative de la perméabilité

en fonction du nombre d'acidifications réalisées. Le taux d'augmentation dépend largement de l'échantillon utilisé. Huit cycles d'acidification ont conduit à une augmentation de perméabilité de 30% pour l'échantillon peu perméable et de 70% pour l'échantillon perméable, les augmentations de porosité associées étant similaires (respectivement de 1,6% et 1,8% en valeur absolue). Ces variations proviennent sans doute de la différence de structure poreuse du Lavoux roche fine et du Lavoux jaune. Au démontage, les échantillons ayant subi une acidification rapide ne présentent pas de wormholes. Un autre essai réalisé avec le même acide en procédant à une injection standard à un débit de  $500 \text{ cm}^3/h$  a bien conduit à la création de nombreux wormholes (cf. Figure 1.9).



Figure 1.9 – La dissolution de calcaire de Lavoux induit par altération homogène et par attaque acide standard (Egermann, 2005).

### 1.3.2 Méthode d'altération chimique par acide retard

Cette méthode d'altération repose sur l'injection d'un acide retard activé uniquement une fois en place dans le réseau poreux sous l'effet de la température. Le dispositif expérimental et les procédures associées ont été détaillés dans (Egermann et al., 2006). L'échantillon cylindrique (40 mm de diamètre pour 80 mm de longueur) est placé dans une cellule porte-échantillon et soumis à plusieurs cycles de traitement acide. Chaque cycle d'altération comporte trois étapes :

- un balayage de l'échantillon, déjà saturé par de la saumure à 5g/l en NaCl, par de l'acide retard (quantité injectée équivalente à environ trois fois le volume poreux estimé) ;
- une activation de l'acide retard sous  $60^\circ\text{C}$  ;
- un balayage de l'échantillon par de la saumure à 5g/l en NaCl.

Le niveau de dégradation final est contrôlé par le nombre de cycles subis par l'échantillon. La température d'activation de l'acide retard correspond à la température de séchage en étuve utilisée pour sécher tous les échantillons lors de la mesure de la porosité par pesée à l'état sec et à l'état saturé. L'ensemble des échantillons (intacts et altérés) a donc vu cette température et les différences de comportement observées ne peuvent donc pas être imputées à la température d'activation. Deux niveaux d'altération ont été étudiés : le premier est obtenu à l'issue de trois

cycles de traitement acide et le second à l'issue de six cycles de traitement acide.

Les études utilisant l'altération par acide retard présentées dans ce paragraphe ont été réalisées dans le cadre de deux projets ANR : GéoCarbone-INJECTIVITE (Lombard et al., 2010) et GéoCarbone-INTEGRITE (Fleury et al., 2010). L'objectif était d'étudier l'effet de l'injection de CO<sub>2</sub> sur le comportement mécanique de roches réservoir et couverture du Bassin de Paris. L'étude conduite dans le cadre du projet ANR GéoCarbone-INJECTIVITE portait sur deux roches carbonatées représentatives du bassin de Paris : le calcaire du Comblanchien et le calcaire de Lavoux Jaune. Le calcaire du Comblanchien provient du site de Charmottes situé dans le Bassin de Paris. Il a une porosité moyenne de  $14,7\% \pm 0,8\%$  et une perméabilité intrinsèque comprise entre 2 et 20 mD. Le calcaire de Lavoux Jaune provient d'un affleurement du Dogger et est considéré comme un analogue de l'Oolithe Blanche du Bassin de Paris. Il s'agit d'un calcaire quasiment pur avec une porosité moyenne variant entre 16% et 22% et une perméabilité intrinsèque comprise entre 150 et 250 mD.

Dans le cadre du projet ANR GéoCarbone-INTEGRITE, l'étude a été conduite sur des échantillons d'un calcaire compact provenant d'une zone de transition entre le réservoir et la couverture du site de Charmottes. Ce calcaire a une porosité moyenne de l'ordre de 5%. La faible perméabilité de cette formation, inférieure à 0,01 mD, fait d'elle à la fois un matériau d'étude intéressant pour l'adaptation des techniques d'essais standard aux milieux très peu perméables et une première barrière à la progression éventuelle du CO<sub>2</sub> vers les aquifères supérieurs vulnérables et à terme la surface.

### **1.3.2.1 Effet de l'acide retard sur les propriétés pétrophysiques**

#### **1.3.2.1.1 Effet sur les roches réservoir**

Deux niveaux d'altération ont été appliqués sur des échantillons des calcaires de Lavoux Jaune et du Comblanchien. On a observé sous scanner un profil de porosité similaire avant et après altération chimique avec une simple translation vers les porosités plus élevées (cf. Figure 1.11). Sur ces échantillons relativement perméables, trois cycles et six cycles de traitement à l'acide retard correspondent à une augmentation de porosité d'environ respectivement 1% et 2% (en valeur absolue), soit un gain respectif d'une et deux unités de porosité.

Les profils RMN avant et après altération de deux échantillons de calcaire du Comblanchien sont présentés sur la figure 1.10. Dans cette analyse, tout le signal inférieur à 260 microsecondes correspond à des artefacts de mesure et ne doit donc pas être considéré. Les résultats obtenus montrent une modification du profil des temps de relaxation de l'échantillon altéré par rapport au profil observé à l'état intact. L'interprétation est rendue difficile par les divers phénomènes qui entrent probablement en jeu :

- la création de petits pores rendant la proportion de gros pores moins importante ;
- des effets de surface des pores dont la rugosité peut avoir changé ;
- la précipitation d'espèces dans les pores.

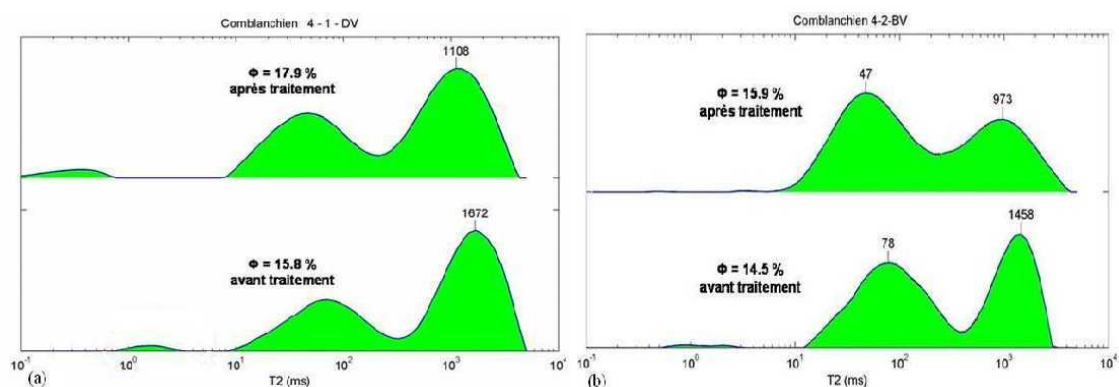


Figure 1.10 – Profils RMN des échantillons de Comblanchien 4-1 (a) et 4-2 BV (b) avant et après 6 cycles de traitement acide

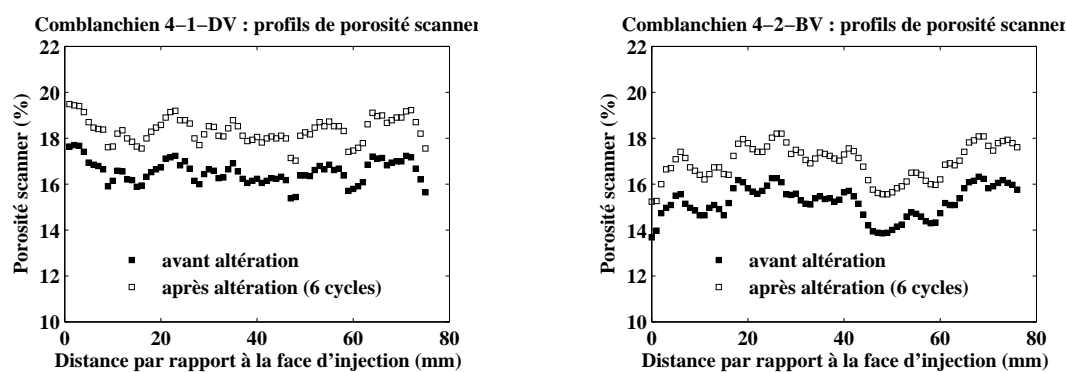


Figure 1.11 – Profil de porosité du calcaire du Comblanchien 4-1-DV et 4-2-DV avant et après traitement acide (Bemer et al., 2008)

Formation	Échantillon	Cycles	Gain en porosité après altération	Perméabilité avant altération	Perméabilité après altération
Comblanchien	4-1 dV	6 cycles	1,9%	17,2 mD	16,6 mD
Comblanchien	4-1 cV	6 cycles	1,9%	13,8 mD	16,7 mD
Comblanchien	4-2 bV	6 cycles	1,9%	2,9 mD	2,8 mD
Lavoux C1	9	4 cycles	1,5%	204,9 mD	182,9 mD
Lavoux C1	4	6 cycles	1,9%	173,8 mD	154,7 mD
Lavoux C2	5	3 cycles	1,0%	247,6 mD	227,3 mD
Lavoux C2	3	6 cycles	2,1%	166,3 mD	137,8 mD
Lavoux C2	A	3 cycles	1,1%	207,2 mD	218,7 mD
Lavoux C2	E	6 cycles	2,1%	251,9 mD	304,0 mD

Tableau 1.1 – Perméabilité des différents échantillons de calcaire du Comblanchien et de calcaire de Lavoux avant et après altération chimique

Le tableau 1.1 présente les données de perméabilité mesurées avant et après altération sur les différents échantillons de calcaire du Comblanchien et de calcaire Lavoux. Les résultats obtenus ne permettent pas de dégager une tendance claire. Après traitement acide, les échantillons peuvent notamment présenter une diminution de perméabilité, qui pourrait provenir du fait que l'attaque acide facilite la libération de très fines particules de roche qui pourraient être entraînées par l'écoulement et venir boucher les gorges de pores (cf. §1.2.2.2). Des essais complémentaires sont nécessaires pour caractériser l'évolution de la perméabilité qui constitue un paramètre clé pour l'injectivité du champ.

### 1.3.2.1.2 Effet sur les roches couverture

Les essais ont été conduits sur des échantillons provenant d'une zone de transition entre le réservoir et la couverture. Du fait de leur très faible perméabilité des roches couverture, la procédure de mise en place de l'acide retard a été modifiée pour éviter des temps d'essais trop importants. Deux points de la procédure d'altération ont été modifiés :

- la pression d'injection a été augmentée afin d'obtenir un débit plus important ;
- la phase de balayage à la saumure a été supprimée, ce qui revient à renouveler directement la solution d'acide retard après un retour à la température ambiante à l'issue de la phase d'activation à 60°C.



Figure 1.12 – Effets de bord générés par l'altération chimique sur les échantillons de la zone de transition (Bemer et Lombard, 2009)

On note que le passage de trois volumes poreux à travers l'échantillon le moins perméable (perméabilité à gaz = 0,1  $\mu$ D) nécessite des phases d'injection d'une durée de 5 jours. L'abandon de la phase de balayage à la saumure, qui permettait d'arrêter de façon propre le processus d'altération chimique, conduit à des effets de bord plus marqués (cf. Figure 1.12).

Une observation sous scanner des échantillons de la zone transition avant et après altération montre des profils de porosité présentant une simple translation vers des porosités plus élevées dans la zone centrale, mais avec une augmentation plus marquée au niveau des zones endommagées due à des effets de bord. La figure 1.13 présente les profils de porosité scanner de deux échantillons de la zone transition : 109-2-1 bV et 109-1-1 dV, qui ont subi 6 cycles de traitement acide. Les augmentations de porosité obtenues, 1,3% pour l'échantillon 109-1-1 dV et 1,5% pour

l'échantillon 109-2-1 bV, sont inférieures au gain de deux unités de porosité observé après six cycles de traitement à l'acide retard pour des roches carbonatées représentatives d'un réservoir (par nature plus poreuses et plus perméables).

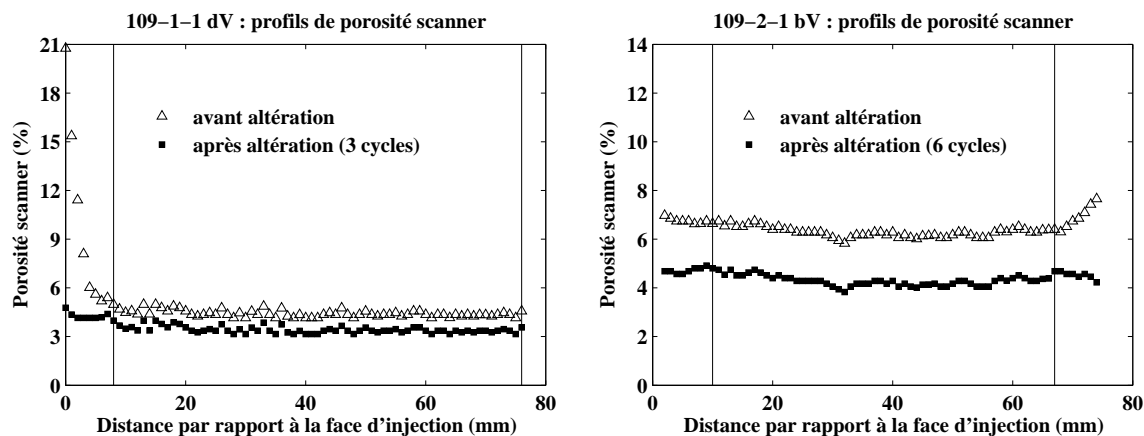


Figure 1.13 – Profil de porosité observés sous scanner avant et après altération chimique (Bemer et al., 2008)

La mesure de la perméabilité avant et après altération montre une diminution de la perméabilité sous l'effet de l'altération chimique, ce qui peut être attribué à un déplacement de fines (cf. §1.2.2.2). Des essais complémentaires restent nécessaires pour caractériser l'évolution de la perméabilité des roches couvertures, qui constitue un paramètre pétrophysique clé pour l'intégrité du champ.

### 1.3.2.2 Effet de l'acide retard sur les propriétés mécaniques

#### 1.3.2.2.1 Effet sur les roches réservoir

Des échantillons des calcaires du Comblanchien et de Lavoux Jaune intacts et altérés ont été préparés pour réaliser des essais triaxiaux. La procédure d'essais détaillée est présentée dans (Bemer et al., 2008). Différents niveaux de confinement sont nécessaires pour estimer un critère de rupture fragile de type Coulomb (Fjaer et al., 1992). Une pression de confinement effective de 12,7 MPa représentative des conditions in situ dans le bassin de Paris (Brosse et al., 2005) a été retenue comme pression de référence pour comparer les résistances à la rupture à différents degrés d'altération chimique.

Les comportements à la rupture observés sont typiques des carbonates. Les faibles confinements conduisent à une rupture de type fragile, caractérisée par un pic de contrainte déviatorique marqué et associée à une perte totale de la capacité de l'échantillon à reprendre le chargement axial exercé. Pour les confinements plus importants, le pic s'aplanit traduisant un comportement plastique de l'échantillon avant rupture. Le terme plastique renvoie ici à un comportement présentant des déformations irréversibles sans diminution des propriétés élastiques.

L'identification du point de rupture devient alors moins directe. A partir d'un certain niveau de confinement, la rupture devient ductile et l'on n'observe plus de maximum de contrainte déviatorique, l'échantillon conservant malgré son endommagement une certaine capacité à reprendre le chargement axial exercé. Le seuil de pression de confinement, qui distingue deux états de rupture, est appelé la pression de transition.

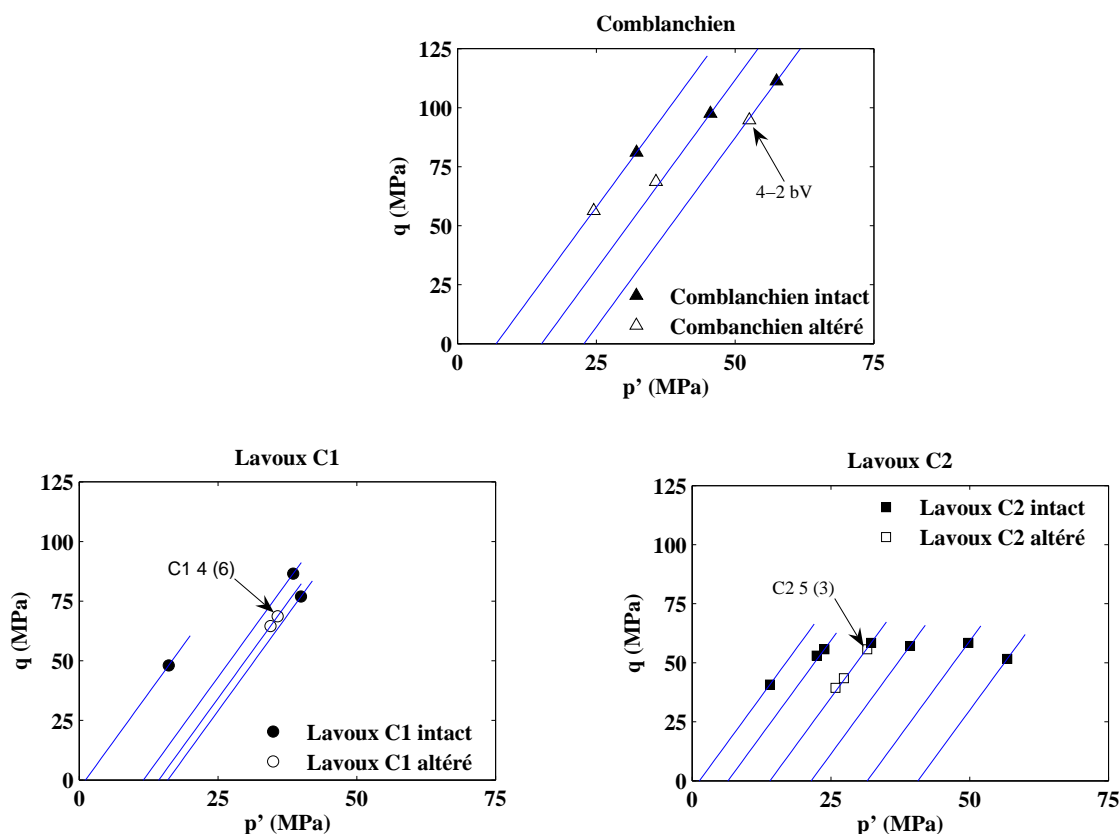


Figure 1.14 – Données à la rupture des échantillons intacts et altérés (Bemer et al., 2008) (chiffre entre parenthèse = nombre de cycles de traitement acide subis)

Les paramètres géomécaniques choisis pour étudier les effets de l'altération chimique sont : les modules élastiques drainés (module d'incompressibilité drainé  $K_o$  et module de cisaillement  $G$ ) et le point de rupture dans le plan  $p'$ - $q$ , où  $p'$  est la contrainte moyenne effective de Terzaghi et  $q$  la contrainte déviatorique pour un niveau de confinement donné. Les modules élastiques drainés sont mesurés au cours d'une phase de déchargement, ce qui est représentatif de la phase d'injection.

Les échantillons altérés ont globalement des résistances à la rupture inférieures à celles des échantillons intacts (cf. Figure 1.14). Les résultats obtenus montrent un abaissement de la pression de transition sous l'effet de l'altération chimique (Bemer et al., 2008).

Les modules élastiques drainés mesurés sur les échantillons intacts et altérés sont reportés en fonction de la porosité sur la figure 1.15. Dans le cas des échantillons altérés, on considère la valeur de porosité finale obtenue après les cycles de traitement par acide retard. Les mo-

dules élastiques drainés des échantillons intacts sont supérieurs à ceux des échantillons altérés. Les effets de l'altération chimique sur la raideur semblent plus marqués pour le calcaire du Comblanchien que pour le calcaire de Lavoux.

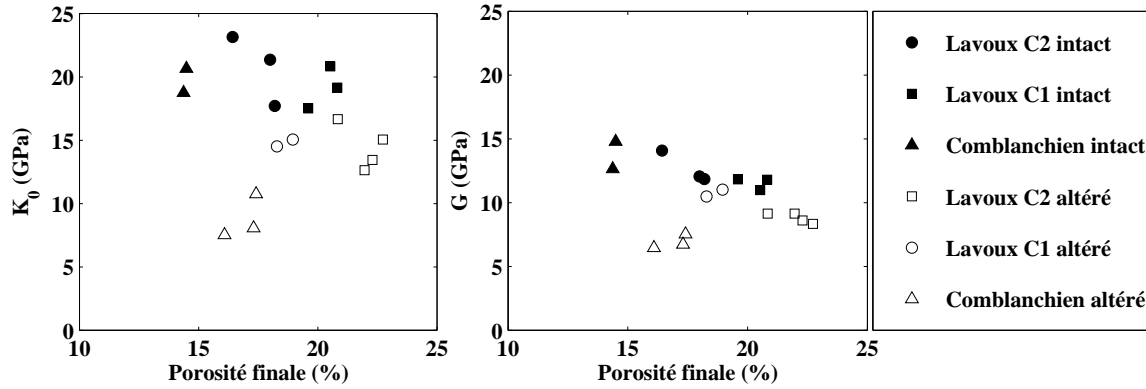


Figure 1.15 – Modules élastiques drainés des échantillons intacts et altérés (Bemer et Lombard, 2009)

Une roche de porosité donnée est généralement plus résistante et plus raide qu'une roche de même nature et de porosité plus élevée. La diminution de résistance observée sous l'effet de l'altération chimique provient donc d'une part de ces tendances naturelles et d'autre part de la dégradation due à l'effet chimique. Le point clé est de déterminer si l'affaiblissement dû à l'effet chimique joue un rôle plus important que l'effet d'augmentation de la porosité dans la chute globale de la résistance.

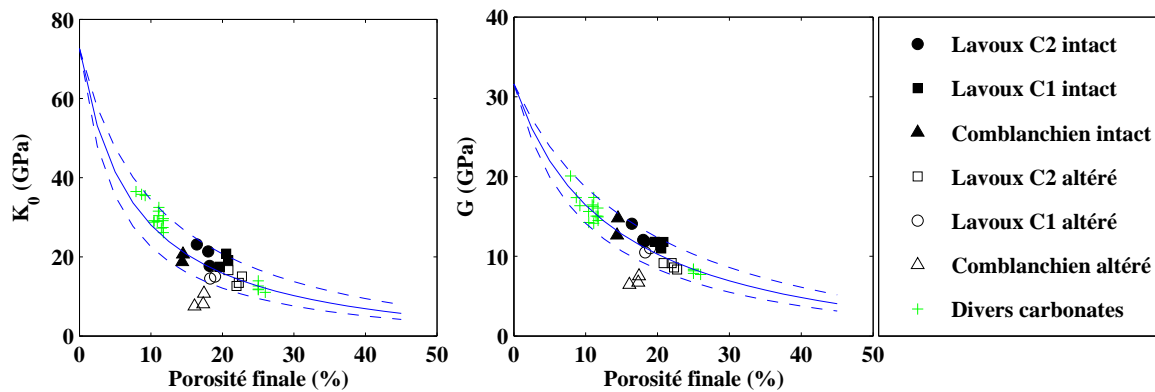


Figure 1.16 – Tendence naturelle pour les modules élastiques drainés du carbonate (Bemer et Lombard, 2009)

Les modèles empiriques proposés par (Bemer et al., 2004) relient les propriétés élastiques et de rupture des carbonates à la seule valeur de porosité. Les incertitudes associées sont naturellement relativement importantes, mais ces expressions permettent d'obtenir facilement des ordres de grandeur des propriétés recherchées. Ce modèle montre que les modules élastiques drainés des échantillons altérés de calcaire du Comblanchien sortent de la tendance naturelle

(cf. Figure 1.16). Par contre, la diminution des modules élastiques drainés du calcaire de Lavoux Jaune reste insuffisante pour sortir de l'intervalle prévu par le modèle. On ne peut donc pas mettre clairement en évidence l'importance de la dégradation due à l'effet chimique pour ce type de roche. La différence de comportement entre les calcaires de Lavoux et du Comblanchien pourrait être due au fait qu'à la différence du calcaire de Comblanchien, le calcaire de Lavoux Jaune est un calcaire quasiment pur. Leurs microstructures sont également différentes. Des résultats complémentaires sur différents types de roche sont indispensables pour pouvoir confirmer et interpréter cette tendance.

### 1.3.2.2.2 Effet sur les roches couverture

Cette partie de l'étude portait sur des échantillons d'un calcaire compact provenant de la zone transition entre le réservoir et la couverture du site de Charmottes. Quatre échantillons intacts et deux échantillons altérés par 6 cycles de traitement acide (109-2-1 dV et 109-2-1 bV) ont été préparés pour des essais triaxiaux. Du fait de la faible perméabilité des échantillons de la zone de transition et des longs temps de diffusion associés, les différentes phases de chargement de l'essai triaxial sont susceptibles d'induire des surpressions interstitielles à l'intérieur de l'échantillon. Les conditions de drainage ont été modifiées pour obtenir un encadrement des évolutions de pression au sein de l'échantillon : la pression de pore est contrôlée d'un seul côté de l'échantillon, l'autre côté étant maintenu en condition non drainée. La pression de pore moyenne est alors calculée à partir des données des capteurs de pression de ligne en amont et en aval de l'échantillon, et encadrée par ces valeurs afin de définir une barre d'erreur. La procédure d'essais est détaillée dans (Bemer et Lombard, 2009).

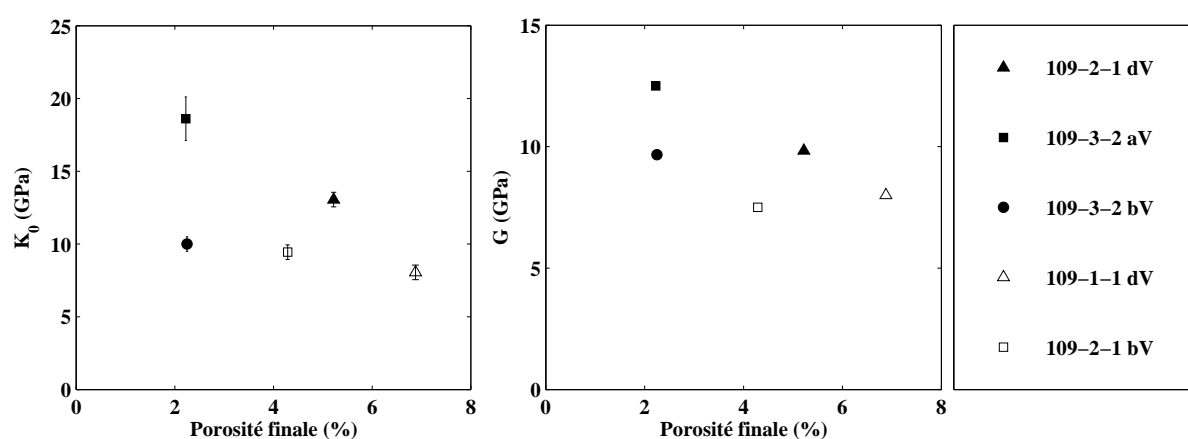


Figure 1.17 – Modules élastiques drainés des échantillons intacts et altérés (Bemer et al., 2008)

La figure 1.17 reporte les modules élastiques drainés mesurés en fonction de la porosité des échantillons intacts et altérés. Dans le cas des échantillons altérés, on considère la valeur de porosité finale obtenue après les six cycles de traitement à l'acide retard. Les différents groupes d'échantillons présentent des modules élastiques inférieurs aux valeurs classiquement observées

pour des carbonates à ces niveaux de porosité. Cette plus faible raideur est attribuée à leur fraction argileuse. Néanmoins, si l'on considère les échantillons compagnons 109-2-1 dV et 109-2-1 bV, l'altération chimique semble jouer un rôle effectif dans la diminution de la raideur des échantillons. Des résultats complémentaires sont indispensables pour confirmer cette tendance. La figure 1.18 replace dans le plan  $p'$ - $q$  l'ensemble des points de rupture des échantillons testés. Les barres d'erreur associées à l'incertitude sur la pression de pore sont reportées sur les valeurs de la contrainte moyenne effective à la rupture. La dispersion des résultats obtenus, induite par les distances de prélèvement, rend leur interprétation délicate. Néanmoins, si l'on considère les échantillons compagnons 109-2-1 dV et 109-2-1 bV, l'altération chimique ne semble pas avoir d'effets significatifs sur la résistance à la rupture.

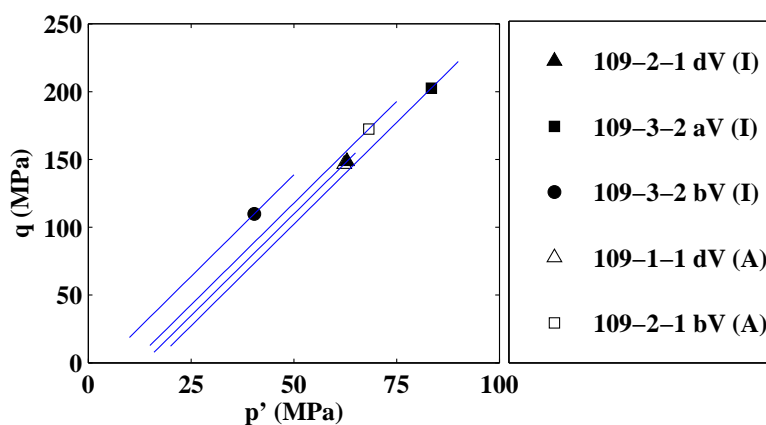


Figure 1.18 – Points de rupture des différents échantillons dans le plan  $p'$ - $q$  (Bemer et Lombard, 2009)

### 1.3.3 Conclusion

Au travers des résultats obtenus avec l'acide retard dans le cadre des projet ANR Géocarbonate-INJECTIVITE et Géocarbonate-INTERGRITE, nous avons observé les tendances d'évolution des propriétés pétrophysiques et géomécaniques des roches carbonatées sous l'effet d'une altération chimique. Les changements dépendent fortement de la nature de roche. L'amplitude de variation de la porosité reste une question ouverte pour l'étude des effets d'une altération chimique. Pour un même nombre de cycles d'altération, une roche peu poreuse et peu perméable semble notamment présenter une plus faible augmentation de porosité qu'une roche de porosité et de perméabilité plus élevées.

Une diminution des propriétés géomécaniques a généralement été observée sous l'effet de l'altération chimique. Cette diminution provient d'une part des tendances naturelles, d'autre part de la dégradation due à l'effet chimique. L'amplitude de dégradation des propriétés de la roche intégralement imputable à l'effet chimique reste à caractériser afin de mettre précisément en évidence l'influence de l'altération chimique sur le comportement mécanique de la roche.

La méthode d'altération homogène permet à l'échantillon de conserver sa nature de volume élémentaire représentatif. Elle cherche à représenter les processus attendus dans le champ lointain sous l'effet de l'injection de  $\text{CO}_2$ . Par contre, elle n'est pas capable de simuler les profils de dissolution observés sous l'effet d'une co-injection de  $\text{CO}_2$  et de saumure attendus autour du puits lors de l'injection de  $\text{CO}_2$  : formation de wormholes, dissolution compacte.

Pour aboutir à une compréhension approfondie des phénomènes entrant en jeu, les travaux de recherches doivent inclure une caractérisation des variations de la microstructure de la roche dues à l'altération chimique afin d'identifier leur effet sur les propriétés macroscopiques des roches.



# Chapitre 2

## Dispositif expérimental et procédure d'essais

### Sommaire

---

<b>2.1</b>	<b>Méthodologie pour la caractérisation pétrophysique . . . . .</b>	<b>37</b>
2.1.1	Mesure de la porosité . . . . .	37
2.1.2	Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) . . . . .	39
2.1.3	Tomographie RX sur scanner médical . . . . .	41
2.1.4	Porosimétrie par injection de mercure . . . . .	42
<b>2.2</b>	<b>Méthode d'altération homogène . . . . .</b>	<b>43</b>
2.2.1	Essai d'altération homogène . . . . .	43
2.2.2	Mesure de la perméabilité . . . . .	45
<b>2.3</b>	<b>Principe et analyse des résultats d'un essai triaxial . . . . .</b>	<b>46</b>
2.3.1	Modules élastiques drainés . . . . .	48
2.3.2	Résistance à la rupture . . . . .	49

---



Tout au long de cette thèse, l'approche expérimentale suivie a eu pour objectif de caractériser l'évolution des propriétés pétrophysiques et géomécaniques des roches carbonatées sous l'effet d'une altération chimique. Les deux étapes de caractérisation clés sont celles d'altération chimique et d'essai triaxial. La première a pour objectif d'appliquer un processus d'altération chimique homogène aux échantillons étudiés. La seconde est réalisée sur échantillon intact ou altéré dans le but de caractériser l'évolution du comportement mécanique sous l'effet de l'altération chimique mise en œuvre. La caractérisation des propriétés pétrophysiques de l'ensemble des échantillons avant et après altération a également été réalisée.

Pour aboutir à une compréhension approfondie des phénomènes entrant en jeu, une étude des variations de la microstructure induites par l'altération chimique a également été effectuée afin d'identifier l'effet de ces variations sur les propriétés macroscopiques.

Dans cette partie, nous présentons une description du dispositif d'essai utilisé et des principes de base de chacune des techniques expérimentales utilisées au cours de cette étude.

## 2.1 Méthodologie pour la caractérisation pétrophysique

Dans cette partie, nous allons présenter les différentes méthodes expérimentales utilisées dans cette étude pour caractériser les propriétés pétrophysiques des échantillons de roche.

### 2.1.1 Mesure de la porosité

La porosité de l'ensemble des échantillons étudiés a été estimée par trois méthodes distinctes : par pesée, par Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) et par scanner RX. Chaque technique possède ses avantages et ses limites. Elles ne sont pas interchangeables et fournissent au contraire des informations complémentaires pour caractériser le milieu poreux.

#### 2.1.1.1 Méthode par pesée

Cette technique repose sur la mesure du volume des vides et du volume total de l'échantillon. L'échantillon est d'abord saturé par de la saumure (NaCl à 5 g/l). La différence entre le poids de l'échantillon à l'état sec et à l'état saturé permet de déterminer la quantité de fluide contenu dans les pores. En connaissant la densité du fluide saturant, on peut déduire le volume de fluide à l'intérieur de l'échantillon qui représente également le volume des vides dans le milieu poreux. Le volume total est estimé en se basant sur les dimensions de l'échantillon étudié. La porosité est alors donnée par la relation :

$$\Phi = \frac{V_{\text{vide}}}{V_{\text{total}}} \quad (2.1)$$

L'échantillon est séché à une température de 60°C, puis mis sous vide pendant 4 heures dans un dessiccateur. Une fois le vide bien établi, on fait venir de la saumure préalablement dégazée. La saumure utilisée est une saumure NaCl à 5g/l filtrée 0,05  $\mu\text{m}$ . La technique est simple mais permet d'obtenir une valeur fiable de la porosité. Cette valeur est utilisée comme porosité de

référence pour l'ensemble des échantillons étudiés. La précision de cette technique est limitée par l'estimation du volume total. Un mauvais état de surface peut induire une incertitude dans la mesure du volume de l'échantillon. Ce problème est souvent rencontré pour les échantillons altérés dont l'état de surface est légèrement modifié après l'étape d'altération chimique (cf. Figure 2.1).



Figure 2.1 – Exemple d'état de surface d'un échantillon d'Euville après altération chimique

### 2.1.1.2 Incertitude sur la mesure de la porosité

On présente dans cette partie une estimation de l'incertitude de mesure de la porosité par pesée. L'objectif est d'évaluer les erreurs associées à la mesure et de donner un intervalle de confiance sur les valeurs mesurées. L'estimation de l'incertitude repose sur la prise en compte des erreurs associées aux instruments de mesure et également associées aux fluctuations de mesures. L'ensemble de ces incertitudes est pris en compte dans le calcul de la porosité par pesée exprimée sous la forme :

$$\Phi = \frac{(P_{\text{saturé}} - P_{\text{sec}})/\rho}{\pi D^2 L/4} \quad (2.2)$$

où  $P_{\text{saturé}}$  (g) et  $P_{\text{sec}}$  (g) sont les poids à l'état saturé et sec de l'échantillon,  $\rho$  (g/cm<sup>3</sup>) la densité de la saumure,  $L$  (cm) et  $D$  (cm) la longueur et le diamètre de l'échantillon.

Pour un échantillon supposé parfaitement cylindrique, les incertitudes associées à la mesure des dimensions de l'échantillon sont liées à celles des instruments de mesure (pied à coulisse, répétabilité de l'utilisateur). On notera que les échantillons sont prélevés à l'aide d'un carottier cylindrique et que leurs extrémités sont rectifiées à l'aide d'une scie à disques parallèles. Les mords de la scie s'appuient sur des directrices de l'échantillon, ce qui permet de garantir la perpendicularité de la découpe. La densité de la saumure dépend principalement de la salinité du fluide et de la température. Ces deux facteurs sont susceptibles d'induire une incertitude de 0,1% sur la valeur de la densité du fluide. L'erreur de mesure du poids sec de l'échantillon est due principalement à celle des instruments. L'incertitude de la balance utilisée est de 0,01 g. La plus forte source d'incertitude sur le calcul de la porosité provient de la mesure du poids saturé de l'échantillon. Cette incertitude est essentiellement liée à la façon d'essuyer l'échantillon avant

de le peser à l'état saturé. Plusieurs répétitions de la mesure du poids saturé ont été réalisées pour contraindre ces erreurs. Le tableau 2.1 donne un exemple des valeurs moyennes utilisées pour le calcul de la porosité d'un échantillon avec les incertitudes associées.

Mesure	Moyenne	Incertitude ( $\pm$ )
Diamètre (cm)	3,97	0,01
Longueur (cm)	8,01	0,01
Densité (g/cm <sup>3</sup> )	1,001	0,001
Poids sec (g)	221,28	0,01
Poids saturé (g)	238,0	0,5

Tableau 2.1 – Valeurs moyennes et incertitudes associées aux variables intégrées dans le calcul de la porosité

L'incertitude relative sur la mesure de porosité par pesée est donnée par l'expression suivante :

$$\frac{\Delta\Phi}{\Phi} = \frac{\Delta P_{\text{saturé}}}{P_{\text{saturé}}} + \frac{\Delta P_{\text{sec}}}{P_{\text{sec}}} + \frac{\Delta\rho}{\rho} + 2\frac{\Delta D}{D} + \frac{\Delta L}{L} \quad (2.3)$$

Pour cet exemple, l'incertitude de la porosité est estimée à environ 0,2%. On rappelle que ce calcul est valable pour des échantillons non altérés.

## 2.1.2 Résonance Magnétique Nucléaire (RMN)

L'application de la technique RMN à la pétrophysique a commencé dès 1956 (Brown et Fatt, 1956). Depuis, cette technique a connu un large développement notamment dans le domaine des diagraphies. L'interprétation des mesures RMN repose sur des notions de physique nucléaire et de mécanique quantique. On peut trouver dans l'ouvrage de Dunn (Dunn et al., 2002) une description détaillée et rigoureuse de cette technique.

Le principe de la RMN repose sur l'interaction entre un champ magnétique et des protons. De nombreux noyaux atomiques, notamment les noyaux d'hydrogène des molécules d'eau (proton), peuvent être assimilés à des dipôles magnétiques animés d'un mouvement de rotation autour de l'axe des pôles N et S. Dans un corps, les axes des dipôles sont orientés au hasard. Si un champ magnétique permanent (statique)  $B_0$  est appliqué au corps considéré, les axes des dipôles s'orienteront parallèlement à cet axe (cf. Figure 2.2). Du fait de l'existence d'un moment angulaire, l'application d'un second champ magnétique  $B_1$ , perpendiculairement au premier, entraîne la précession de l'axe du dipôle à une fréquence dépendant du champ magnétique  $B_0$  et de paramètres caractéristiques de l'atome. Cette fréquence est appelée fréquence de Larmor.

Les interactions entre un champ magnétique et des protons ne sont pas instantanées mais soumises à des constantes de temps (temps de relaxation). Les deux paramètres principaux sont : le temps de relaxation  $T_1$  (relaxation longitudinale) et le temps de relaxation  $T_2$  (relaxation transverse). Ce dernier joue un rôle important dans les applications de la RMN à la pétrophysique.

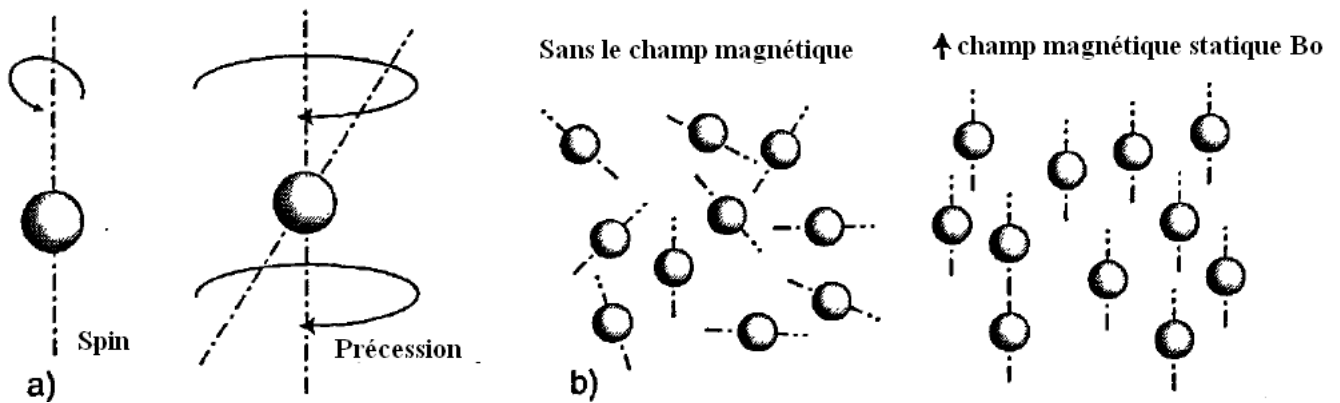


Figure 2.2 – Représentation schématique : (a) du spin et de la précession ; (b) de l’orientation des protons dans le champ magnétique  $B_0$  (Zinszner et Pellerin, 2007)

### 2.1.2.1 Application à la pétrophysique

La relaxation en milieu poreux est le résultat de l’interaction des spins au niveau de l’interface fluide-solide. Tout spin atteignant la couche de surface est relaxé avec une extrême rapidité. Le temps de relaxation d’une masse fluide en milieu poreux est donc conditionné par la rapidité avec laquelle les protons entrent en contact avec cette couche dont l’épaisseur est estimée à quelques diamètres de molécule.

Les interprétations pétrophysiques de la RMN en terme de géométrie du milieu poreux reposent sur l’hypothèse d’une répartition homogène des protons à la surface des pores, ce qui peut être questionnable pour les milieux poreux naturels. La représentativité de cette hypothèse est vérifiée par la concordance des résultats de la RMN avec des mesures pétrophysiques indépendantes telle la porosimétrie au mercure. Mais, il faut se garder de considérer cette hypothèse comme systématiquement vérifiée.

Le résultat analytique de base pour l’application de la RMN à la pétrophysique est la courbe de distribution des amplitudes associées à un temps de relaxation transverse  $T_2$  (cf. Figure 2.3). Ce spectre RMN est très proche dans sa représentation du spectre obtenu par porosimétrie au mercure, mais son interprétation est très différente.

L’aire située sous la courbe de temps de relaxation représente la proportion de volume poreux. Le spectre RMN correspond à une courbe de distribution d’un paramètre géométrique  $V/S$ , où  $V$  et  $S$  représentent respectivement le volume et la surface des pores. La relation entre  $T_2$  et  $V/S$  est donnée par :

$$\frac{1}{T_2} = \frac{1}{T_{2B}} + \rho_2 \frac{S}{V} \quad (2.4)$$

où  $T_{2B}$  est le temps de relaxation volumique des fluides présents dans le milieu et  $\rho_2$  la relaxivité de surface.

Le paramètre  $V/S$  a la dimension d’une longueur mais ne correspond pas à un rayon de pore au sens commun. Il est souvent associé à la définition d’un rayon de pore de RMN pour les applications à la description de la microstructure du milieu poreux. Il faut noter qu’une

augmentation du volume de pore ne signifie pas forcément une augmentation du temps de relaxation  $T_2$ . Une augmentation de la surface  $S$  peut faire chuter le rapport  $V/S$  et donc le temps de relaxation  $T_2$ .

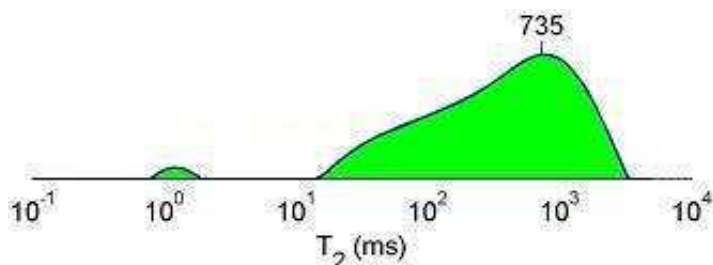


Figure 2.3 – Profil de  $T_2$  d'un échantillon du calcaire d'Euville étudié

La porosité est une des données accessibles par analyse RMN. Le détail de cette technique est présenté dans (Fleury, 2002). La porosité d'un échantillon totalement saturé est facilement mesurable par RMN car l'intensité de l'aimantation est directement proportionnelle au nombre de protons et donc à la quantité de fluide présente dans l'échantillon. Cette technique nous permet d'estimer toutes les quantités de fluides présentes dans le milieu y compris les volumes de fluide résiduels qui ne sont pas entièrement évaporés après le séchage. La différence entre la porosité par pesée et la porosité RMN peut parfois s'expliquer par ce phénomène. L'appareil utilisé est adapté aux échantillons allant jusqu'à 40 mm de diamètre et 60 mm de longueur.

### 2.1.3 Tomographie RX sur scanner médical

La tomodensitométrie (scanner RX) est utilisée dans les domaines de la géologie et de l'ingénierie de réservoir. Elle permet une analyse non destructive des matériaux et une caractérisation de la structure et de la porosité moyenne des carottes de gisement pétrolier (Fabre et al., 1989). Elle peut être également utilisée pour caractériser les déformations macroscopiques sous compression et la visualisation des états de saturation d'un milieu poreux (Auzerais et al., 1996).

Le scanner médical utilisé dans cette étude donne une densité radiologique qui dépend de la masse volumique et de la nature minéralogique des grains traversés. Le traitement informatique des données permet d'obtenir des images de la structure interne de la roche. Cette technique donne accès à une représentation globale de la structure poreuse de l'échantillon et à une caractérisation de son niveau d'hétérogénéité. Dans certains cas, un profil de porosité peut être obtenu à partir du profil de densité radiologique. La procédure mise en place à l'IFP Energies nouvelles repose sur l'estimation de la porosité d'un échantillon de calcaire à partir de courbes de calibration reliant, pour un diamètre d'échantillon donné et une composition minéralogique connue (calcite pure), l'atténuation par section à la porosité. Cette méthode ne fournit pas de valeurs quantitatives fiables de la porosité moyenne des échantillons non constitués à 100% de calcite. Elle permet néanmoins d'identifier parmi les échantillons disponibles ceux qui présentent

une répartition de porosité relativement homogène sur leur longueur. La figure 2.4 donne un exemple des coupes radiologiques transversales et de profil de porosité pour un échantillon de calcaire d'Euville. Le profil de porosité donne une information sur la dispersion de la porosité le long de l'échantillon. La porosité scanner de l'échantillon est obtenue en calculant la moyenne des porosités de l'ensemble des sections. La technique est très utile pour estimer la variation de la porosité sous l'effet de l'altération chimique. En effet, avec cette technique, on peut s'affranchir de la surface abîmée après l'altération chimique dans l'estimation de la porosité moyenne. On sait par ailleurs que l'altération dissout essentiellement la calcite. La variation de la porosité scanner est alors plus fiable que celle obtenue par pesée.

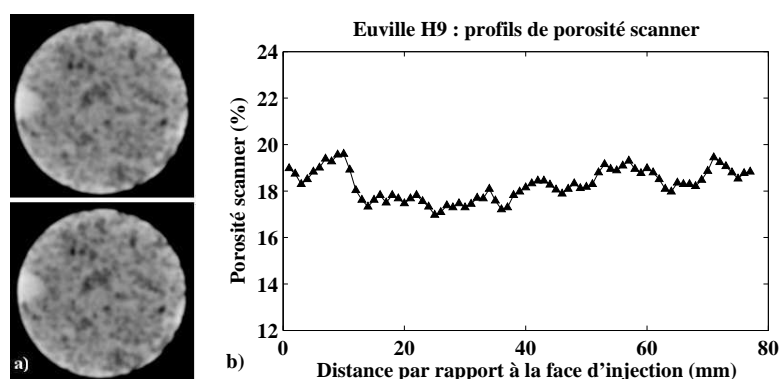


Figure 2.4 – Image scanner (a) et profil de porosité scanner (b) d'un échantillon de calcaire d'Euville.

### 2.1.4 Porosimétrie par injection de mercure

Cette technique est couramment utilisée pour déterminer de manière quantitative la structure poreuse des solides. La méthode a été appliquée en technique pétrolière sous l'impulsion de Purcell (1949), d'où la dénomination de cet essai dans cette discipline. L'essai de porosimétrie au mercure permet d'obtenir des informations importantes sur la structure du milieu poreux : la distribution du volume et de la taille des seuils de pore.

Le principe de cette méthode repose sur la mesure de la quantité de mercure qui a pénétré dans les pores du milieu sous une pression croissante (intrusion de mercure). En assimilant les pores à des canaux cylindriques, la loi de Laplace permet de déterminer le rayon d'accès au pore ( $r$ ), pour une pression de mercure ( $P$ ) appliquée :

$$P = \frac{2\sigma \cos\beta}{r} \quad (2.5)$$

avec  $\sigma = 0,484 \text{ N.m}^{-1}$  la tension superficielle du mercure et  $\beta = 141^\circ$  l'angle de mouillabilité du mercure sur la surface solide.

La procédure précise consiste à faire pénétrer le mercure dans l'échantillon par petits incréments de pression et d'attendre pour chaque palier de pression la stabilisation du volume injecté. Selon l'équation de Laplace (2.5), l'augmentation progressive de la pression permet de

remplir de mercure des pores de rayons d'accès de plus en plus petits. A partir de cet essai, on détermine donc le volume poreux total et la distribution des rayons équivalents de seuils de pores. Le dispositif d'essai limite le choix de taille des échantillons étudiés : maximum de 24 mm pour le diamètre et de 23 mm pour la longueur. Un volume poreux minimum de l'ordre de  $1 \text{ cm}^3$  doit être assuré pour garantir la précision de la quantité de mercure injecté dans l'échantillon.

La figure 2.5 présente les résultats obtenus sur un échantillon de calcaire d'Euville. Les deux pics de la distribution de rayons équivalents de seuils de pore traduisent la présence de deux familles de pores dans le milieu : les micropores avec un rayon d'accès moyen autour de  $0,5 \mu\text{m}$  et les macropores avec un rayon d'accès moyen autour de  $25 \mu\text{m}$ . La courbe de volume de mercure injecté permet de quantifier l'importance relative des volumes poreux concernés : autour de 45% pour la microporosité et de 55% pour la macroporosité. Cette interprétation repose sur l'hypothèse qu'il existe une relation forte entre la valeur du rayon de pore et celle du rayon d'accès à ce pore. Elle peut donc conduire à une analyse faussée de la microstructure dans le cas de gros pores uniquement accessibles via des petits pores. L'idéal reste toujours de recouper différentes techniques d'analyse pour affiner la caractérisation.

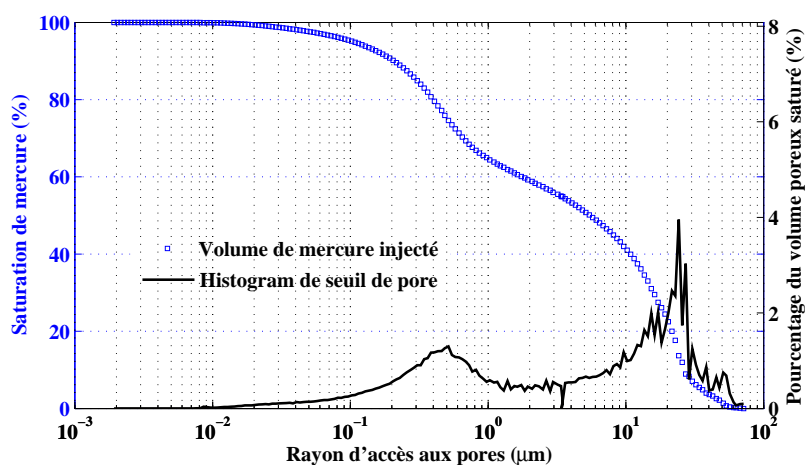


Figure 2.5 – Distribution de taille de seuil de pore d'un échantillon de calcaire d'Euville étudié

## 2.2 Méthode d'altération homogène

### 2.2.1 Essai d'altération homogène

La méthode d'altération homogène repose sur l'injection d'un acide retard activé uniquement une fois en place dans le réseau poreux sous l'effet de la température. Le dispositif expérimental et les procédures associées ont été détaillés dans (Egermann et al., 2005). L'échantillon cylindrique entouré par une membrane Viton est mis dans une cellule porte-échantillon de type Hassler placée dans une étuve. Cette cellule nous permet d'appliquer un confinement isotrope à l'échantillon via une pompe hydraulique.



Figure 2.6 – Mise en place de l'échantillon dans la cellule Hassler

La figure 2.6 présente la mise en place d'un échantillon dans la cellule. L'entrée et la sortie de la cellule sont reliées à un capteur de pression différentielle afin de permettre la mesure de la perméabilité de l'échantillon en place. Une vanne de régulation de pression (Back Pressure Regulator) est connectée à la sortie de la cellule pour maintenir une pression de pore constante pendant la circulation des fluides (cf. Figure 2.7b).

L'échantillon est soumis à plusieurs cycles de traitement acide. Chaque cycle d'altération comporte trois étapes :

- un balayage de l'échantillon, déjà saturé par de la saumure à 5g/l en NaCl, par de l'acide retard (quantité injectée équivalente à environ trois fois le volume poreux estimé) ;
- une activation de l'acide retard sous 60°C ;
- un balayage de l'échantillon par de la saumure à 5 g/l en NaCl.

Le niveau de dégradation final est contrôlé par le nombre de cycles subis par l'échantillon. La température d'activation de l'acide retard (60°C) correspond à la température de séchage en étuve appliquée à l'ensemble des échantillons lors de la mesure de leur porosité par différence entre leur poids sec et saturé. Les effets observés sur les échantillons altérés ne sont donc pas imputables à la seule montée en température.

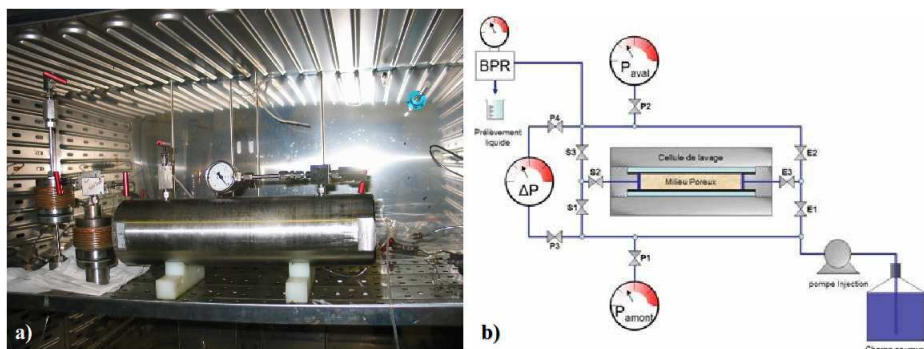


Figure 2.7 – (a) : Cellule porte d'échantillon (b) : Schéma simplifié du dispositif

## 2.2.2 Mesure de la perméabilité

La mesure de perméabilité s'effectue en régime permanent par injection à différents débits d'une saumure en NaCl à 5g/l filtrée à 0,05  $\mu\text{m}$  dans l'échantillon placé dans la cellule Hassler sous une pression de confinement de 30 bar et une pression de pore en sortie de 4 bar. La perméabilité est déduite de la courbe donnant la pression différentielle à l'équilibre (entre l'amont et l'aval de l'échantillon) en fonction du débit imposé (cf. Figure 2.8) en appliquant la loi de Darcy :

$$k = -\frac{\mu L}{S} \frac{Q}{\Delta P} \quad (2.6)$$

où  $\mu$  est la viscosité dynamique du fluide injecté (Pa.s), L la longueur de l'échantillon (m), S la section de l'échantillon ( $\text{m}^2$ ), Q le débit d'injection ( $\text{m}^3/\text{h}$ ) et  $\Delta P$  la différence de pression entre l'amont et l'aval de l'échantillon.

### 2.2.2.1 Incertitude sur les mesures de perméabilité

La procédure d'estimation des incertitudes de mesure repose sur la prise en compte des erreurs associées aux instruments de mesure et également à la répétabilité des mesures. L'ensemble de ces incertitudes est pris en compte dans le calcul de la loi de Darcy exprimée sous la forme suivante :

$$k \text{ (mD)} = 1013 \frac{\mu \text{ (cP)} L \text{ (cm)}}{S \text{ (cm}^2\text{)}} a \text{ (cm}^3 \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{mbar}^{-1}) \quad (2.7)$$

avec  $a$  la pente de la droite issue de régression :  $Q = a\Delta P + b$ .

Les valeurs moyennes des variables de l'expression (2.7) et les incertitudes associées sont synthétisées dans le tableau 2.2. Les incertitudes associées aux dimensions de l'échantillon sont liées à celle des instruments de mesure (pied à coulisse, répétabilité liée à l'utilisateur). La viscosité de la saumure étant calculée par les corrélations de Kestin (Kestin et al., 1981), son incertitude est principalement dépendante de la température. Les fluctuations de température enregistrées sont dépendantes de la précision relativement faible des thermocouples ( $1^\circ\text{C}$ ) et peuvent induire une incertitude systématique de 5% sur la valeur de viscosité (Dautriat, 2009).

Mesure	Moyenne	Incertitude ( $\pm$ )
Diamètre (cm)	3,97	0,01
Longueur (cm)	8,01	0,01
Section ( $\text{cm}^2$ )	12,47	0,06
Viscosité (cP)	1,01	0,05

Tableau 2.2 – Valeurs moyennes et incertitudes associées aux variables intégrées dans le calcul de la perméabilité (la viscosité correspondante à la température de  $20^\circ\text{C}$ )

Néanmoins, la plus forte source d'incertitude sur le calcul des perméabilités provient de la détermination de la pente  $a$  qui est essentiellement liée à des fluctuations de la pression

différentielle mesurée. Cette incertitude  $u$  est la somme quadratique des composantes liées à la régression linéaire et s'exprime de la manière suivante :

$$u_a = \sqrt{a^2 \left( \left( \frac{u_Q}{Q} \right)^2 + \left( \frac{u_{\Delta P}}{\Delta P} \right)^2 \right) + u_{\text{réga}}^2 + e_{\text{sys}}^2} \quad (2.8)$$

avec  $u_{\text{réga}}$  est l'incertitude liée à la régression linéaire et  $e_{\text{sys}}$  l'erreur systématique liée à l'offset de la pente.

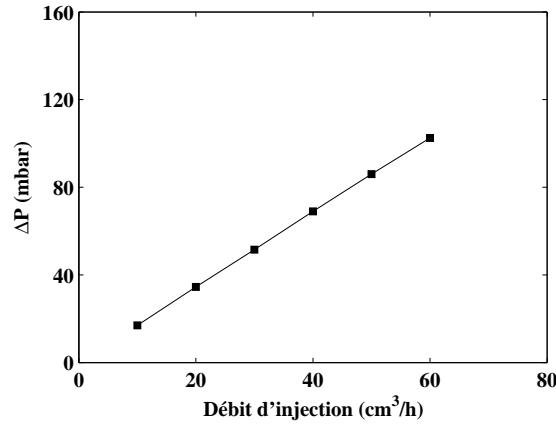


Figure 2.8 – Pression différentielle en fonction du débit d'injection

L'incertitude sur la valeur de débit  $Q$  peut être considérée comme constante d'une expérience à l'autre. Dans notre estimation, la valeur de  $u_Q$  donnée par le constructeur et égale à 1% du débit d'injection a été retenue. En revanche, l'incertitude sur la valeur du  $\Delta P$  dépend de la stabilité du dispositif pour une mesure et un débit donnés. Elle peut être liée à la présence de bulles d'air résiduelles ou à l'instabilité des écoulements aux points d'injection. La valeur de l'incertitude exprimée dans l'équation (2.8) est minimisée en moyennant la mesure du différentiel de pression sur une durée suffisante.

L'expression de l'incertitude totale sur chaque mesure de perméabilité peut donc être exprimée selon la relation suivante :

$$u_k^2 = (1013)^2 \left( \left( \frac{La}{S} \right)^2 u_\mu^2 + \left( \frac{\mu a}{S} \right)^2 u_L^2 + \left( \frac{\mu La}{S^2} \right)^2 u_s^2 + \left( \frac{\mu L}{S^2} \right)^2 u_a^2 \right) \quad (2.9)$$

Dans le cadre de notre étude, l'incertitude estimée sur la mesure de la perméabilité est généralement comprise entre 5% à 20%.

## 2.3 Principe et analyse des résultats d'un essai triaxial

La caractérisation géomécanique des échantillons intacts et altérés a été réalisée en cellule triaxiale (Bemer et Lombard, 2009). Après séchage, l'échantillon est équipé de six jauges de déformation : trois jauges verticales pour la mesure de la déformation axiale intercalées avec

trois jauges horizontales pour la mesure de la déformation radiale. Il est ensuite inséré dans une gaine imperméable et placé dans la cellule triaxiale, qui permet l'application d'un chargement axial, d'une contrainte radiale uniforme (via un fluide de confinement sous pression) et d'une pression de fluide uniformément répartie via des répartiteurs de pression sur ses faces amont et aval. La gaine empêche toute communication entre les fluides de pore et de confinement et permet ainsi un contrôle indépendant des deux pressions associées.

Le champ de contraintes imposé est axisymétrique et défini par la contrainte axiale  $\sigma_a$ , la pression de confinement  $p_c$  et la pression de pore  $p_p$  (cf. Figure 2.9). Ce chargement correspond à un état de déformations défini par la déformation axiale  $\epsilon_a$  et la déformation radiale  $\epsilon_r$ . La rupture des roches étant contrôlée par la contrainte effective de Terzaghi (Gueguen et Bouteica, 1999), les résultats obtenus sont étudiés en termes de contrainte moyenne effective de Terzaghi  $p'$  et de contrainte déviatorique  $q$  :

$$p' = \frac{\sigma_a + 2p_c}{3} - p_p \quad (2.10)$$

$$q = \sigma_a - p_c \quad (2.11)$$

auxquelles sont associées la déformation volumique  $\epsilon_v$  et la déformation déviatorique  $\epsilon_d$  :

$$\epsilon_v = \epsilon_a + \epsilon_r \quad (2.12)$$

$$\epsilon_d = \frac{2}{3}(\epsilon_a - \epsilon_r) \quad (2.13)$$

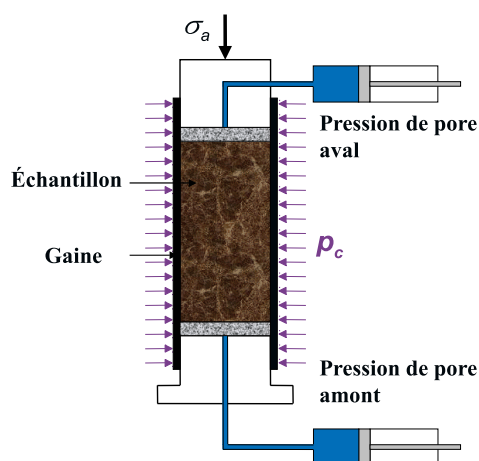


Figure 2.9 – État de contraintes pendant un essai triaxial

L'échantillon est saturé avec une huile minérale sous un faible chargement initial. Le chemin de chargement suivi est un chemin à pression de pore constante, où l'on augmente tout d'abord les contraintes de façon isotrope jusqu'au niveau de confinement souhaité (phase de chargement hydrostatique), puis uniquement la contrainte axiale à pression de confinement constante jusqu'à la rupture de la roche (phase de chargement déviatorique).

Les paramètres géomécaniques choisis pour étudier les effets de l'altération chimique sur des échantillons de roche sont : les modules élastiques drainés (module d'incompressibilité drainé  $K_0$  et module de cisaillement  $G$ ) et le point de rupture dans le plan  $p'$ - $q$  pour un niveau de confinement donné. Comme certaines conventions sont différentes entre la mécanique des roches et la mécanique des milieux continus. Dans la partie de la modélisation,  $K_0$  est noté le module de compressibilité et  $\mu$  est utilisé à la place de  $G$  pour le module de cisaillement (cf. Notations).

### 2.3.1 Modules élastiques drainés

Les modules élastiques drainés sont mesurés au cours d'une phase de déchargement (diminution de la contrainte axiale à pressions de confinement et de pore constantes). Ils sont déduits des pentes des courbes contrainte moyenne effective  $p'$  - déformation volumique  $\epsilon_v$  et contrainte déviatorique  $q$  - déformation déviatorique  $\epsilon_d$ .

$$K_o = \Delta p' / \Delta \epsilon_v \quad (2.14)$$

$$3G = \Delta q / \Delta \epsilon_d \quad (2.15)$$

La mesure de la déformation de l'échantillon est réalisée via six jauges collées intercalées sur l'échantillon. La déformation axiale  $\epsilon_a(J)$  correspond à la moyenne des mesures des jauges verticales et la déformation radiale  $\epsilon_r(J)$  à la moyenne des mesures des jauges horizontales. La déformation volumique  $\epsilon_v(J)$  est simplement donnée par  $\epsilon_v(J) = \epsilon_a(J) + 2\epsilon_r(J)$ . On dispose également d'une mesure externe de la déformation axiale déduite de la mesure du déplacement du piston de la presse rapportée à la hauteur de l'échantillon. Cette mesure étant effectuée par un capteur de type LVDT situé à l'extérieur de la cellule triaxiale, elle prend en compte des effets parasites de frottement et de raideur des pièces d'appui contrairement aux jauges qui fournissent une mesure locale des déformations à mi-hauteur de l'échantillon, ce qui explique le décalage entre les courbes  $\epsilon_a(J)$  et  $\epsilon_a(\text{LVDT})$ .

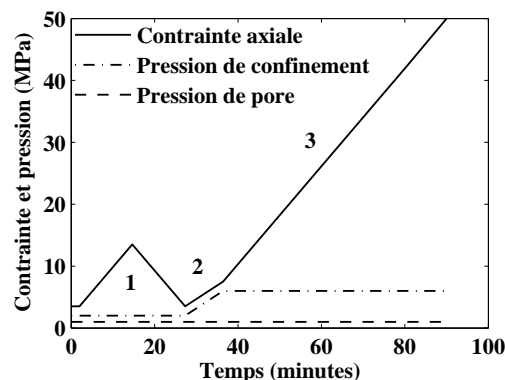


Figure 2.10 – Exemple de chemin de chargement triaxial

La figure 2.10 illustre le type de chemin de chargement appliqué pour mesurer les modules élastiques et la résistance à la rupture pour l'ensemble des échantillons étudiés. Une phase

initiale de chargement et de déchargement (phase 1) pour une pression de confinement effective de 1 MPa a été systématiquement appliquée pour chaque essai. La phase de déchargement est utilisée pour la mesure des modules élastiques. L'échantillon est ensuite soumis à une phase de chargement hydrostatique pour atteindre la pression de confinement sélectionnée (phase 2). Une fois cette pression atteinte, on augmente le chargement axial jusqu'à la rupture de l'échantillon (phase 3). Pour les pressions de confinement élevées, les pores présents à la surface de l'échantillon peuvent conduire à une déformation trop importante de la jauge et à une perte de mesure consécutive.

### 2.3.2 Résistance à la rupture

Le comportement à la rupture du calcaire d'Euville est typique des carbonates. Les faibles confinements conduisent à une rupture de type fragile, caractérisée par un pic de contrainte déviatorique marqué et associée à une perte totale de la capacité de l'échantillon à reprendre le chargement axial exercé. Pour les confinements plus importants, le pic s'aplanit traduisant un comportement "plastique" de l'échantillon avant rupture. Le terme "plastique" renvoie ici à un comportement présentant des déformations irréversibles sans diminution des propriétés élastiques. L'identification du point de rupture devient alors moins directe. A partir d'un certain niveau de confinement, la rupture devient ductile et l'on n'observe plus de maximum de contrainte déviatorique, l'échantillon conservant malgré son endommagement une certaine capacité à reprendre le chargement axial exercé.

Le pic de contrainte déviatorique étant de moins en moins marqué pour un confinement croissant, jusqu'à devenir inexistant, l'identification du point de rupture doit reposer sur une donnée plus systématique.

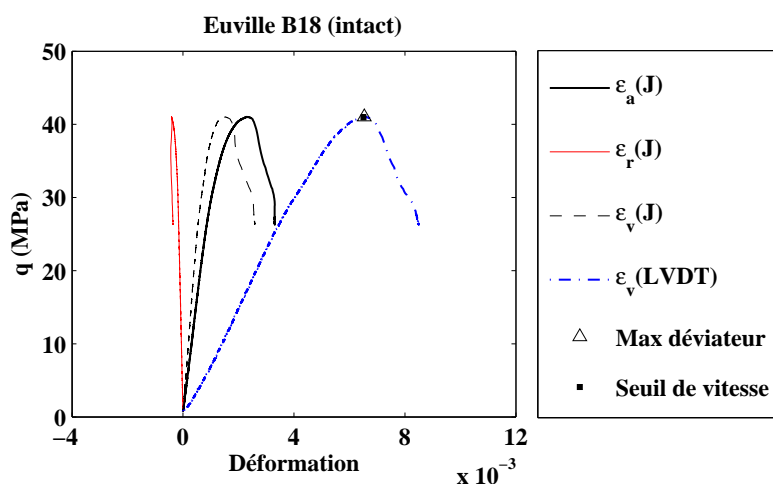


Figure 2.11 – Exemple des courbes obtenues pendant une phase de chargement déviatorique pour un faible de confinement ( $p'_c=5,1$  MPa)

La presse utilisée est pilotée en imposant un taux d'accroissement constant de la force

appliquée (pilotage en force) :  $\Delta F/\Delta t = 0,1$  tonne/min. Le capteur de force étant situé sous la cellule triaxiale, la charge appliquée lui est transmise via l'échantillon. La microfissuration progressive de l'échantillon et sa rupture finale induisent une augmentation de la vitesse de descente de la presse qui n'arrive finalement plus à suivre la consigne d'accroissement de charge. La rupture de l'échantillon peut ainsi être associée à un seuil haut de vitesse de descente de la presse.

La figure 2.11 présente un exemple des courbes obtenues pendant une phase de chargement déviatorique pour une faible de pression de confinement. Le pic de contrainte déviatorique est quasiment confondu avec le seuil haut de vitesse de descente de la presse, indiquant le fait que la rupture fragile s'est développée de façon brutale dans le matériau.

La figure 2.12 présente un exemple du type de courbe obtenu pour une pression de confinement élevée. L'aplanissement du pic et le comportement fortement non-linéaire du matériau avant la rupture compliquent l'identification du point de rupture.

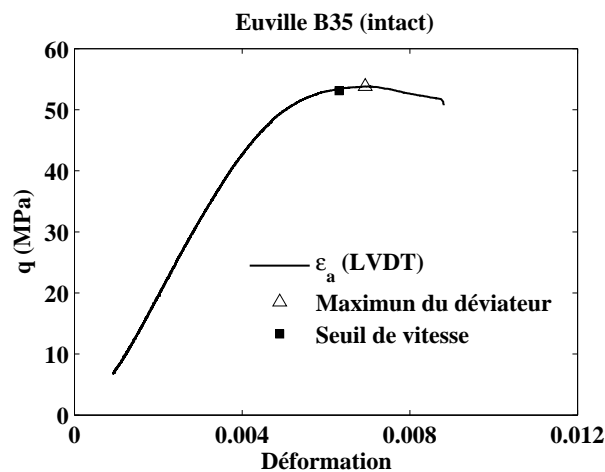


Figure 2.12 – Courbe obtenue pendant une phase de chargement déviatorique pour une pression de confinement élevée ( $p'_c=16,1$  MPa)

La figure 2.13 illustre la méthode de détermination du point de rupture d'un échantillon lors d'un essai triaxial à fort confinement ( $p'_c=20$  MPa). Après la phase de chargement hydrostatique, l'échantillon se comporte élastiquement pendant la première phase de chargement axial. Le déplacement du piston de la presse augmente linéairement avec le temps. Le comportement devient ensuite progressivement non linéaire. Lorsque l'échantillon ne peut plus supporter le chargement axial appliqué via la presse, le piston descend à sa vitesse maximale. Le capteur LVDT enregistre une augmentation du déplacement rapide et de nouveau linéaire en fonction du temps. La rupture effective se produit entre la fin de la phase de comportement élastique et le moment où la presse atteint sa vitesse maximale. Le point de rupture est alors déterminé par l'intersection entre les droites de comportement élastique et de descente rapide de la presse (cf. Figure 2.13). Après démontage de l'échantillon, on observe plusieurs plans de rupture (cf. Figure 2.14).

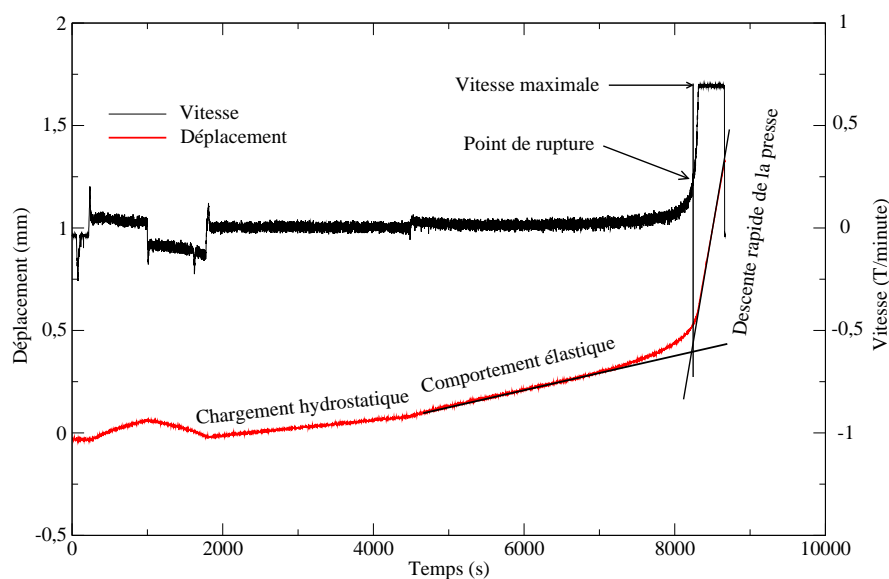


Figure 2.13 – Illustration de la détermination du point de rupture pour un échantillon testé à fort confinement



Figure 2.14 – Rupture ductile d'un échantillon testé à 16 MPa de pression de confinement effective



Figure 2.15 – Rupture fragile d'un échantillon soumis 1MPa de pression de confinement effective

Pour un faible niveau de confinement, l'échantillon se comporte élastiquement quasiment jusqu'à la rupture. La phase de comportement irréversible est très réduite. Le point de rupture est directement associé au pic de contrainte déviatorique. La vitesse de la presse après rupture est également égale à la vitesse de descente maximale (cf. Figure 2.16). La rupture est dite fragile et on observe après rupture une bande de cisaillement traversant l'échantillon (cf. Figure 2.15).

Plus le niveau de confinement est élevé, plus la phase de comportement irréversible s'élargit. Pour caractériser l'évolution du comportement irréversible avec l'augmentation de la pression de confinement par une grandeur numérique systématique, on introduit une déformation irréversible à la rupture  $\epsilon_i^R$  définie comme l'écart entre la déformation de l'échantillon au point de rupture et la déformation que l'échantillon aurait atteint à ce niveau de chargement en

conservant un comportement élastique (cf. Figure 2.17).  $\epsilon_i^R$  est naturellement très faible dans le cas d'une rupture fragile.

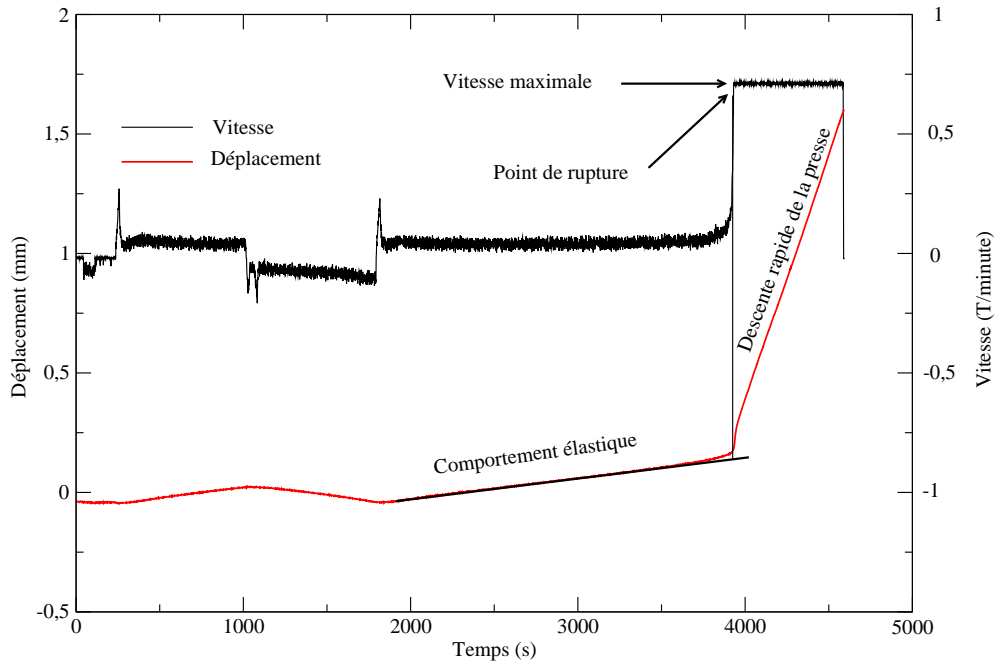


Figure 2.16 – Illustration de la détermination du point de rupture pour un échantillon testé à faible confinement

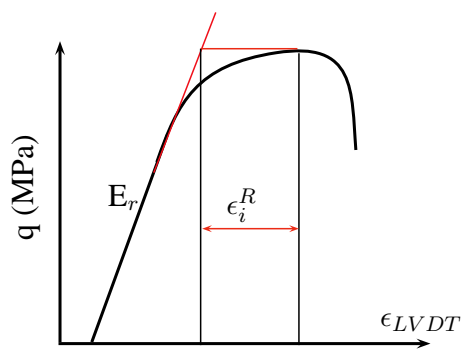


Figure 2.17 – Estimation de la déformation irréversible  $\epsilon_i^R$

# Chapitre 3

## Résultats expérimentaux

### Sommaire

---

<b>3.1</b>	<b>Étude expérimentale à l'échelle de l'échantillon</b>	<b>55</b>
3.1.1	Méthodologie expérimentale	55
3.1.2	Programme expérimental et sélection des échantillons	56
3.1.3	Évolution des propriétés pétrophysiques sous l'effet de l'altération chimique	62
3.1.4	Évolutions des modules élastiques	67
3.1.5	Évolution de la résistance à la rupture	71
3.1.6	Évolution du comportement avant rupture	79
<b>3.2</b>	<b>Évolution de la microstructure sous l'effet de l'altération chimique</b>	<b>83</b>
3.2.1	Description de la microstructure du calcaire d'Euville	83
3.2.2	Porosimétrie au mercure	84
3.2.3	Résonance magnétique nucléaire	98
3.2.4	Discussion	100
<b>3.3</b>	<b>Essai de nano-indentation</b>	<b>101</b>
3.3.1	Principe de base de la technique	101
3.3.2	Module d'élasticité	102
3.3.3	Échantillon à l'état altéré	106
3.3.4	Conclusion	108
<b>3.4</b>	<b>Estimation de la fraction volumique de chacune des phases dans le milieu</b>	<b>109</b>
3.4.1	Mesure de la fraction volumique des espaces macroporeux et microporeux	109
3.4.2	Mesure des fractions volumiques du ciment syntaxial et des lithoclastes	111
3.4.3	Conclusion	113

---



## 3.1 Étude expérimentale à l'échelle de l'échantillon

L'altération homogène à l'acide retard constitue une technique innovante pour étudier l'évolution des propriétés hydromécaniques des roches réservoir sous l'effet de l'injection de CO<sub>2</sub>. Cette méthode présente l'avantage crucial de conserver un échantillon altéré assimilable à un VER (Volume Élémentaire Représentatif) et donc adapté à la conduite de campagnes expérimentales de caractérisation du comportement mécanique de roches altérées.

On s'intéresse ici à l'évolution des propriétés pétrophysiques et géomécaniques des roches réservoir sous l'effet de l'altération chimique. Les roches carbonatées sont par nature plus sensibles à l'acidification que les roches gréseuses (à l'exception des grès à ciment carbonaté). Afin de se placer dans un cadre défavorable constituant une limite haute pour l'évaluation des effets chimiques sur la roche hôte, cette étude a été conduite sur une formation calcaire.

Dans ce chapitre, nous commençons par décrire en détail la méthodologie expérimentale suivie. On présente ensuite les résultats obtenus et leurs interprétations.

### 3.1.1 Méthodologie expérimentale

La caractérisation de l'impact de l'altération chimique sur les propriétés pétrophysiques et géomécaniques des roches carbonatées constitue le coeur de notre étude. L'ensemble des essais doit être réalisé sur des échantillons assimilables à un volume élémentaire représentatif (VER) que ce soit dans leur état intact ou altéré. L'analyse des résultats observés intègre les données sur l'évolution de la microstructure de la roche. La méthodologie expérimentale comporte plusieurs étapes clés.

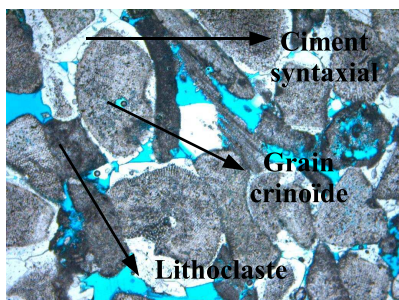


Figure 3.1 – Photo d'une lame mince de calcaire d'Euville

La première étape a été de sélectionner la roche étudiée. Afin de limiter la complexité des interactions chimiques, notre choix s'est porté sur un calcaire quasiment pur. La roche carbonatée étudiée est le calcaire d'Euville qui provient du département de la Meuse situé dans le bassin de Paris. En termes de propriétés pétrographiques, il s'agit d'un calcaire bioclastique riche en entroques et pellets. Selon la classification de Dunham, le calcaire d'Euville est un calcaire de type "crinoidal grainstone". L'observation de lames minces montre la présence de grains formés à partir de crinoïdes et de "lithoclastes", qui sont des fragments issus de la désagrégation d'une masse rocheuse (cf. Figure 3.1).

Autour des grains crinoïdaux, on observe le développement d'un ciment syntaxial. L'analyse par diffraction aux rayons X donne une composition du milieu à 99% de calcite. Le calcaire d'Euville possède une porosité moyenne de l'ordre de 17% et une perméabilité intrinsèque comprise entre 70 mD et 150 mD.

Un nombre important d'échantillons a été carotté. Une étude préliminaire nous a permis d'éliminer les échantillons qui présentent de fortes hétérogénéités.

La deuxième étape a consisté à structurer le programme expérimental, qui comprend plusieurs phases :

- la caractérisation de la microstructure de la roche par différentes techniques : RMN, porosimétrie au mercure, microscopie électronique à balayage (MEB), microscanner ;
- l'altération chimique homogène des échantillons ;
- la mesure des propriétés pétrophysiques avant et après altération chimique ;
- la caractérisation des propriétés géomécaniques des échantillons intacts et altérés.

Il faut noter que chaque méthode expérimentale possède ses propres caractéristiques et limitations. Elles sont en premier lieu réalisées sur des échantillons de tailles différentes. Les essais mécaniques sont par nature destructifs et réalisés sur des échantillons de 40 mm de diamètre et de 80 mm de longueur (40x80 mm). L'analyse par RMN conserve l'intégrité des échantillons étudiés mais oblige à travailler sur des échantillons avec une taille maximale de 40x60 mm. Plusieurs techniques de caractérisation de la microstructure telles que la porosimétrie au mercure et l'observation sous MEB nécessitent de détruire les échantillons utilisés. La comparaison des propriétés mesurées entre deux états d'altération sur un même échantillon devient dès lors impossible. L'utilisation de méthodes destructives impose d'utiliser différents échantillons à l'état intact et altéré pour encadrer les tendances d'évolution des propriétés de la roche entre ces états.

Une série d'essais initiale ayant été réalisée, des essais supplémentaires peuvent être définis en fonction des résultats obtenus pour compléter la compréhension des phénomènes.

Les figures 3.2 et 3.3 présentent la structuration des essais permettant la caractérisation de l'évolution des propriétés hydromécaniques (pétrophysiques et géomécaniques) et de la microstructure de la roche étudiée. La sélection des échantillons constitue une étape clé et sera présentée en détail pour chaque partie de l'étude.

### **3.1.2 Programme expérimental et sélection des échantillons**

L'objectif principal est de caractériser l'évolution des propriétés hydromécaniques du calcaire d'Euville sous l'effet de l'altération chimique. La sélection des échantillons étudiés doit permettre la comparaison des données entre les états intacts et altérés (cf. Figure 3.2). Les échantillons destinés à être testés à l'essai triaxial à l'état intact doivent permettre de caractériser le comportement mécanique de la roche étudiée. Les échantillons retenus pour les essais d'altération chimique doivent permettre la caractérisation de l'évolution des propriétés

pétrophysiques (porosité et perméabilité) et du comportement mécanique de la roche à l'état altéré.

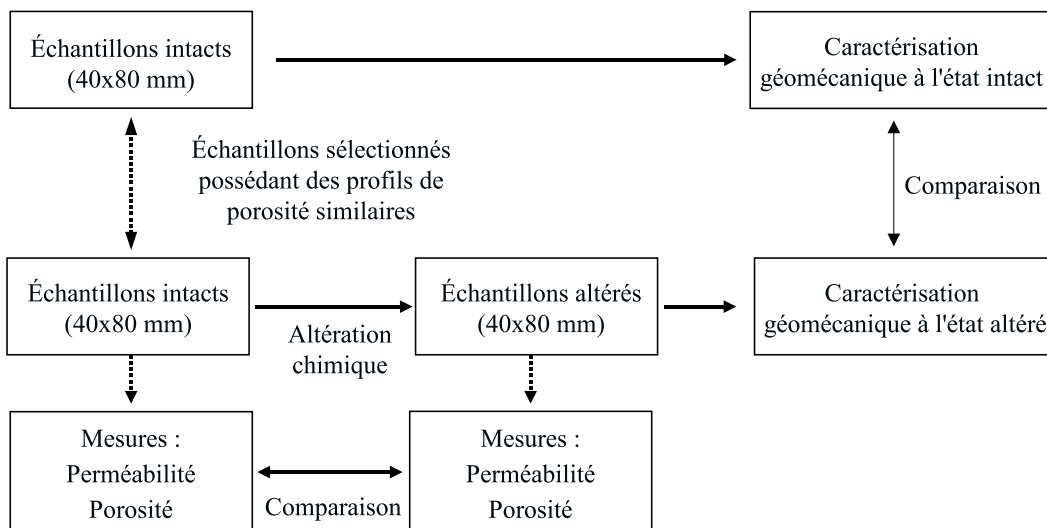


Figure 3.2 – Caractérisation de l'évolution des propriétés pétrophysiques et géomécaniques

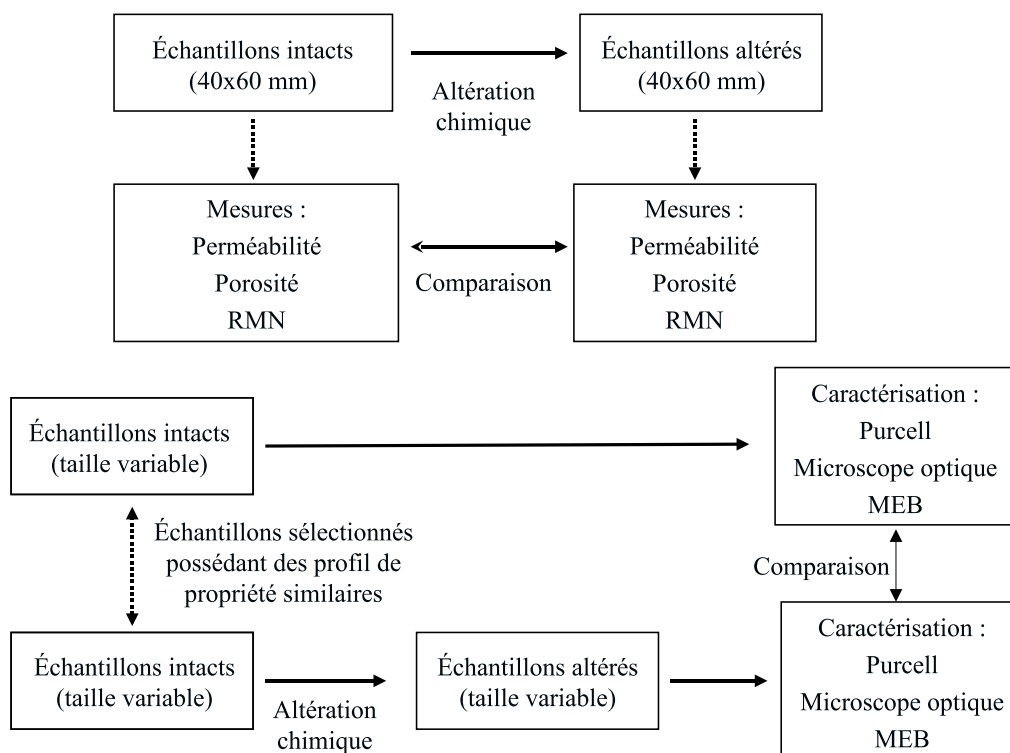


Figure 3.3 – Caractérisation de l'évolution de la microstructure

Un nombre important de carottes de 40 mm de diamètre et 200 mm de longueur (profondeur maximale du carottier) a été carotté sur le bloc d'Euville sélectionné (cf. Figure 3.4). Ces carottes sont ensuite découpées en deux échantillons de taille standard 40x80 mm (dimensions

adaptées aux cellules triaxiales du laboratoire), qui sont numérotés. La lettre avant le chiffre représente la position de l'échantillon recoupé par rapport à la hauteur du bloc. Par exemple, l'échantillon H1 se trouve à la position 1 et proche de la surface supérieure du bloc. Quelques échantillons ont été ensuite recoupés à une longueur de 60 mm pour obtenir une taille optimale au regard de l'analyse RMN. L'ensemble des échantillons sont passés au scanner pour étudier la structure interne de la roche afin d'éviter de travailler sur les échantillons présentant une forte hétérogénéité. La flèche sur l'échantillon indique le sens d'avancement de l'appareil (cf. Figure 3.4). Elle sert également à repérer le sens d'injection de l'acide retard.

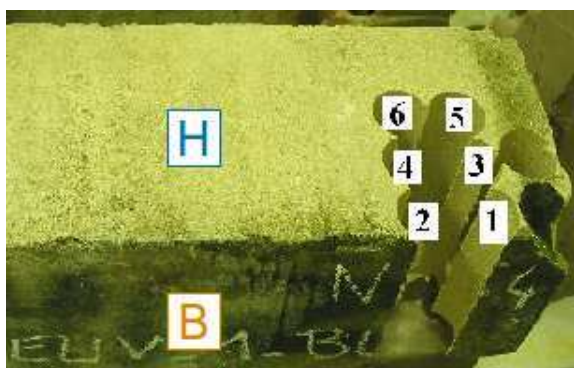


Figure 3.4 – Photo du bloc du calcaire d'Euville étudié

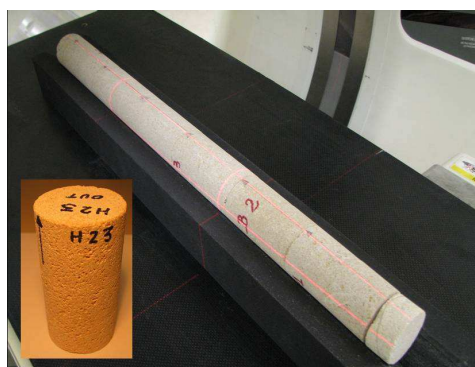


Figure 3.5 – Observation sous le scanner médical

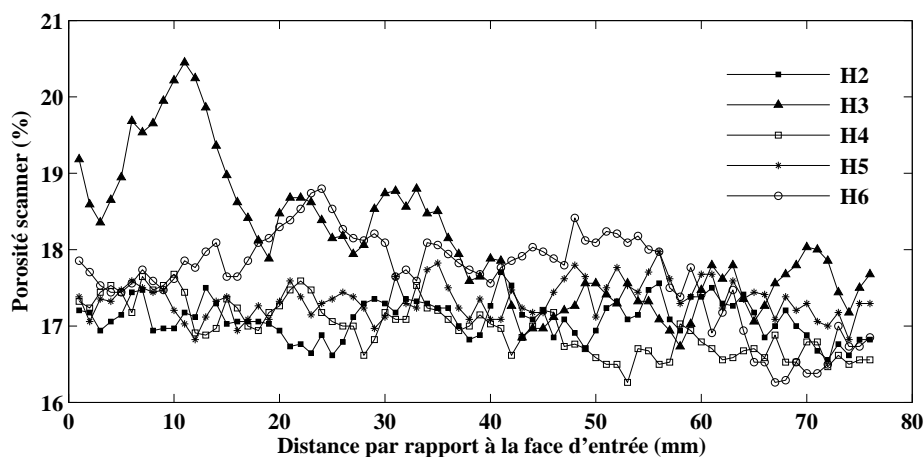


Figure 3.6 – Exemple de profils de porosité scanner de quelques échantillons d'Euville

La figure 3.6 présente le profil de porosité scanner de quelques échantillons carottés dans le bloc de calcaire d'Euville. Nous pouvons remarquer que l'échantillon H3 présente une zone de porosité élevée localisée près de la surface d'entrée, qui traduit la présence d'une importante quantité de pores dans cette zone (cf. Figure 3.7). Cet échantillon présente une forte hétérogénéité par rapport aux autres échantillons carottés et n'a pas donc été retenu pour la caractérisation expérimentale. Cette caractérisation préliminaire du niveau d'homogénéités

des échantillons a été réalisée sur l'ensemble des échantillons carottés et a permis d'écarter les échantillons présentant des hétérogénéités marquées.

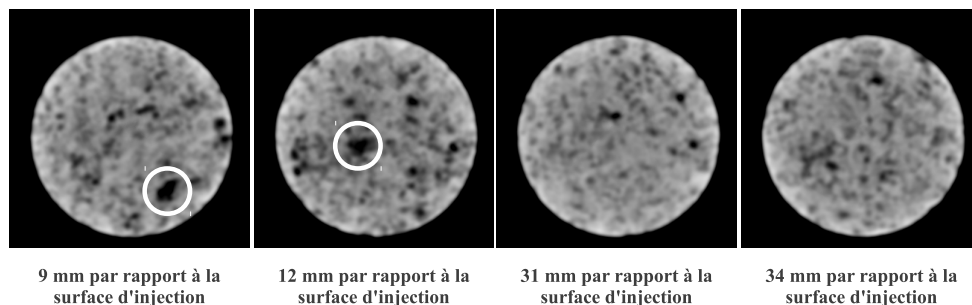


Figure 3.7 – Sections scanner de l'échantillon H3 à différentes distances par rapport à la face d'entrée

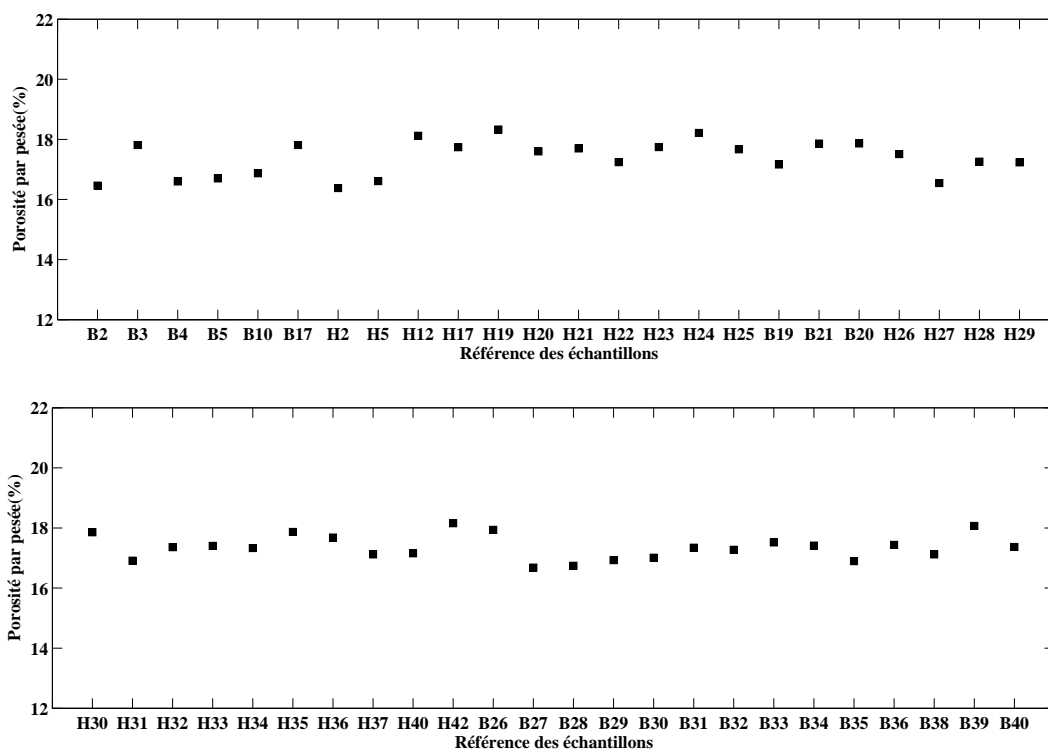


Figure 3.8 – Données de porosité par pesée de l'ensemble des échantillons d'Euville sélectionnés

Les échantillons sélectionnés sont saturés en saumure (NaCl à 5g/l), puis leur porosité par pesée est mesurée. La figure 3.8 reporte la porosité initiale, déterminée par pesée, des échantillons de calcaire d'Euville sélectionnés. L'écart entre la porosité maximale (18,2%) et la porosité minimale (16,2%) est de 2%. Sachant que 3 cycles de traitement acide induisent une augmentation de porosité d'environ 1%, on s'assure ainsi de pouvoir comparer le comportement mécanique d'un échantillon intact et d'un échantillon altéré de même niveau de porosité (cf. programme expérimental 1, Figure 3.2).

La figure 3.9 présente les données de porosité par pesée et de porosité scanner de l'ensemble des échantillons sélectionnés. On note que le calcul à partir des données scanner surestime la

porosité, mais une corrélation linéaire entre les deux valeurs de porosité obtenues se dégage clairement.

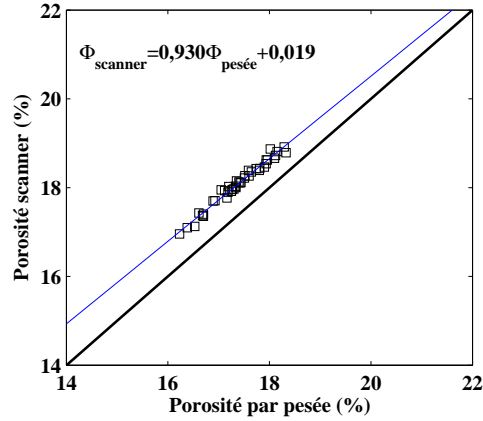


Figure 3.9 – Relation entre porosité par pesée et porosité scanner des échantillons sélectionnés

Afin de caractériser le comportement mécanique à l'état intact du calcaire étudié, trois niveaux de confinement effectif ont été sélectionnés dans un premier temps (5 MPa, 12,5 MPa et 20 MPa). La valeur de 12,5 MPa correspond à la contrainte horizontale effective attendue à la profondeur d'injection envisagée dans le cas d'étude du champ de Saint-Martin de Bossenay (Brosse et al., 2005). L'analyse des résultats obtenus nous a conduit à tester deux niveaux de confinement supplémentaires : 1 MPa et 16 MPa. Pour chaque niveau de confinement testé, deux échantillons présentant deux niveaux de porosité différents ont été sélectionnés. L'objectif est d'une part d'étudier l'impact du confinement sur le comportement mécanique du calcaire d'Euville et d'autre part de disposer d'un encadrement pour un niveau de porosité minimum et un niveau de porosité maximum des données à l'état intact.

La figure 3.10 et le tableau 3.1 présentent la porosité initiale des échantillons sélectionnés pour chaque niveau de confinement appliqué pendant les essais triaxiaux.

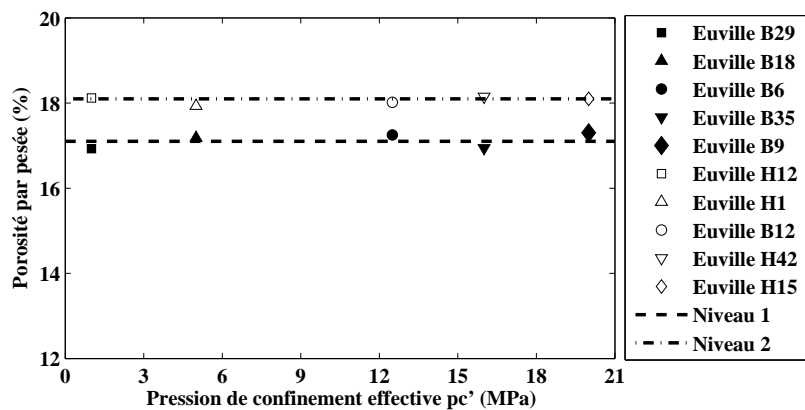


Figure 3.10 – Représentation graphique du programme d'essai triaxial suivi pour les échantillons de deux niveaux de porosité différents testés à l'état intact

Échantillons	Porosité par pesée	Niveau de porosité	Traitement acide	$p'_c$ (MPa)
B29	16,9%	Niveau1	non	1
H12	18,1%	Niveau2	non	1
B18	17,2%	Niveau1	non	5
H1	17,9%	Niveau2	non	5
B6	17,2%	Niveau1	non	12,5
B12	18,0%	Niveau2	non	12,5
B35	16,9%	Niveau1	non	16
H42	18,2%	Niveau2	non	16
B9	17,3%	Niveau1	non	20
H15	18,1%	Niveau2	non	20

Tableau 3.1 – Références et programme d'essai triaxial suivi pour les échantillons testés à l'état intact

La sélection des échantillons destinés à subir un traitement acide pour permettre la caractérisation du comportement mécanique à l'état altéré doit s'appuyer sur leur porosité finale (i.e. après altération chimique). Deux niveaux d'altération ont été étudiés : le premier est obtenu à l'issue de trois cycles de traitement acide, ce qui devrait correspondre à une porosité additionnelle d'environ 1%, et le second à l'issue de six cycles de traitement acide, ce qui devrait correspondre à une porosité additionnelle d'environ 2%, d'après de précédentes études conduites à l'IFPEN (Bemer et Lombard, 2009). L'idée est d'obtenir, après altération chimique, des échantillons de deux niveaux de porosité : le premier associé à 3 cycles de traitement et le second associé à 6 cycles de traitement, supérieurs au niveau de porosité maximal des échantillons testés à l'état intact. Ces dix échantillons suivront ensuite le même programme d'essai triaxial que ceux à l'état intact (i.e. essais triaxiaux conduits à cinq niveaux de confinement effectif 1 MPa, 5 MPa, 12,5 MPa, 16 MPa et 20 MPa).

La figure 3.11 et le tableau 3.2 reportent les données de porosité par pesée des dix échantillons sélectionnés pour l'altération chimique ainsi que les valeurs prévues (après altération à trois ou six cycles). Les valeurs de porosité initiales sont bien comprises entre les niveaux inférieur et supérieur des échantillons testés à l'état intact et les porosités après altération chimique attendues sortent bien de l'intervalle défini sur la figure 3.10.

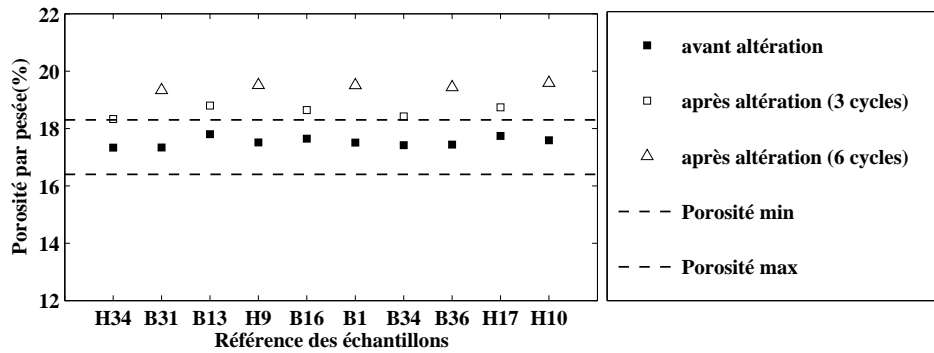


Figure 3.11 – Représentation graphique du programme d’essai triaxial suivi pour les échantillons altérés chimiquement à 3 cycles et 6 cycles de traitement acide

Échantillons	Porosité par pesée	Traitement acide	$p'_c$ (MPa)
H34	17,3%	3 cycles	1
B31	17,3%	6 cycles	1
B13	17,8%	3 cycles	5
H9	17,5%	6 cycles	5
B16	17,6%	3 cycles	12,5
B1	17,5%	6 cycles	12,5
B34	17,4%	3 cycles	16
B36	17,4%	6 cycles	16
H17	17,7%	3 cycles	20
H10	17,6%	6 cycles	20

Tableau 3.2 – Références et programme d’essai triaxial suivi pour les échantillons altérés chimiquement

### 3.1.3 Évolution des propriétés pétrophysiques sous l’effet de l’altération chimique

On s’intéresse ici à l’impact de l’attaque acide sur la porosité et la perméabilité du calcaire d’Euville. La porosité est mesurée sur les échantillons avant et après altération chimique. Deux techniques ont été utilisées : porosité par pesée et porosité scanner. La mesure de la perméabilité est réalisée à la saumure au sein même du dispositif expérimental d’altération chimique.

#### 3.1.3.1 Évolution de la porosité

Le tableau 3.3 donne les valeurs de porosité par pesée et par mesure scanner des différents échantillons avant et après altération chimique. Les augmentations de porosité déduites des

mesures par pesée et par mesure scanner sont cohérentes, mais présentent un écart plus ou moins marqué.

Échs	Porosité par pesée initiale	Porosité scanner initiale	Traite-ment acide	Porosité par pesée finale	Porosité scanner finale	$\Delta$ Porosité par pesée	$\Delta$ Porosité scanner	Porosité finale calculée
H34	17,3%	18,0%	3 cycles	18,4%	18,9%	1,0%	0,9%	18,2%
B31	17,3%	18,0%	6 cycles	19,3%	19,7%	2,0%	1,7%	19,0%
B13	17,8%	18,4%	3 cycles	18,4%	19,3%	0,6%	0,9%	18,7%
H9	17,5%	18,3%	6 cycles	19,4%	20,3%	1,9%	2,0%	19,5%
B16	17,6%	18,4%	3 cycles	18,5%	19,4%	0,9%	1,0%	18,7%
B1	17,5%	18,2%	6 cycles	19,0%	19,9%	1,5%	1,7%	19,2%
B34	17,4%	18,1%	3 cycles	18,8%	19,1%	1,3%	1,0%	18,5%
B36	17,4%	18,1%	6 cycles	19,5%	19,9%	2,1%	1,8%	19,3%
H17	17,7%	18,4%	3 cycles	18,7%	19,4%	1,0%	0,9%	18,7%
H10	17,6%	18,4%	6 cycles	19,5%	20,3%	1,9%	1,9%	19,5%

Tableau 3.3 – Porosité par pesée et scanner des échantillons avant et après altération chimique

Bien que définie pour être homogène, l'étape d'altération chimique peut induire une modification de l'état de surface de l'échantillon altéré au niveau de la face d'injection (cf. Figure 3.12). Cette modification induit une incertitude sur le calcul du volume total de l'échantillon à partir de la mesure de sa hauteur et de son diamètre, et donc une incertitude augmentée sur la mesure de porosité par pesée. La figure 3.13 reporte les données de porosité par pesée et de porosité par mesure scanner pour l'ensemble des échantillons à l'état intact et altéré. Malgré les incertitudes accrues sur la mesure de la porosité par pesée après altération chimique, la corrélation linéaire entre les valeurs de porosité par pesée et par mesure scanner reste toujours valable.



Figure 3.12 – État de surface de l'échantillon de calcaire d'Euville B13 après altération chimique

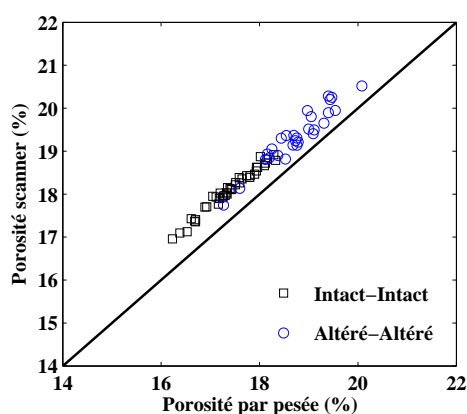


Figure 3.13 – Relation entre porosité par pesée et porosité scanner des échantillons intacts et altérés

Afin d'obtenir une estimation de la variation de porosité s'affranchissant des effets de bord, nous avons retenu la valeur déduite de la différence entre les profils de porosité scanner avant et

après altération. En effet, la variation de la densité scanner des échantillons de calcaire d'Euville induite par l'altération provient de la dissolution de la calcite et les corrélations établies entre densité scanner et porosité pour des échantillons de calcite sont alors valides. La porosité finale retenue pour la suite de l'étude est égale à la somme de la porosité par pesée avant altération et de la variation de porosité déduite de la mesure scanner. Nous observons alors que le traitement acide a induit une porosité additionnelle d'environ  $0,9\% \pm 0,1\%$  pour trois cycles et  $1,8\% \pm 0,1\%$  pour 6 cycles. Ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus par Bemer et Lombard (Bemer et Lombard, 2009).

La figure 3.14 donne des exemples des profils de porosité scanner avant et après altération d'échantillons ayant subi respectivement 3 et 6 cycles de traitement acide. La dissolution est effectivement homogène le long de l'échantillon, ce qui permet de conserver un échantillon altéré assimilable à un VER (Volume Élémentaire Représentatif) pour les essais triaxiaux. Les porosités finales des échantillons altérés sont systématiquement supérieures à la gamme de porosité des échantillons testés à l'état intact. Afin de pouvoir comparer les propriétés mécaniques d'un échantillon intact et d'un échantillon altéré possédant le même niveau de porosité finale, les essais d'altération chimique ont également été prévus sur des échantillons de porosité initiale plus faible.

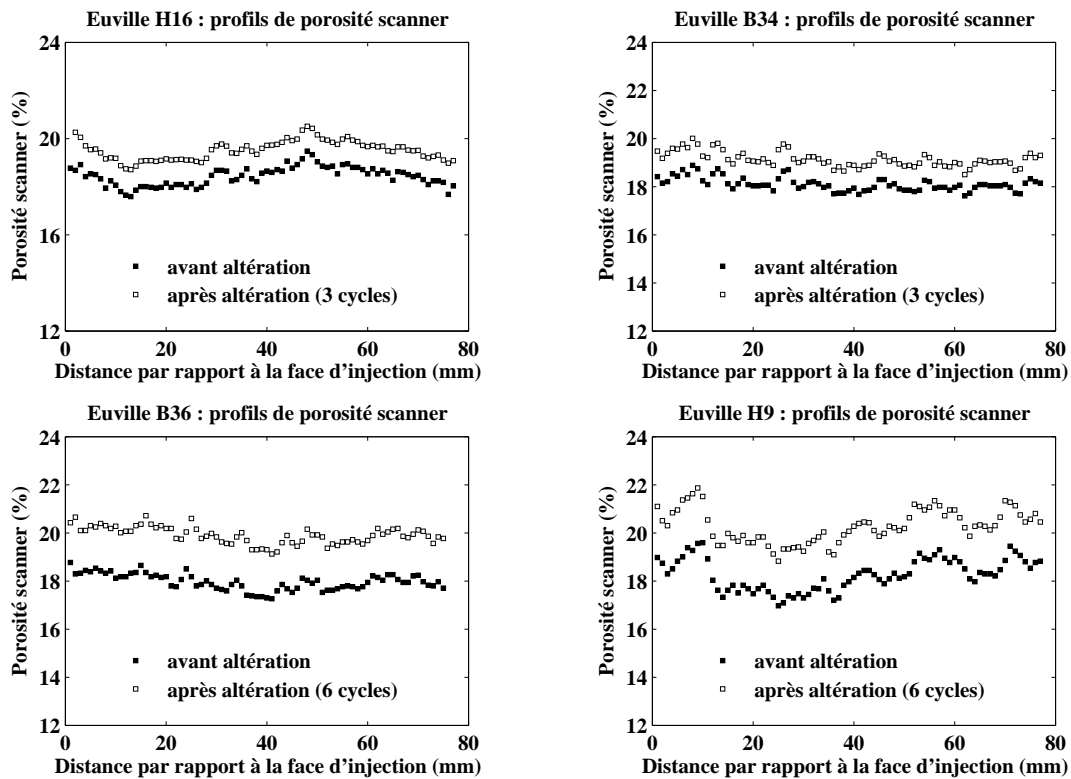


Figure 3.14 – Profils de porosité scanner d'échantillons altérés soumis à 3 et 6 cycles de traitement acide

### 3.1.3.2 Évolution de la perméabilité

La perméabilité des roches carbonatées est une propriété complexe, qui dépend non seulement de la nature de la roche mais également de phénomènes intervenant pendant la circulation des fluides. En plus de la valeur de porosité globale, on doit prendre en compte la répartition de la taille des pores et des gorges de pore. La perméabilité dépend principalement des rayons d'accès aux pores et donc de la taille des gorges de pore (Lucia, 1997). Toute variation à ce niveau aura une influence majeure sur l'évolution de la perméabilité. Des phénomènes de dissolution localisés au niveau des gorges de pore pourraient conduire à une augmentation significative de la perméabilité. A contrario, le déplacement de fines susceptible d'être induit par l'altération pourrait générer un blocage de certaines gorges de pore (Bemer et Lombard, 2009; Izgec et al., 2008; Noiriél et al., 2005).

Les altérations à l'acide retard conduites sur des échantillons des calcaires du Comblanchien et de Lavoux Jaune dans le cadre du projet ANR-GéoCarbone INJECTIVITE n'ont pas montré de tendance claire d'évolution de la perméabilité (Bemer et al., 2008). Les augmentations et diminutions observées traduisent la compétition des phénomènes décrits ci-dessus.

Dans le cadre de notre étude sur des échantillons de calcaire d'Euville, différentes mesures de la perméabilité ont été réalisées avant et après altération chimique. La circulation des fluides (solution d'acide retard et saumure) a lieu dans un seul sens, ce qui est cohérent avec les conditions in situ mais rend la mesure sensible au déplacement de fines. Un nouveau dispositif qui permettra de mesurer la perméabilité pour les deux sens d'injection sera prochainement mis en place afin de permettre un test de sensibilité sur la mesure de perméabilité. On note que le capteur de pression différentielle a bien été purgé après les cycles de traitement acide pour chasser les bulles qui pourraient avoir été formées après la réaction chimique. Un faible débit d'injection d'environ  $2 \text{ cm}^3/\text{h}$  a systématiquement été imposé pour maintenir une circulation de fluide pendant la nuit et le week-end.

La mesure de perméabilité s'effectue en régime permanent par injection d'un fluide (saumure en NaCl à 5g/l filtrée à  $0,05 \mu\text{m}$ ) à différents débits dans l'échantillon. La perméabilité est déduite de la courbe donnant la pression différentielle à l'équilibre (entre l'amont et l'aval de l'échantillon) en fonction du débit imposé. Les figures 3.15 et 3.16 reportent les mesures de perméabilité des échantillons B34 et H4, soumis à trois cycles de traitement acide, et des échantillons H10 et H9, soumis à six cycles de traitement acide en fonction du débit d'injection maximal imposé au cours de la mesure. Les mesures de perméabilité réalisées sur les échantillons intacts sont très reproductibles et ne sont pas influencées par les débits d'injection imposés. Les mesures conduites après altération présentent une variabilité plus marquée traduisant l'instabilité induite par effets de bouchage-débouchage des gorges de pore par des fines.

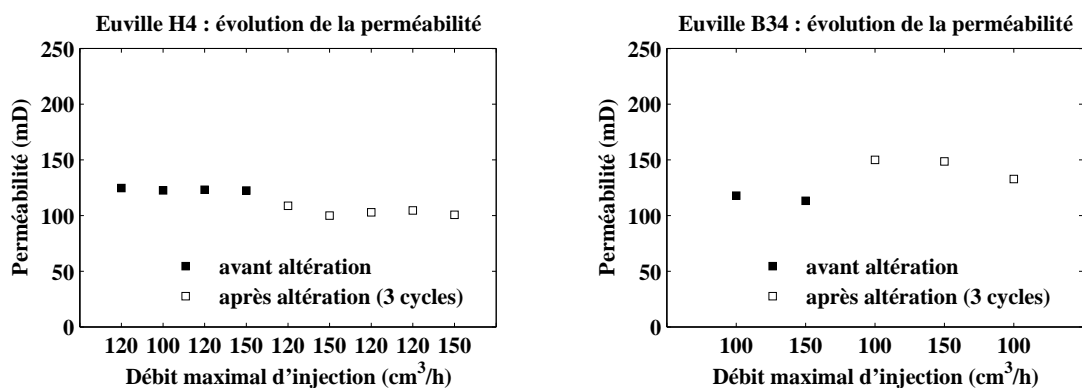


Figure 3.15 – Évolution de la perméabilité des échantillons B34 et H4 soumis à trois cycles de traitement acide

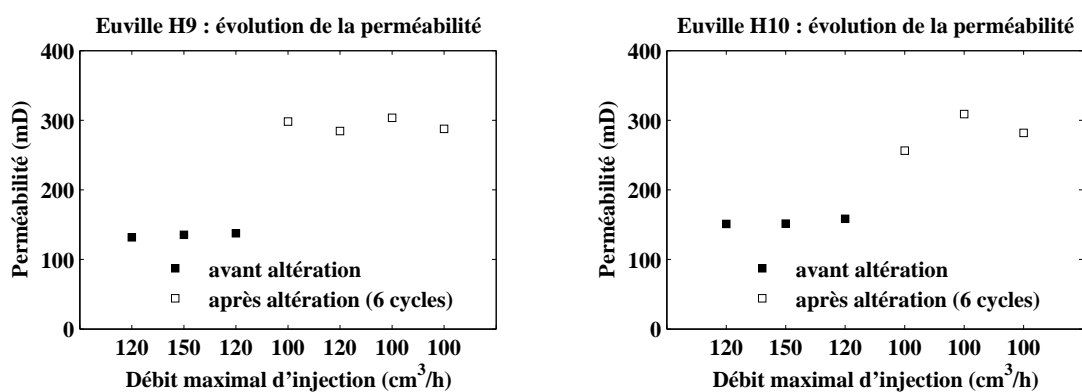


Figure 3.16 – Évolution de la perméabilité des échantillons H10 et H9 soumis à six cycles de traitement acide

Le tableau 3.4 donne les valeurs de perméabilité mesurées avant et après altération pour l'ensemble des échantillons soumis à des traitements acides. Les résultats obtenus montrent une nette augmentation de la perméabilité des échantillons soumis à six cycles de traitement acide. Cette augmentation s'explique par l'accroissement de la taille moyenne des seuils d'accès aux pores due à la dissolution de calcite. Les échantillons soumis à trois cycles de traitement acide ne montrent pas de tendance similaire. La perméabilité présente une augmentation ou une diminution d'amplitude modérée alors qu'un gain d'une unité de porosité (1%) a été obtenu après altération chimique. L'effet combiné d'une faible augmentation des rayons d'accès aux pores et d'un dépôt de fines dans les gorges de pore pourrait être à l'origine des résultats observés.

La figure 3.17 présente l'évolution de la perméabilité de l'échantillon B32 après chaque cycle de traitement acide. L'effet du déplacement de fines est très sensible sur les premiers cycles de traitement acide où la mesure de la perméabilité altérée présente des oscillations. Les valeurs de perméabilité mesurées après 3 cycles de traitement acide restent très proche de l'intervalle de la perméabilité initiale. La perméabilité augmente ensuite très progressivement cycles après cycles

avec une augmentation plus nette après le sixième cycle de traitement acide. L'effet dominant est alors l'accroissement de la taille des gorges de pore.

Échantillons	Perméabilité initiale (mD)	Nombre de cycles	Perméabilité finale	$\Delta Kw$ (mD)	$\Delta Kw$ (%)	Programme expérimental
H34	144	3	168	24	17%	initial
B13	128	3	140	12	9%	initial
B16	119	3	120	1	1%	initial
B34	116	3	144	28	24%	initial
H17	130	3	129	-1	-1%	initial
B37	110	3	108	-2	-2%	supplémentaire
H38	101	3	103	2	2%	supplémentaire
H4	123	3	103	-20	-16%	supplémentaire
B31	121	6	221	100	82%	initial
H9	134	6	293	159	119%	initial
B1	104	6	189	85	82%	initial
H10	153	6	282	129	85%	initial
B36	129	6	249	119	92%	initial
B32	147	6	209	62	42%	supplémentaire
B39	104	6	153	50	48%	supplémentaire
B5	110	6	232	123	112%	supplémentaire

Tableau 3.4 – Perméabilité des différents échantillons avant et après altération chimique

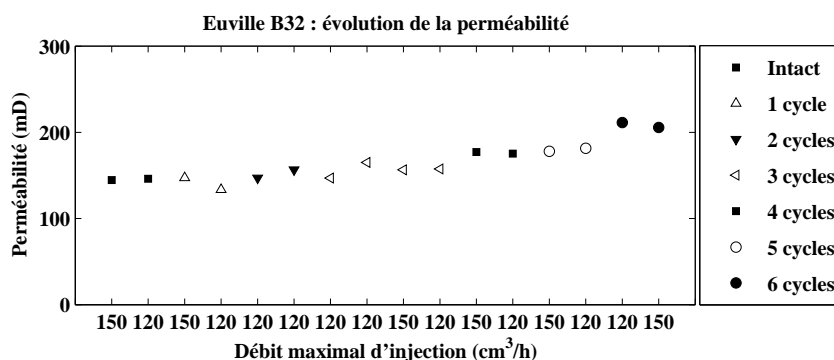


Figure 3.17 – Évolution de la perméabilité de l'échantillon B32

### 3.1.4 Évolutions des modules élastiques

Les échantillons intacts et altérés ont été testés à l'appareil triaxial pour étudier l'évolution des propriétés géomécaniques sous l'effet de l'altération chimique. Les paramètres géomécaniques considérés ici sont les modules élastiques drainés : module d'incompressibilité drainé  $K_0$  et module de cisaillement  $G$ .

#### 3.1.4.1 Caractérisation des modules élastiques drainés des échantillons à l'état intact

La figure 3.18 donne un exemple des courbes contrainte-déformation associées à une phase de décharge élastique. L'ensemble des courbes est regroupé dans l'annexe A, qui donne également

les niveaux de pression de confinement effective et de contrainte déviatorique atteints avant la décharge, ainsi que l'amplitude de la variation de contrainte déviatorique pendant la décharge.

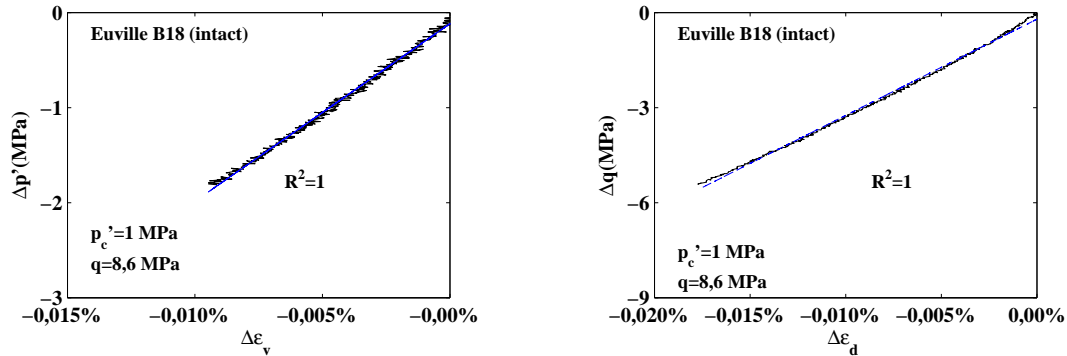


Figure 3.18 – Exemples des courbes obtenus pendant une phase de décharge élastique

Le tableau 3.5 synthétise les mesures des modules élastiques pour l'ensemble des échantillons testés à l'état intact. La figure 3.19 reporte ces valeurs en fonction de la porosité de l'échantillon. La dispersion des valeurs intègre à la fois les différences de porosité et la dispersion intrinsèque de la roche. Le module d'incompressibilité drainé s'avère plus variable que le module de cisaillement.

Échantillons	Porosité par pesée	$K_0$ (GPa)	G (GPa)	Programme expérimental
B29	16,9%	21,0	11,1	Initial
H12	18,1%	19,8	10,3	Initial
B18	17,2%	18,7	10,1	Initial
H1	17,9%	19,1	10,6	Initial
B6	17,2%	20,4	11,2	Initial
B12	18,0%	22,1	11,5	Initial
B35	16,9%	18,6	11,6	Initial
H42	18,2%	17,6	10,8	Initial
B9	17,3%	20,8	10,6	Initial
H15	18,1%	20,4	10,2	Initial
H13	18,3%	23,7	11,1	Supplémentaire
H15	16,4%	18,9	11,8	Supplémentaire
H19	18,3%	21,6	10,8	Supplémentaire

Tableau 3.5 – Modules élastiques drainés des échantillons d'Euville à l'état intact

Bemer et al. (2004) ont proposé des relations empiriques reliant les propriétés élastiques des carbonates à la seule valeur de porosité. Les incertitudes associées sont naturellement relativement importantes, mais ces expressions permettent d'obtenir facilement des ordres de grandeur des propriétés recherchées. La figure 3.21 reporte les modules élastiques drainés mesurés sur les échantillons d'Euville et une série de données indépendantes correspondant à différents carbonates. Les courbes en trait plein correspondent aux tendances naturelles prédites par le modèle

(Bemer et al., 2004). Les courbes en pointillés donnent les limites inférieure et supérieure du modèle déduites des données disponibles et définissent donc une plage de valeurs possibles non exhaustive. Les données obtenues pour le calcaire d’Euville s’incrivent dans les tendances globales. Les modules d’incompressibilité drainés des échantillons de calcaire d’Euville à l’état intact se situent dans la moyenne haute du modèle. Les modules de cisaillement se situent quant à eux plutôt dans la moyenne basse.

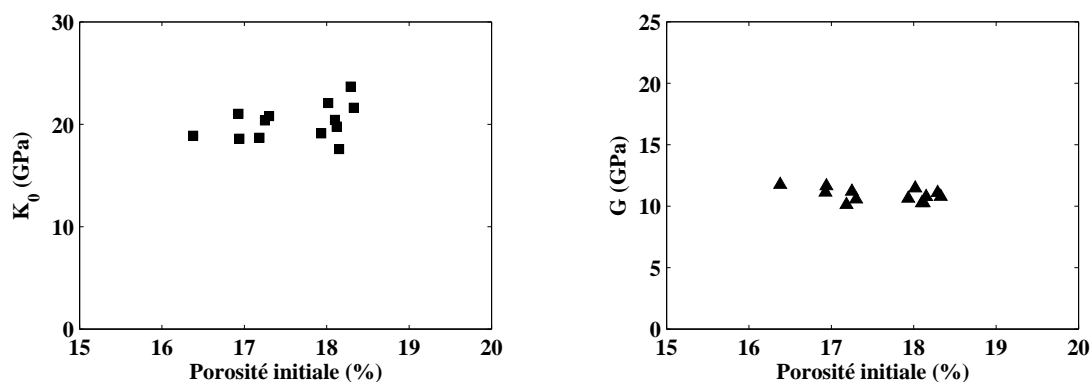


Figure 3.19 – Variabilité des modules élastiques drainés des échantillons d’Euville à l’état intact

### 3.1.4.2 Variation des modules élastiques drainés sous l’effet de l’altération

Le tableau 3.6 synthétise les mesures des modules élastiques de l’ensemble des échantillons testés à l’état altéré. La figure 3.20 reporte l’ensemble des données obtenues à l’état intact et altéré.

Échantillons	Porosité initiale	Nombre de cycles	Porosité finale	$K_0$ (GPa)	G (GPa)	Programme expérimental
H34	17,3%	3	18,2%	14,6	8,3	Initial
B31	17,3%	6	19,0%	12,3	7,7	Initial
B13	17,8%	3	18,7%	21,2	8,4	Initial
H9	17,5%	6	19,5%	12,4	6,2	Initial
B16	17,6%	3	18,7%	14,3	7,5	Initial
B1	17,5%	6	19,2%	13,5	7,1	Initial
B34	17,4%	3	18,5%	15,6	8,9	Initial
H17	17,7%	3	18,7%	13,0	7,4	Initial
H10	17,6%	6	19,5%	13,6	6,7	Initial
H16	17,8%	3	18,9%	15,3	8,1	Supplémentaire
H4	16,2%	3	17,0%	16,2	8,9	Supplémentaire
B19	17,2%	3	18,2%	15,9	8,8	Supplémentaire
B5	16,7%	6	18,7%	13,5	6,9	Supplémentaire
H5	16,6%	6	18,5%	12,9	7,6	Supplémentaire
B32	17,3%	6	19,3%	12,4	7,7	Supplémentaire

Tableau 3.6 – Mesures des modules élastiques drainés des échantillons à l’état altéré

En dehors de l’échantillon B13, qui présente un module d’incompressibilité drainé nettement

supérieur à la gamme des modules altérés, on observe une diminution des modules élastiques drainés pour les échantillons altérés, les échantillons ayant subi 6 cycles de traitement acide présentant une chute de raideur plus importante que ceux altérés à 3 cycles. Ces observations sont cohérentes avec le niveau de porosité plus élevé des échantillons altérés. La dispersion intrinsèque de la roche rend difficile la distinction entre les effets purement chimiques et la simple augmentation de la porosité.

La figure 3.21 compare les modules intacts et altérés avec les tendances naturelles des carbonates. La diminution de raideur induite par l'altération chimique fait chuter les modules d'incompressibilité drainés dans la moyenne basse des tendances mais ils ne sortent pas de l'intervalle de variation permis par le modèle. Les modules de cisaillement des échantillons altérés présentent une chute plus marquée par rapport aux échantillons à l'état intact. Les valeurs de modules de cisaillement obtenues après altération sortent ainsi nettement des tendances naturelles comme c'était le cas pour les résultats obtenus sur le calcaire du Comblanchien dans le cadre du projet ANR GéoCarbone-INJECTIVITE (Bemer et Lombard, 2009).

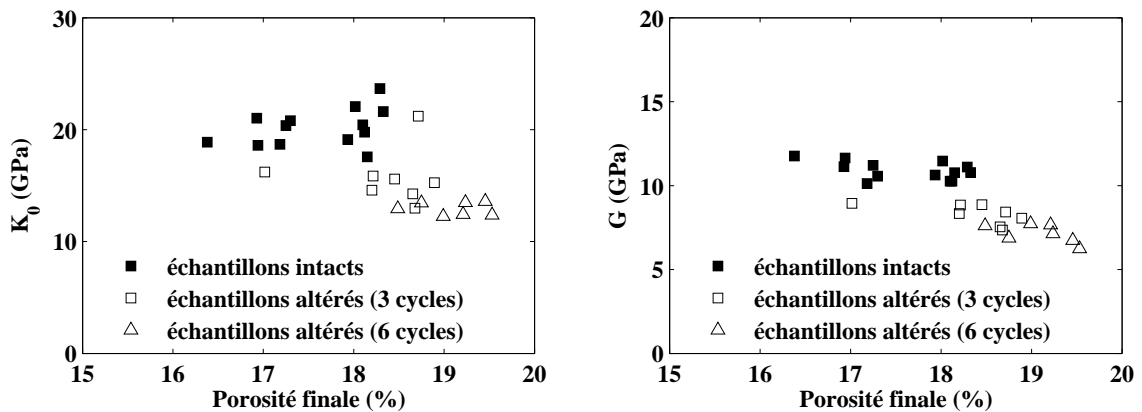


Figure 3.20 – Modules élastiques drainés des échantillons testés à l'état intact et altéré

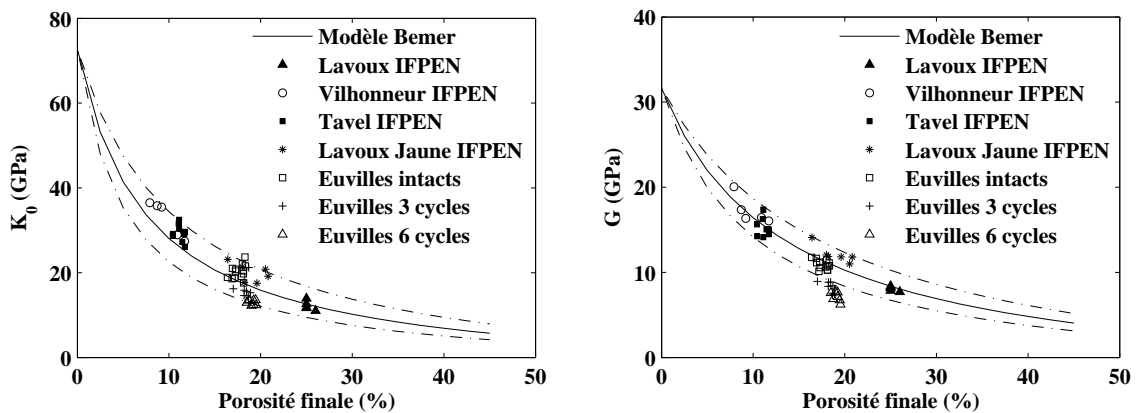


Figure 3.21 – Comparaison entre les modules élastiques drainés des échantillons d'Euville altérés et intacts et les tendances naturelles pour les carbonates

### 3.1.5 Évolution de la résistance à la rupture

#### 3.1.5.1 Résistance à la rupture des échantillons à l'état intact

Le tableau 3.7 regroupe les données de résistance à la rupture des échantillons testés à l'état intact ainsi que leur porosité initiale et le niveau de confinement effectif de l'essai. Les échantillons présentent un comportement géomécanique cohérent : pour un même niveau de confinement, la résistance à la rupture diminue avec l'augmentation de la porosité. Une roche de porosité donnée est en effet généralement plus résistante qu'une roche de même nature et de porosité plus élevée.

Échantillons	Porosité par pesée	Traitement acide	$p'_c$ (MPa)	$p'$ (MPa)	$q$ (MPa)
B29	16,9%	non	1	11,6	31,7
H12	18,1%	non	1	10,4	28,3
B18	17,2%	non	5	18,7	40,9
H1	17,9%	non	5	17,1	36,3
B6	17,2%	non	12,5	28,3	47,5
B12	18,0%	non	12,5	27,4	44,2
B35	16,9%	non	16	33,8	53,1
H42	18,2%	non	16	29,9	41,5
B9	17,3%	non	20	36,9	50,3
H15	18,1%	non	20	36,2	48,2

Tableau 3.7 – Données à la rupture des échantillons testés à l'état intact

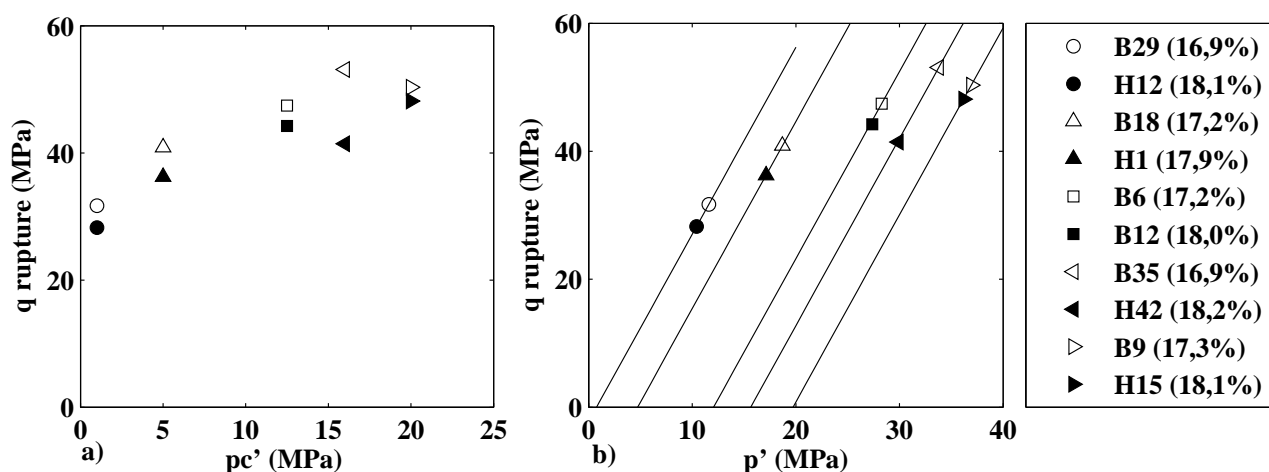


Figure 3.22 – Données à la rupture des échantillons intacts : (a) en fonction de la pression de confinement effective, (b) dans le plan  $p'$ - $q$

La figure 3.22 reprend l'ensemble des points de rupture des échantillons intacts en fonction de la pression de confinement effective (a) et dans le plan  $p'$ - $q$  (b). La résistance à la rupture

augmente avec la pression de confinement effective pour les essais conduits à un niveau de confinement effectif inférieur à 16 MPa, mais ce n'est plus le cas à partir de 20 MPa de confinement effectif. L'échantillon H42 présente une résistance à la rupture nettement plus faible que celle de l'échantillon B35 testé au même niveau de confinement (cf. Tableau 3.5). Ses modules élastiques drainés sont également faibles comparés à ceux des autres échantillons. L'essai correspondant a donc été doublé. L'échantillon B26 de porosité initiale de 17,9% contre 18,2% pour l'échantillon H42 a été sélectionné. Après essai à 16 MPa de pression de confinement effective, l'échantillon B26 présente une résistance à la rupture effectivement plus élevée que celle de l'échantillon H42 et plus en cohérence avec la tendance observée sur le jeu complet des échantillons testés à l'état intact (cf. Figure 3.23).

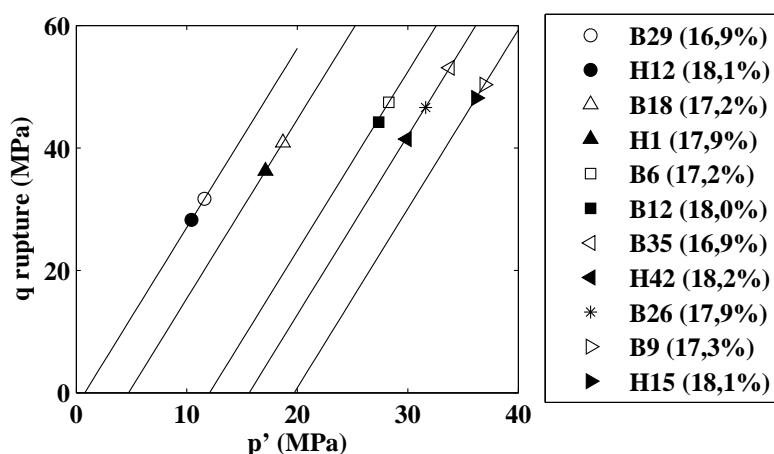


Figure 3.23 – Données de résistance à la rupture des échantillons intacts dans le plan  $p'$ - $q$

La figure 3.24 présente les courbes contrainte déviatorique-déformation axiale obtenues pendant la phase de chargement déviatorique pour les différents niveaux de confinement testés. La ligne droite représente la partie élastique du comportement de matériau lors de la mise en charge axiale après le chargement hydrostatique. On observe un maximum de déviateur pour les essais conduits à un niveau de confinement effectif inférieur ou égal à 12,5 MPa. L'échantillon soumis à 20 MPa de pression de confinement effective présente après rupture plusieurs plans de rupture. La rupture s'effectue sous l'effet du développement d'une microfissuration homogène ("cataclastic flow") (Wong et al., 1997; Zhu et al., 2010). En conclusion, la rupture des échantillons est de nature fragile lorsque la pression de confinement effective est inférieure ou égale à 12,5 MPa. La pression effective de 16 MPa semble être située dans la zone de transition et au delà de 20 MPa, on observe une rupture ductile.

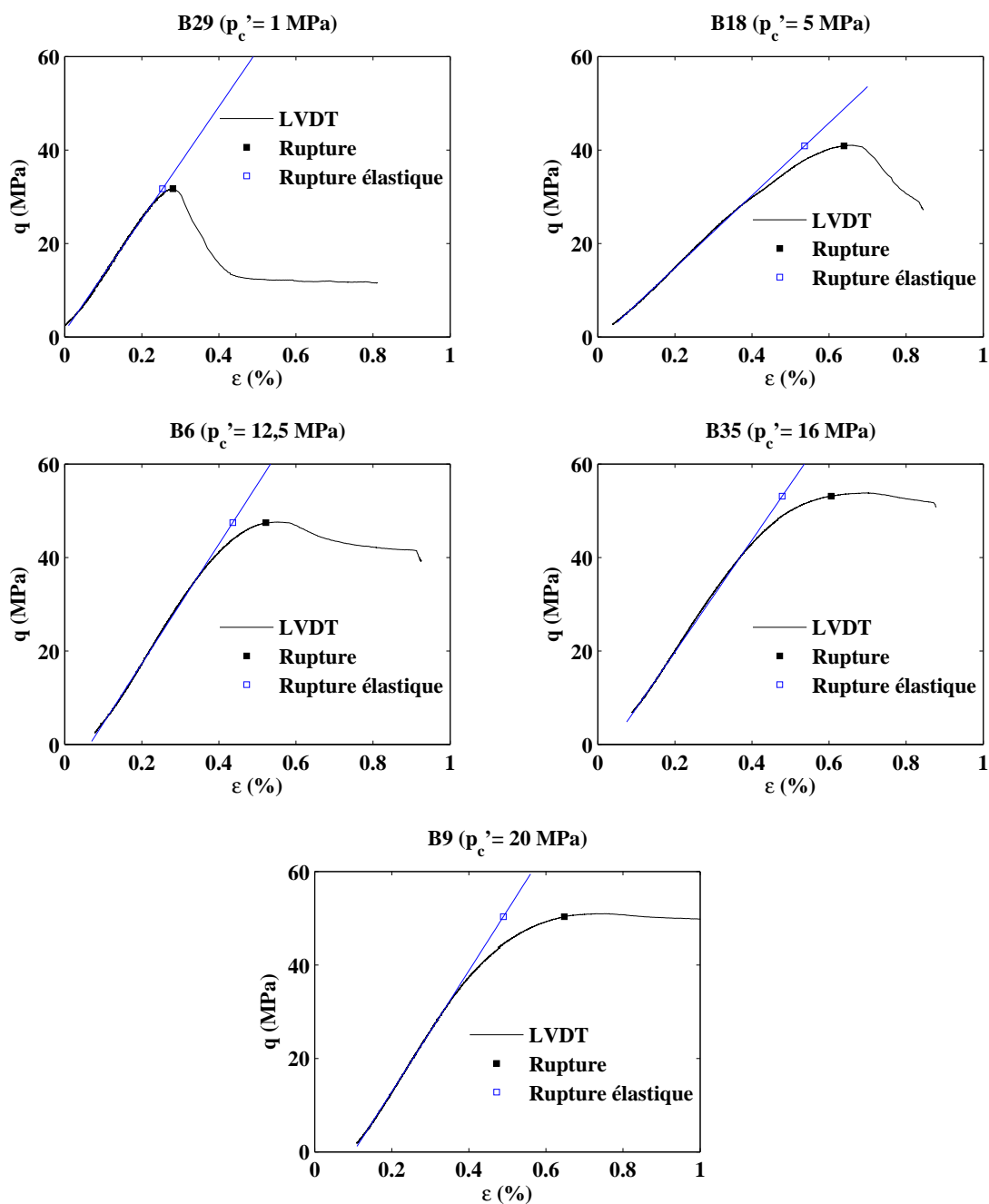


Figure 3.24 – Courbes contrainte déformation axiale obtenues pendant la phase de chargement déviatorique sur des échantillons testés à l'état intact

### 3.1.5.2 Évolution de la résistance à la rupture sous l'effet de l'altération chimique

Le tableau 3.8 synthétise les résultats des essais triaxiaux conduits sur le set initial de dix échantillons ayant subi une altération chimique. Les échantillons altérés de plus faible porosité sont globalement plus résistants que les échantillons altérés de porosité plus élevée et suivent donc qualitativement la tendance naturelle de variation de la résistance à la rupture en fonction de la porosité. Néanmoins, les échantillons H34 et B31, respectivement soumis à 3 et 6 cycles

de traitement acide, présentent un écart significatif de porosité finale, mais ont un niveau de résistance à la rupture équivalent. Des essais supplémentaires sont donc nécessaires pour affiner cette analyse.

Échantillons	Porosité initiale	Traitement acide	Porosité finale	$p'_c$ (MPa)	$p'$ (MPa)	$q$ (MPa)
H34	17,3%	3 cycles	18,2%	1	7,8	20,4
B31	17,3%	6 cycles	19,0%	1	8,1	21,2
B13	17,8%	3 cycles	18,7%	5	16,0	32,5
H9	17,5%	6 cycles	19,5%	5	14,1	26,7
B16	17,6%	3 cycles	18,7%	12,5	25,3	38,6
B1	17,5%	6 cycles	19,2%	12,5	23,1	31,1
B34	17,4%	3 cycles	18,5%	16	28,5	37,2
B36	17,4%	6 cycles	19,5%	16	27,4	33,9
H17	17,7%	3 cycles	18,7%	20	32,8	37,8
H10	17,6%	6 cycles	19,5%	20	28,8	25,9

Tableau 3.8 – Données à la rupture des échantillons testés à l'état altéré

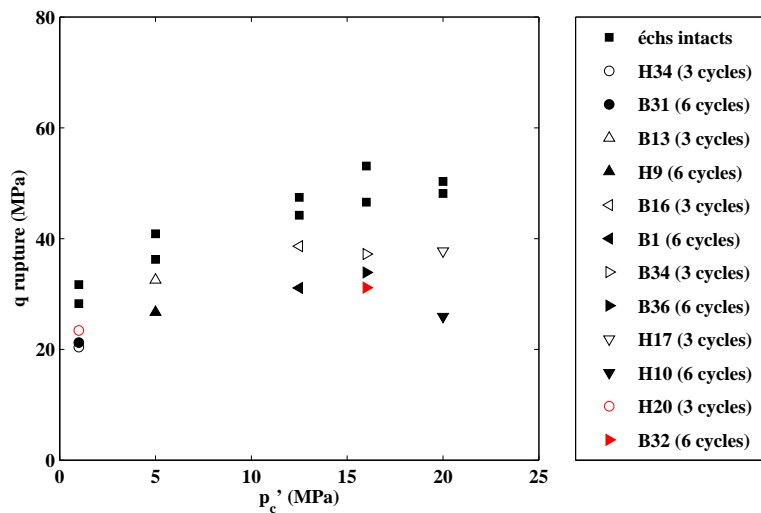


Figure 3.25 – Évolution de la résistance à la rupture en fonction du niveau d'altération et de la pression de confinement effective

Le niveau de confinement influence également le comportement à la rupture des échantillons à l'état altéré. Comme pour les échantillons intacts, la résistance à la rupture des échantillons altérés augmente avec le confinement pour une pression de confinement effective inférieure ou égale à 12,5 MPa, le mode de rupture étant de type fragile. Au delà de 20 MPa, la rupture est de type ductile et on observe une diminution significative de la résistance à la rupture dans le cas des échantillons altérés (cf. Figure 3.25).

La figure 3.26 compare dans le plan  $p'$ - $q$  les données à la rupture de l'ensemble des échantillons intacts et altérés. Les échantillons altérés présentent systématiquement une résistance à la rupture plus faible que ceux testés à l'état intact. Cette diminution peut être

imputable d'une part à leur niveau de porosité plus élevé et d'autre part à l'effet de l'altération chimique.

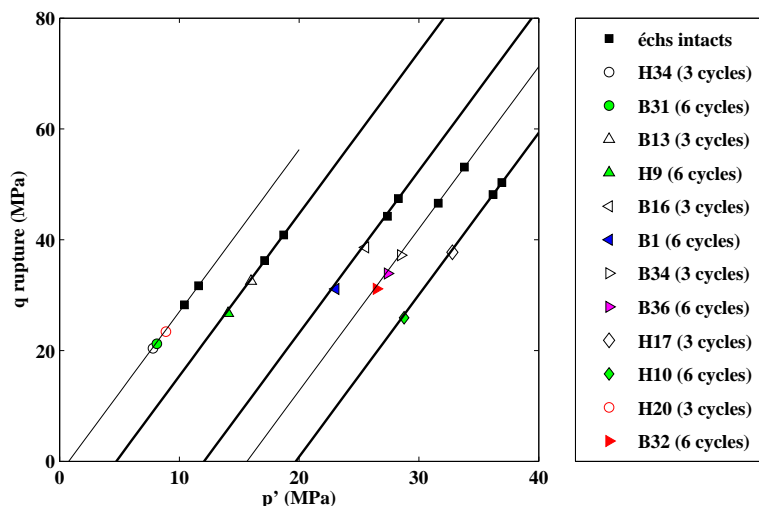


Figure 3.26 – Données à la rupture des échantillons intacts et altérés dans le plan p'-q

Les données de résistance à la rupture des échantillons testés après 3 cycles et 6 cycles de traitement acide sous 1 MPa (H34 et B31) et 16 MPa (B34 et B36) de pression de confinement effective étant très proches les unes des autres, deux essais supplémentaires ont été réalisés à ces deux niveaux de confinement. Les échantillons H20 et B32 qui possèdent le même niveau de porosité initiale que les échantillons H34 et B36 ont été sélectionnés et soumis respectivement à 3 et 6 cycles de traitement acide. Leurs porosités finales sont respectivement de 18,5% et 19,2%.

La résistance à la rupture de l'échantillon H20 testé à  $p'_c = 1$  MPa après altération chimique est significativement supérieure à celle de l'échantillon H34 altéré et testé dans les mêmes conditions. Comparé aux échantillon B29, H12 et B31 testés également à  $p'_c = 1$  MPa, l'échantillon H20 s'inscrit dans la tendance d'évolution de la résistance à la rupture avec l'augmentation de la porosité (cf. Figure 3.26 et Tableau 3.9).

La résistance à la rupture de l'échantillon B32 est inférieure à la résistance à la rupture de l'échantillon B36 altéré et testé dans les mêmes conditions. L'écart de résistance à la rupture entre les échantillons B32 altéré à 6 cycles et B34 à trois cycles, tous deux testés à  $p'_c = 16$  MPa, est notamment plus cohérent avec l'ensemble des données (cf. Figure 3.26 et Tableau 3.9). En considérant les données des échantillons supplémentaires H20 et B32, on obtient donc un jeu de données consistant. Les résultats divergents des échantillons H34 et B36 témoignent néanmoins d'une certaine variabilité des résultats.

Il s'agit à présent d'utiliser l'ensemble des résultats pour quantifier l'effet spécifique de l'altération chimique. La figure 3.27 donne la résistance à la rupture de l'ensemble des échantillons intacts et altérés en fonction de la porosité finale pour chaque niveau de confi-

nement effectif testé. Selon la pression de confinement effective considérée, on observe que la diminution de la résistance à la rupture en fonction d'une porosité accrue s'incurve et donc s'intensifie plus ou moins avec le niveau d'altération. Le changement de pente semble plus marqué pour les confinements plus élevés. L'influence de l'altération chimique serait alors plus sensible dans le cas d'une rupture de type ductile.

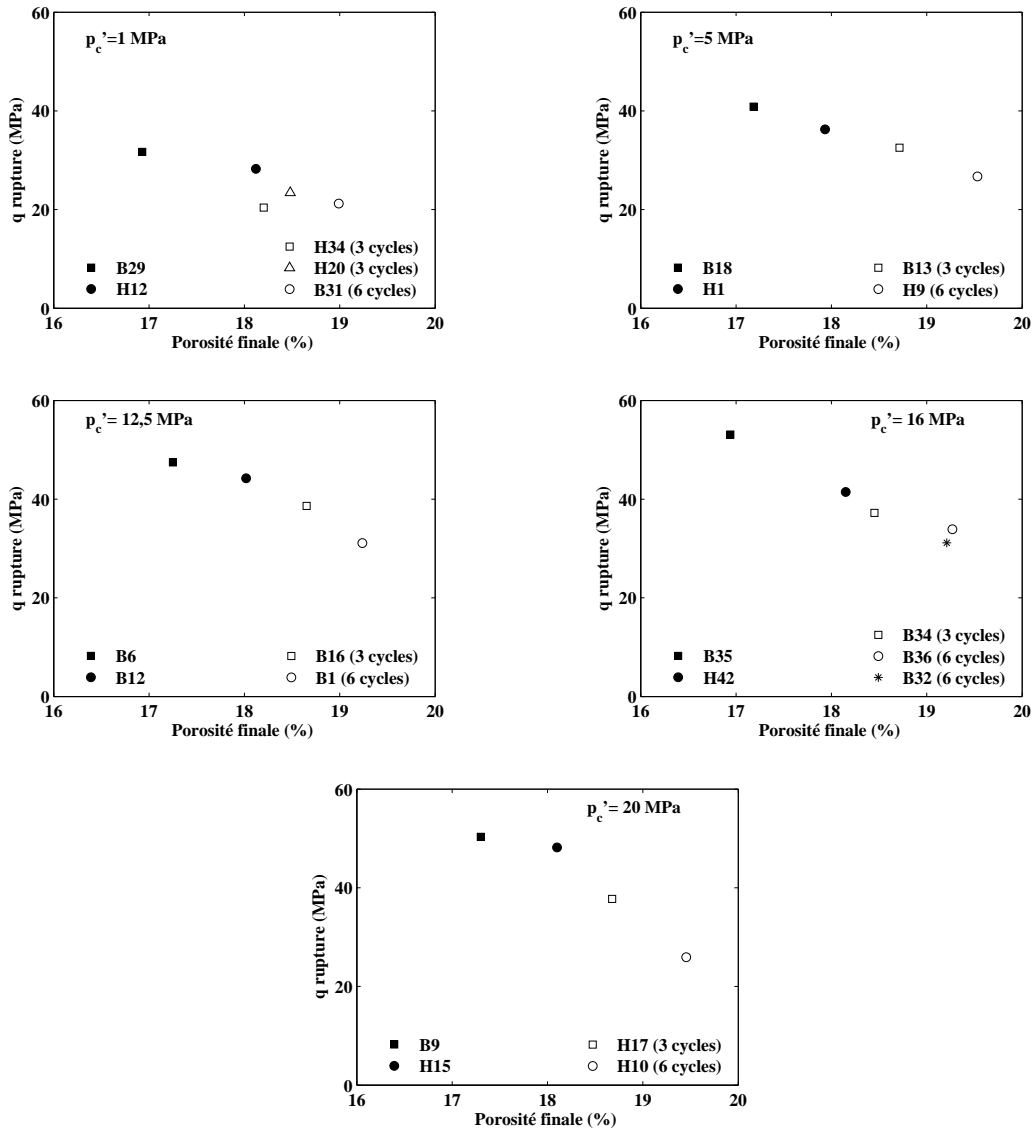


Figure 3.27 – Données de résistance à la rupture des échantillons intacts et altérés en fonction de la porosité finale

Des essais complémentaires sont indispensables pour confirmer les tendances observées sur le premier jeu de données. Nous avons sélectionné de nouveaux échantillons destinés à être testés à l'état intact et à l'état altéré à trois cycles et six cycles. Le choix de ces échantillons a été fait pour répondre à deux objectifs : disposer de données à l'état intact pour d'autres

porosités (H2 testé à  $p'_c = 12,5$  MPa, B26 testé à  $p'_c = 16$  MPa et H19 testé à  $p'_c = 20$  MPa) ; permettre la comparaison pour un niveau de porosité similaire entre des échantillons intacts et des échantillons altérés à 3 cycles de traitement acide et entre des échantillons altérés à 3 cycles de traitement acide et des échantillons altérés à 6 cycles de traitement acide.

Le tableau 3.9 reprend la liste des échantillons complémentaires, le traitement subi, les données à la rupture et la référence de l'échantillon auquel on cherche à comparer les résultats.

Échantillons	Porosité initiale	Traitement acide	Porosité finale	$p'_c$ (MPa)	$p'$ (MPa)	q (MPa)	Échantillons témoins
H20	17,6%	3 cycles	18,5%	1	8,9	23,4	H34
B30	17,1%	3 cycles	17,9%	5	17,1	36,5	H1
H2	16,4%	0 cycles	16,4%	12,5	30,9	54,9	B6, B12
H4	16,2%	3 cycles	17,0%	12,5	28,3	47,1	B6
B5	16,7%	6 cycles	18,7%	12,5	24,6	36,2	B16
B26	17,9%	0 cycles	17,9%	16	31,6	46,6	H42
B32	17,3%	6 cycles	19,2%	16	26,5	31,1	B36
H19	18,3%	0 cycles	18,3%	20	35,6	46,6	H15
B19	17,2%	3 cycles	18,2%	20	32,5	37,4	H15
H5	16,6%	6 cycles	18,5%	20	30,9	32,5	H17

Tableau 3.9 – Données à la rupture des échantillons complémentaires

Pour  $p'_c = 5$  MPa, l'échantillon B30 altéré à 3 cycles de traitement acide a une résistance quasi identique à celle de l'échantillon H1 testé à l'état intact, ce qui confirme un effet dominant du niveau de porosité par rapport aux effets chimiques pour ce niveau de confinement associé à une rupture fragile (cf. Figure 3.28).

Pour  $p'_c = 12,5$  MPa, l'échantillon H2 testé à l'état intact et de porosité (16,4%) inférieure à la moyenne confirme la tendance d'évolution à l'état intact. L'échantillon B6 de porosité 17,2% testé à l'état intact et l'échantillon H4 de porosité (17,0%) testé après 3 cycles d'altération présentent un niveau de résistance à la rupture similaire. Il en est de même pour l'échantillon B5 de porosité 18,7% testé après 6 cycles d'altération et l'échantillon B16 de porosité 18,7% testé après 3 cycles d'altération. L'ensemble des données obtenues à une pression de confinement effective de 12,5 MPa associée à une rupture fragile s'inscrit dans une même tendance, ce qui montre que les effets chimiques n'ont pas un effet significatif en comparaison de l'influence du niveau de porosité.

Pour  $p'_c = 16$  MPa, l'échantillon B26 de porosité 17,9% testé à l'état intact réhausse légèrement la tendance d'évolution de la résistance à la rupture à l'état intact. Les données à l'état altéré ne semblent pas s'éloigner significativement de cette tendance. Les effets chimiques ne seraient donc pas significatifs à ce niveau de confinement à priori situé dans la zone de transition.

Pour  $p'_c = 20$  MPa, l'échantillon H19 testé à l'état intact s'inscrit dans la tendance définie par les deux autres échantillons testés à l'état intact. L'échantillon B19 de porosité (18,2%)

testé après 3 cycles d'altération présente une résistance à la rupture nettement inférieure à celle des échantillons H15 et H19 de niveau de porosité similaire testé à l'état intact. L'échantillon H5 de porosité (18,5%) testé après 6 cycles d'altération présente une résistance à la rupture inférieure à celle des échantillons H17 et B19 de niveau de porosité similaire testés après 3 cycles d'altération. A un niveau de confinement effectif de 20 MPa associé à une rupture ductile, les résultats obtenus montrent une nette diminution de la résistance à la rupture pour des échantillons de niveau de porosité similaire mais soumis à un degré d'altération plus élevé. Les effets chimiques jouent donc un rôle significatif à ce niveau de confinement.

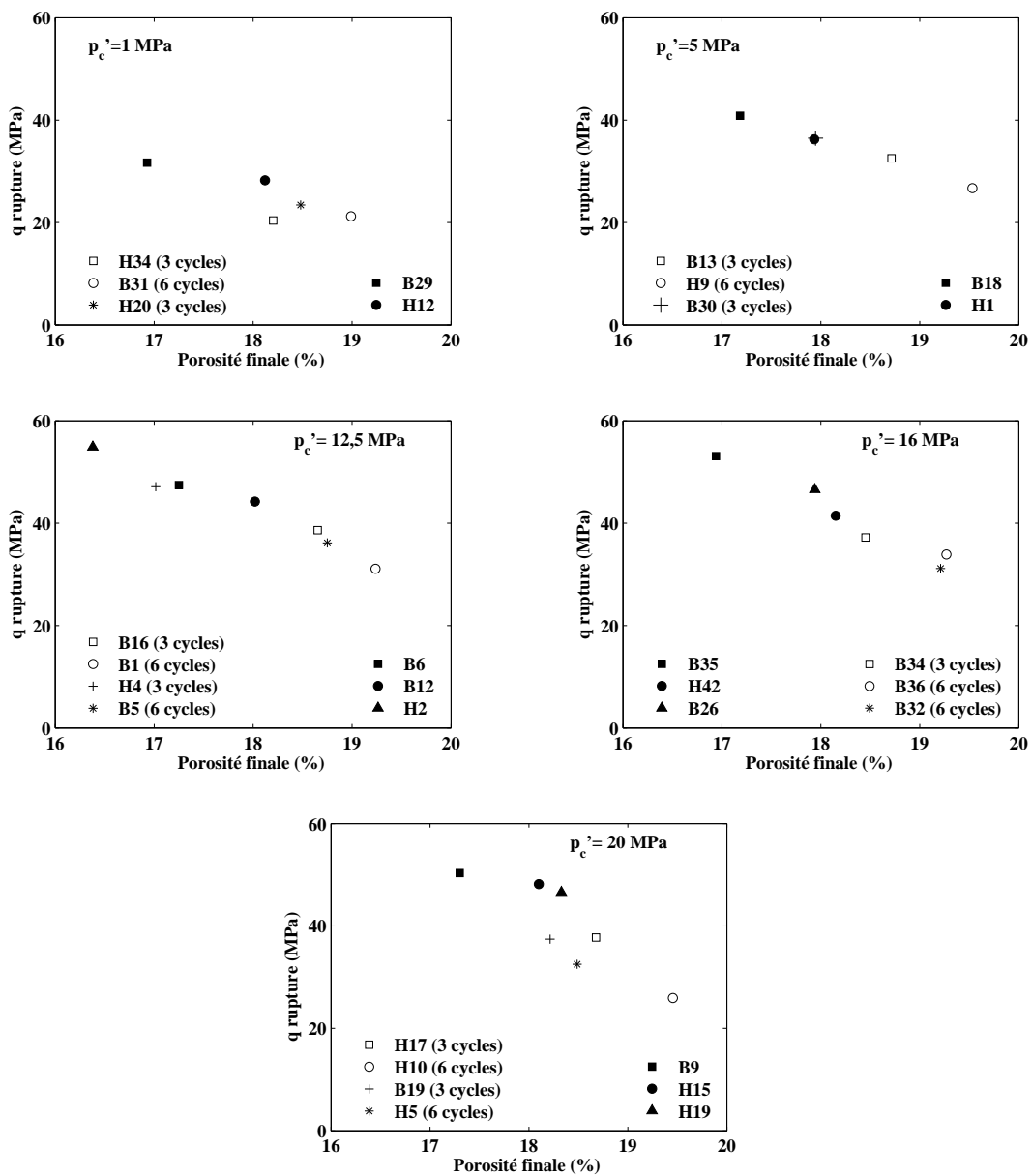


Figure 3.28 – Résultats de résistance à la rupture intégrant les essais complémentaires

### 3.1.6 Évolution du comportement avant rupture

Compte tenu de la perte des mesures des jauges à fort confinement, nous avons utilisé les données du capteur LVDT pour calculer une raideur élastique "externe" pour les différents échantillons testés à l'état intact et altéré. On notera que la raideur  $E_r$  ainsi calculée intègre des effets de frottement et d'empilement de pièces de compression et ne constitue pas une propriété intrinsèque de la roche testée (cf. Figure 2.17). Le tableau 3.10 donne les valeurs de raideur  $E_r$  calculées pour l'ensemble des échantillons intacts et altérés testés à différents niveaux de confinement. En dehors des échantillons B18 et H1 présentant une raideur externe anormalement faible alors que les modules mesurés à partir des jauges sont cohérents avec les autres échantillons, on remarque que la raideur diminue entre les échantillons intacts et altérés. Deux essais supplémentaires ont été réalisés sur les échantillons H29 et B21 de mêmes niveaux de porosité que les échantillons B18 et H1. Les résultats obtenus montrent une cohérence des résistances à la rupture entre les échantillons B18 et H29 d'une part, et les échantillons H1, B21 d'autre part (cf. Figure 3.29), avec des raideurs nettement supérieures et plus en accord avec les autres données pour H29 et B21. Dans la suite, on considèrera les données obtenues sur ces nouveaux échantillons en particulier pour calculer la déformation irréversible avant la rupture  $\epsilon_i^R$ .

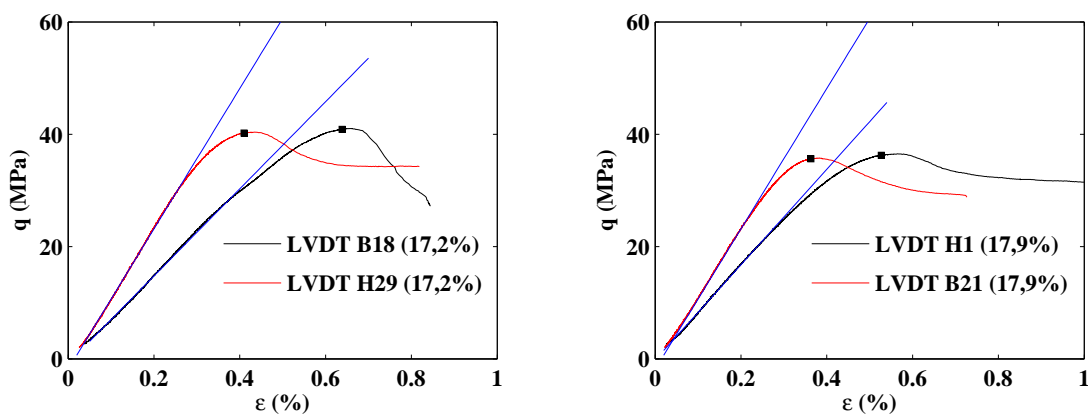


Figure 3.29 – Courbes contrainte déviatorique-déformation axiale obtenues pendant la phase de chargement déviatorique

La figure 3.30 présente l'évolution de  $\epsilon_i^R$  avec l'augmentation de la pression de confinement pour les échantillons intacts et altérés. On remarque que l'altération chimique a induit un élargissement de la phase de comportement irréversible d'autant plus marqué pour des niveaux de confinement supérieurs à 12,5 MPa.

On compare dans la figure 3.31 l'évolution du profil des courbes contrainte déviatorique-déformation axiale des échantillons intacts et altérés à différents niveaux de confinement. La différence de porosité entre les échantillons testés à l'état intact entraîne une différence au

niveau du pic, mais la pente des courbes reste similaire jusqu'à la fin du domaine élastique. Pour les échantillons altérés, une baisse significative de  $E_r$  est observée (cf. Tableau 3.10). La seule différence de porosité finale ne pourrait pas expliquer une telle diminution. L'altération chimique a donc un effet direct sur l'évolution de la raideur.

Échantillons	Porosité finale	Traitement acide	$p'_c$ (MPa)	$E_r$ (GPa)
B29	0,169	0	1	12,4
H12	0,181	0	1	11,5
H20	0,185	3	1	9,1
B31	0,19	6	1	9,2
B18	0,172	0	5	7,8
H1	0,179	0	5	8,5
H29	0,172	0	5	12,5
B21	0,179	0	5	12,2
B13	0,187	3	5	11,2
H9	0,195	6	5	8,3
B6	0,172	0	12,5	12,8
B12	0,18	0	12,5	11,7
B16	0,189	3	12,5	9,6
B1	0,192	6	12,5	7,2
B35	0,169	0	16	11,9
B26	0,179	0	16	12,3
B34	0,185	3	16	8,7
B32	0,192	6	16	7,2
B9	0,173	0	20	12,9
H15	0,181	0	20	12,4
B19	0,182	3	20	10,7
H10	0,195	6	20	7,7

Tableau 3.10 – Raideur élastique externe des échantillons intacts et altérés

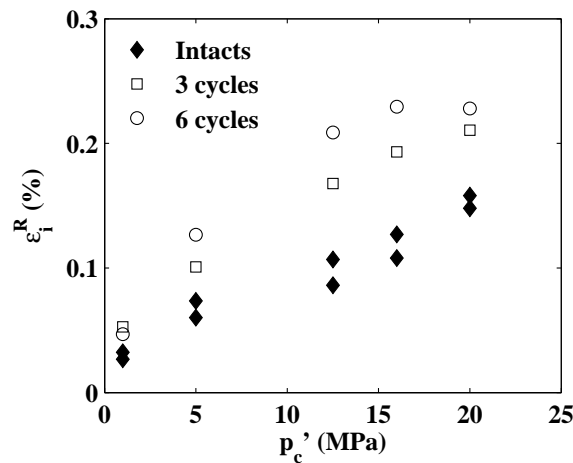


Figure 3.30 – Évolution de la déformation  $\epsilon_i^R$  en fonction de la pression de confinement pour les échantillons intacts et altérés

Contrairement aux échantillons testés à l'état intact à  $p'_c = 12,5$  MPa, l'échantillon B1, soumis à 6 cycles de traitement acide, ne présente plus de pic sur la courbe contrainte-déformation. Le pic était déjà très aplani pour l'échantillon B16 testé à 3 cycles de traitement acide. L'altération chimique semble donc induire une plastification du comportement du calcaire d'Euville.

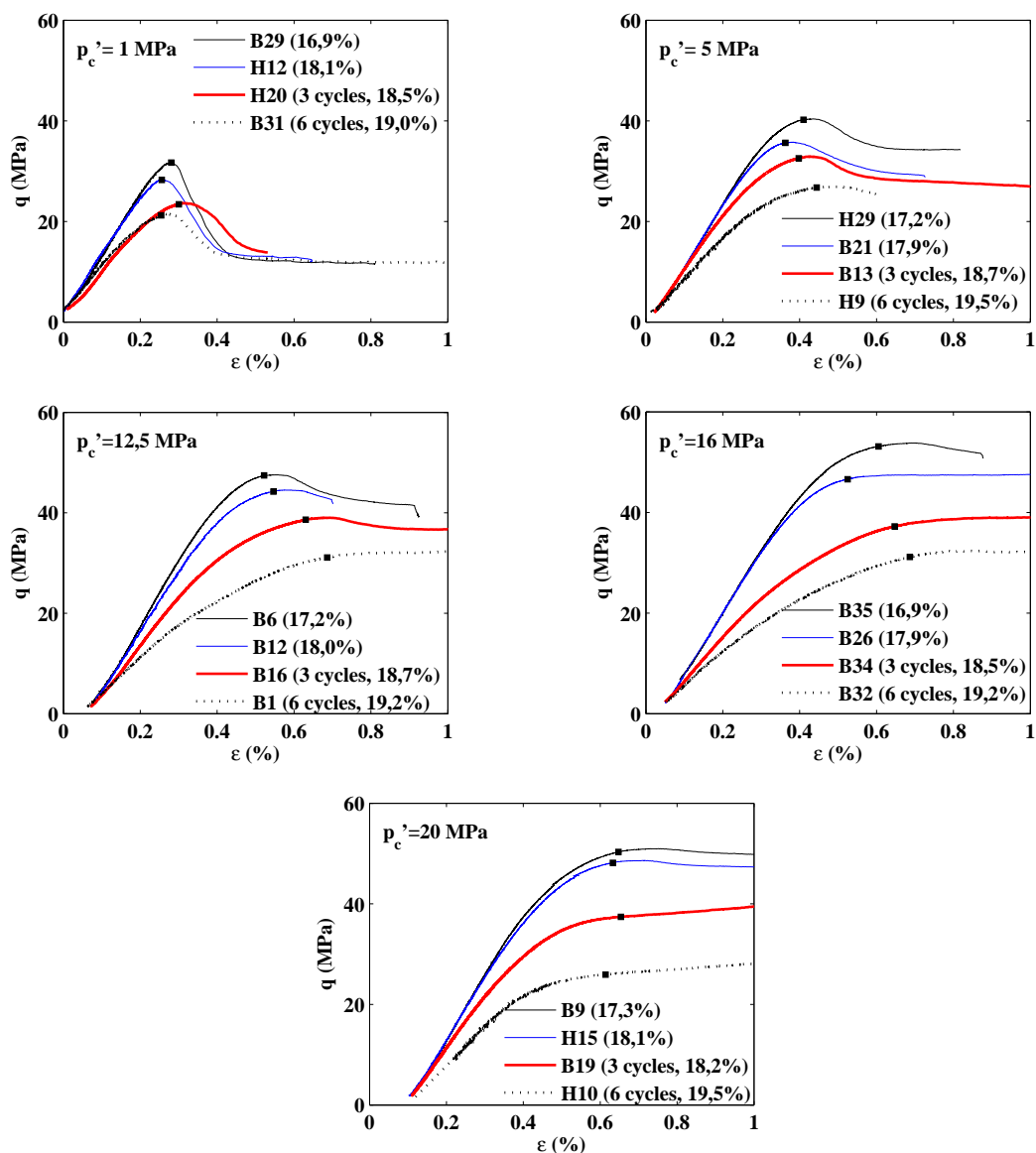


Figure 3.31 – Courbes contrainte déviatorique-déformation axiale

### 3.1.6.1 Conclusion

Les résultats obtenus montrent l'influence de l'effet de l'altération chimique sur les propriétés élastiques et la résistance à la rupture du calcaire d'Euville. Pour les propriétés élastiques, le module de cisaillement est le plus influencé et présente une diminution significative. L'effet chimique sur l'évolution de la résistance à la rupture est plus complexe. Il dépend notamment du

niveau de confinement. On observe un effet spécifique de l'altération chimique sur la résistance à la rupture pour les essais réalisés à pression de confinement élevée et associés à une rupture ductile. Au contraire, pour les essais réalisés à pression de confinement faible et associés à une rupture fragile, seule la porosité semble gouverner le niveau de rupture des échantillons.

L'altération chimique influence également le comportement avant la rupture. On remarque un élargissement de la phase de comportement irréversible avec l'altération chimique et un niveau de confinement intermédiaire, le comportement tend à se *plastifier* avec l'augmentation de l'altération.

## 3.2 Évolution de la microstructure sous l'effet de l'altération chimique

### 3.2.1 Description de la microstructure du calcaire d'Euville

Avant d'étudier l'impact de l'altération chimique sur la microstructure, il est essentiel de donner une description précise de la microstructure à l'état intact du calcaire étudié. Cette description doit permettre de fournir les informations clés pour comprendre les phénomènes mis en jeu sous l'effet de l'altération chimique.

La description de la microstructure du calcaire d'Euville est basée sur différentes techniques en fonction de l'échelle étudiée. L'image obtenue par microtomographie (cf. Figure 3.32) illustre la structure de type granulaire du milieu. La structure des grains eux mêmes est diversifiée. On observe d'une part des lithoclastes très microporeux et d'autre part des grains solides peu poreux (grains crinoïdaux). La taille des grains est également variable et comprise entre 100  $\mu\text{m}$  et 1000  $\mu\text{m}$ .

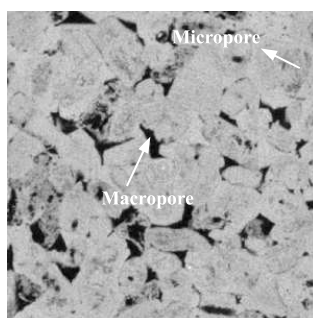


Figure 3.32 – Image obtenue par microtomographie d'un échantillon de calcaire d'Euville

L'observation de lames minces montre qu'une couche de ciment s'est formée entre les grains. Elle est le résultat d'un phénomène de précipitation de minéraux et assure la liaison entre les grains. Il s'agit d'un ciment syntaxial qui s'est développé avec la même orientation optique que celle des cristaux de la crinoïde d'origine (cf. Figure 3.33).

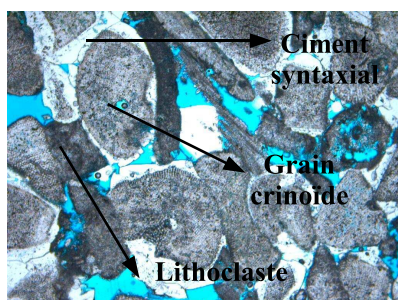


Figure 3.33 – Microstructure du calcaire d'Euville : observation sous microscope optique

La figure 3.34 montre l'observation sous microscope optique de la microstructure d'un échantillon avec la surface polie. Autour des grains crinoïdaux, on observe la présence du ciment syntaxial et des lithoclastes microporeux.

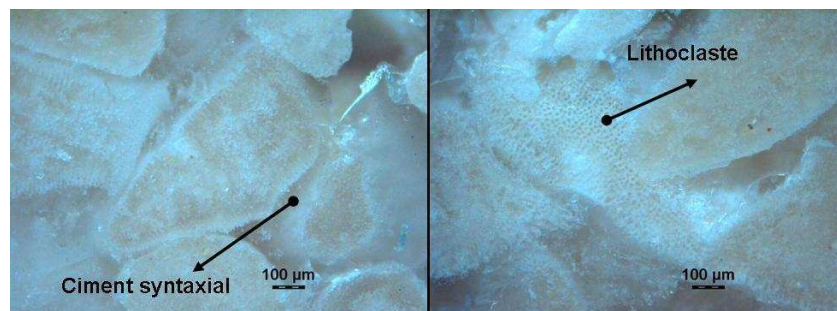


Figure 3.34 – Observation sous microscope optique d'un échantillon avec la surface polie

L'image de microscopie à balayage électronique (MEB) nous permet d'observer à une échelle plus basse la microstructure de la roche. La figure 3.35 présente la microstructure d'un lithoclaste. Il s'agit d'une structure poreuse granulaire avec la présence de micrograins de calcite et de micropores. Le diamètre des micropores observés peut varier entre  $0,02 \mu\text{m}$  à une quinzaine de microns.

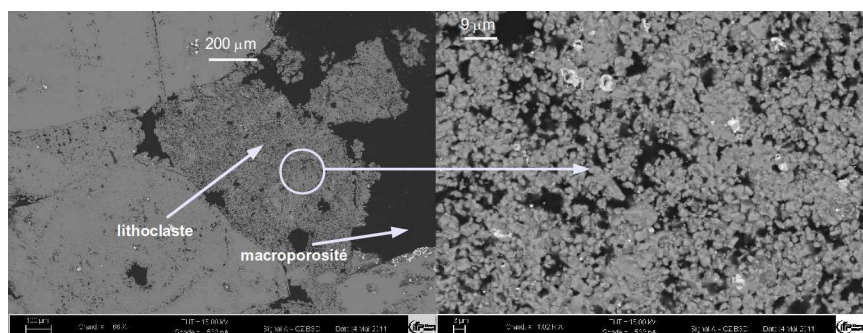


Figure 3.35 – Photos de la microstructure du calcaire d'Euville sous MEB

L'observation de la microstructure montre la présence de plusieurs phases solides dans le milieu : grains crinoïdaux, ciment syntaxial et lithoclastes. Les deux dernières se forment une matrice entourant les grains crinoïdaux. La structure très poreuse des lithoclastes pourrait rendre ce milieu plus faible en terme de propriétés mécaniques.

### 3.2.2 Porosimétrie au mercure

Cet essai permet d'obtenir des informations sur la structure du milieu : la distribution du volume et de la taille des seuils de pores. Le détail de cette technique a été présenté dans la section 2.1.4. La nature destructive de cette méthode ne permet pas de caractériser l'évolution de la microstructure sous l'effet chimique sur un même échantillon. Un nombre important d'essais a été réalisé sur différents échantillons intacts et altérés pour définir des tendances.

### 3.2.2.1 Caractérisation de la microstructure des échantillons à l'état intact

La première étape a consisté à sélectionner les échantillons étudiés. Le dispositif d'essai limite le choix de la taille des échantillons étudiés : diamètre maximal de 24 mm et longueur maximale de 23 mm. Un volume poreux minimum de l'ordre de  $1 \text{ cm}^3$  doit être assuré pour garantir la précision de la mesure de la quantité de mercure injectée dans l'échantillon. Cinq mini-échantillons ont été carottés sur deux échantillons d'Euville H28 et H22 de taille 40x80 mm.

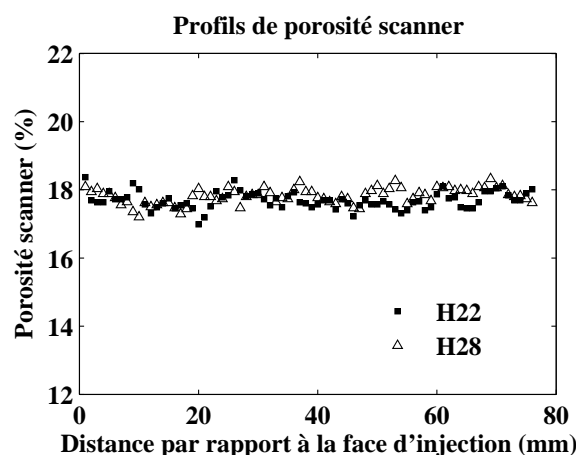


Figure 3.36 – Profil de porosité scanner des échantillons d'Euville H28 et H22

Sur l'échantillon H28, on a d'abord découpé deux tranches de 15 mm d'épaisseur, référencées respectivement H28\_1 et H28\_2. Deux échantillons de taille 13x15 mm ont été ensuite carottés dans chacune des tranches. On a également découpé une tranche de 10 mm d'épaisseur sur l'échantillon H22. Puis, un échantillon de taille de 25x10 mm a été carotté au centre de cette tranche (cf. Figure 3.37). Le volume total et le volume poreux des cinq mini-échantillons ont été mesurés au cours de l'essai d'injection de mercure.

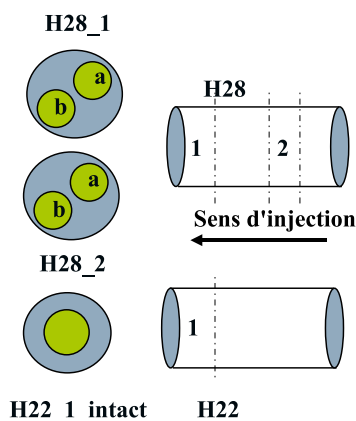


Figure 3.37 – Schéma synthétique de la préparation des échantillons pour l'essai d'injection de mercure

La figure 3.38 compare les distributions de taille des seuils de pore obtenues à partir des essais d'injection de mercure réalisés sur les cinq mini-échantillons intacts. L'idée est d'étudier la dispersion de la microstructure entre les échantillons voisins. On peut remarquer que les profils de distribution des rayons d'accès aux pores des cinq mini-échantillons sont relativement similaires pour les rayons d'accès inférieurs à 3 microns. La différence de microstructure entre les cinq mini-échantillons apparaît essentiellement pour les pores dont les rayons d'accès sont supérieurs à 3 microns.

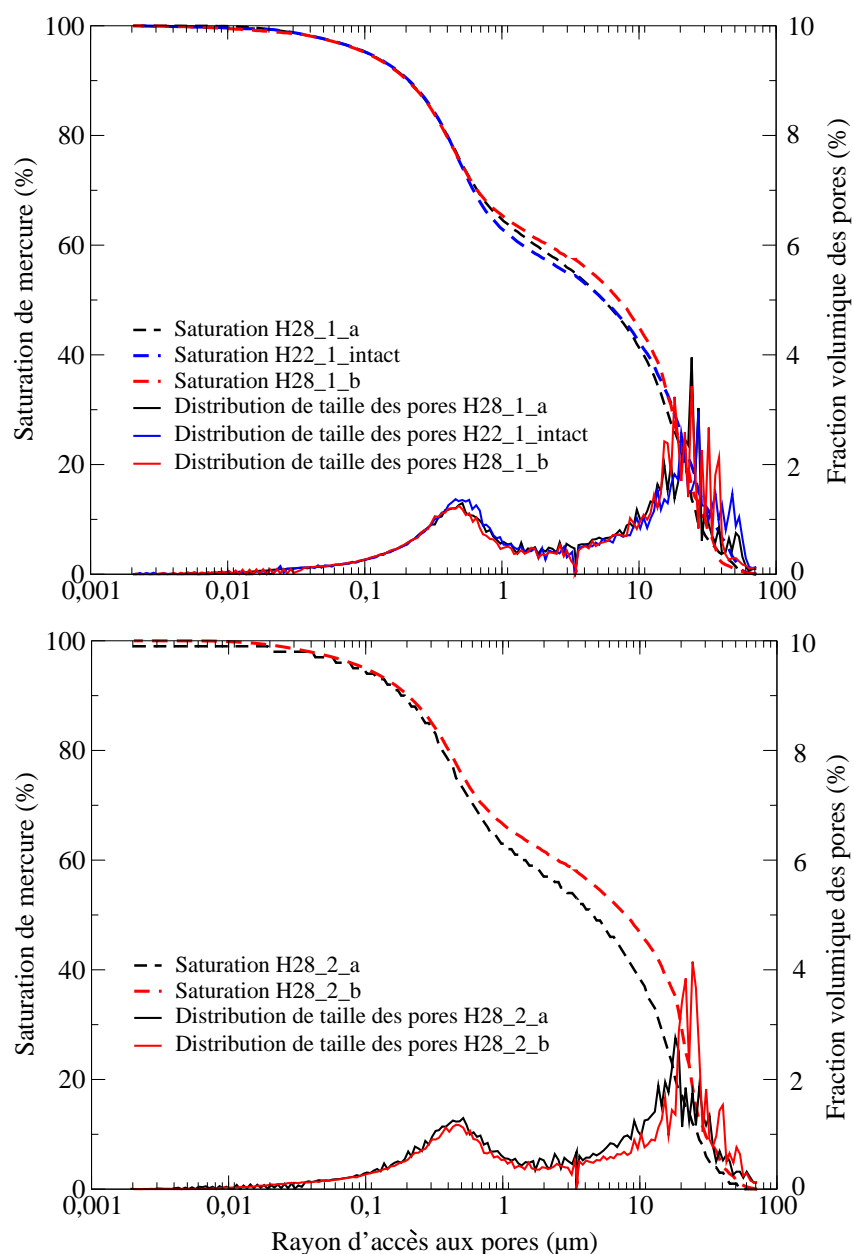


Figure 3.38 – Distribution des rayons d'accès aux pores de cinq mini-échantillons de calcaire d'Euville à l'état intact

Le tableau 3.11 donne la part de porosité associée aux pores dont les rayons d'accès sont inférieurs à trois microns. La porosité initiale des cinq mini-échantillons varie entre 15,5% et

16,4%. La part de porosité associée aux pores dont les rayons d'accès sont inférieurs à trois microns est quasiment similaire pour les cinq mini-échantillons, autour de  $6,9\% \pm 0,2\%$ . La différence de porosité entre les cinq mini-échantillons considérés semble essentiellement localisée dans la partie des pores de plus grande taille.

	H28_1_a	H28_1_b	H28_2_a	H28_2_b	H22_1_intact
V total (cm <sup>3</sup> )	1,714	1,744	1,571	1,442	4,307
V pore (cm <sup>3</sup> )	0,275	0,286	0,244	0,235	0,694
Porosité HPMI	16,0%	16,4%	15,5%	16,3%	16,1%
Microporosité ( $r < 3\mu\text{m}$ )	7,1%	6,9%	7,1%	6,7%	7,2%
Macroporosité ( $r > 3\mu\text{m}$ )	8,9%	9,5%	8,4%	9,6%	8,9%
Proportion de micropores	43,3%	42,1%	45,8%	41,4%	44,7%
Proportion de macropores	56,7%	57,9%	54,2%	58,6%	55,3%

Tableau 3.11 – Résultats des essais d'injection de mercure (HPMI) des échantillons de calcaire d'Euville à l'état intact

### 3.2.2.2 Caractérisation de la microstructure des échantillons à l'état altéré

L'échantillon d'Euville H22 après découpe de la tranche H22\_1 a été référencé H22\_R. On a mesuré de nouveau sa porosité par pesée et par observation scanner. L'échantillon a ensuite été soumis à trois cycles de traitement d'acide. Après l'altération, on a obtenu une augmentation de 0,9% de la porosité par pesée et scanner.

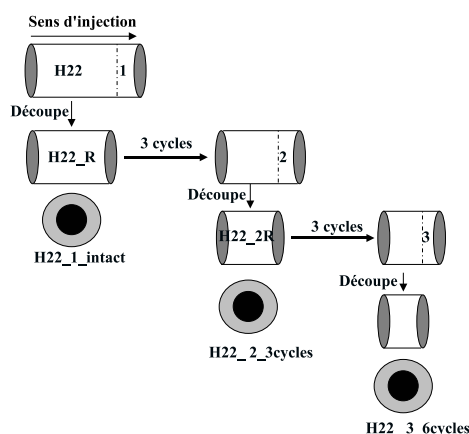


Figure 3.39 – Schéma synthétique du programme expérimental suivi pour l'échantillon H22

Une deuxième tranche de 10 mm de longueur a été découpée sur l'échantillon H22\_R après 3 cycles de traitement. Sur cette tranche, un échantillon de taille 10x25 mm référencé H22\_2\_3cycles a été carotté pour l'essai de porosimétrie au mercure (cf. Figure 3.39). L'échantillon restant référencé H22\_2R a été soumis à une nouvelle altération chimique de trois cycles de traitement. Une nouvelle tranche a été découpée puis carottée pour obtenir un échantillon H22\_3\_6cycles de taille 10x25 mm pour l'essai de porosimétrie au mercure. La figure 3.39 présente le schéma synthétique du programme d'essai suivi pour l'échantillon H22.

L'évolution du profil de porosité scanner après 3 et 6 cycles de traitement est présentée sur la figure 3.40.

La figure 3.41 présente les résultats obtenus par essai de porosimétrie au mercure pour les trois échantillons H22\_1\_intact, H22\_2\_3cycles et H22\_3\_6cycles. La comparaison entre les résultats obtenus pour les échantillons de H22\_2\_3cycles et H22\_3\_6cycles avec ceux de l'échantillon H22\_1\_intact reste délicate car l'échantillon H22\_1\_intact ne représente pas exactement l'état initial des deux échantillons H22\_2\_3cycles et H22\_3\_6cycles en termes de volume poreux et de microstructure. Pour s'affranchir de ce biais, nous avons combiné les résultats des essais de porosimétrie au mercure et les données de porosités scanner pour recalculer les propriétés des échantillons H22\_2\_3cycles et H22\_3\_6cycles à l'état intact.

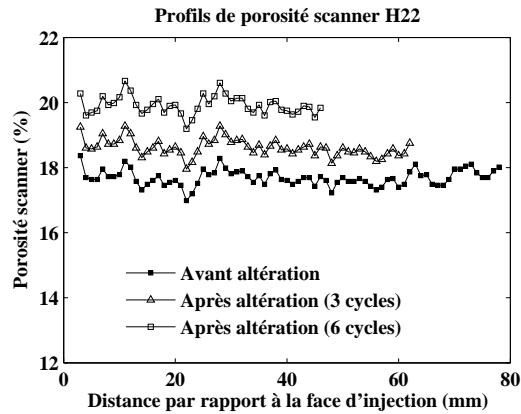


Figure 3.40 – Évolution du profil de porosité scanner de l'échantillon d'Euville H22 après 3 et 6 cycles de traitement acide

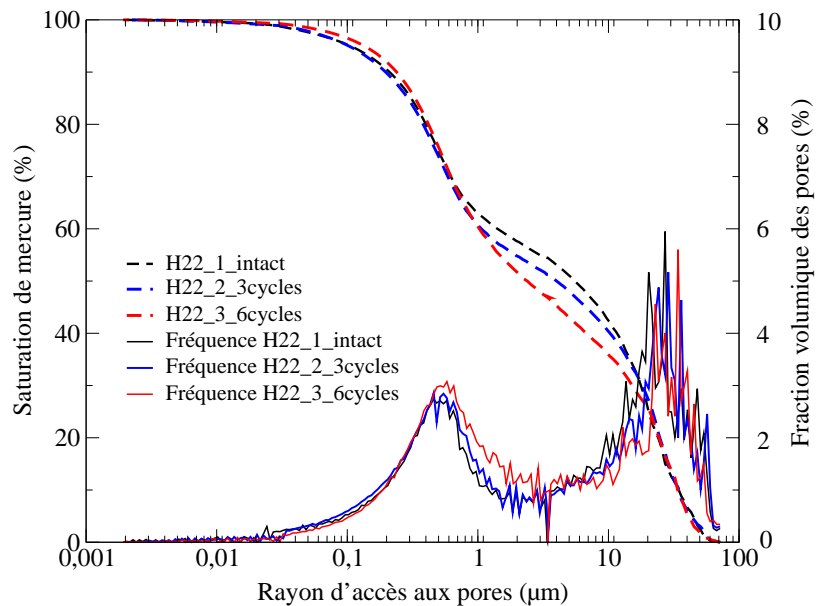


Figure 3.41 – Résultats des essais de porosimétrie au mercure pour les échantillons H22\_1\_intact, H22\_2\_3cycles et H22\_3\_6cycles

### 3.2.2.3 Estimation des propriétés initiales de H22\_2\_3cycles et H22\_3\_6cycles à partir des données scanner

Les porosités déduites des données scanner et celles mesurées par pesées pour l'ensemble des échantillons d'Euville à l'état intact sont reliées par une corrélation linéaire (cf. Figure 3.42). Cette relation permet de calculer un profil de porosité par pesée d'un échantillon à partir de son profil scanner. On a ainsi déterminé les profils de porosité par pesée des échantillons H22 à l'état initial, H22\_R après 3 cycles et H22\_2R après 6 cycles de traitement acide (cf. Figure 3.43). Les profils de porosité par pesée des tranches d'origine des trois échantillons H22\_1\_intact, H22\_2\_3cycles et H22\_3\_6cycles ont ensuite été extraits en connaissant la position de découpage de chaque tranche (cf. Figure 3.43). La porosité par pesée de chaque tranche est ensuite calculée en prenant la moyenne des porosités de chaque section scanner.

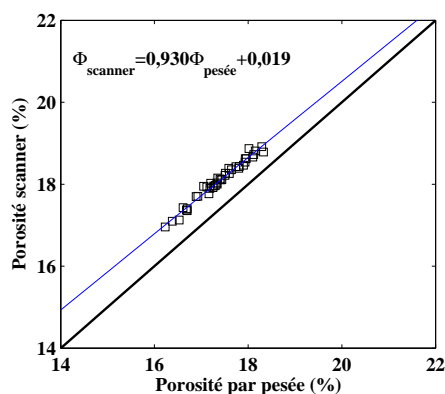


Figure 3.42 – Relation entre porosité par pesée et porosité scanner pour les échantillons de calcaire d'Euville

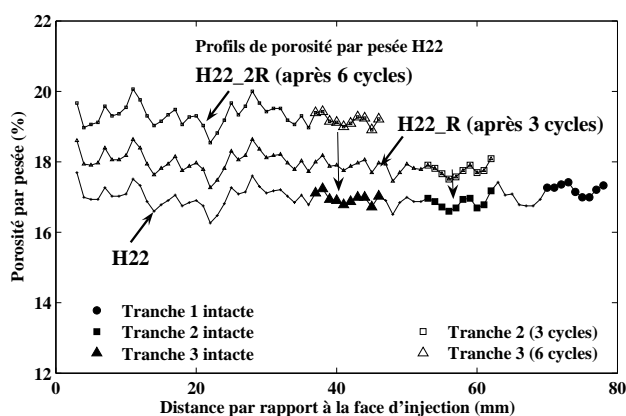


Figure 3.43 – Profils de porosité par pesée déduits des profils de porosité scanner de l'échantillon d'Euville H22 à différents états de l'altération

On pourrait ensuite déduire la porosité par pesée des tranches 2 et 3 à l'état initial (tranche 2 intacte et tranche 3 intacte) de l'ordre de 16,8% et 17,0% (cf. Figure 3.43). Le tableau 3.12 résume les valeurs de la porosité scanner et par pesée des tranches découpées.

Échantillons	Porosité scanner mesurée	Porosité par pesée calculée	Porosité HPMI mesurée	Échantillons	Porosité scanner calculée	Porosité par pesée calculée
H22 Tranche 1	17,9%	17,2%				
H22_1_intact (mini)			16,1%			
H22 Tranche 2 (3cycles)	18,4%	17,8%		Tranche 2 intacte	17,5%	16,8%
H22_2_3cycles (mini)			16,9%			
H22 Tranche 3 (6cycles)	19,8%	19,2%		Tranche 3 intacte	17,7%	17,0%
H22_3_6cycles (mini)			18,2%			

Tableau 3.12 – Données de porosités des tranches et des mini-échantillons carottés dans l'échantillon H22

Les propriétés initiales calculées à partir des données obtenues sur les échantillons H22\_2\_3cycles et H22\_3\_6cycles sont référencées H22\_2\_intact et H22\_3\_intact. On poursuit le raisonnement sous l'hypothèse que les mini-échantillons possèdent la même porosité que celles des tranches dans lesquelles ils ont été carottés. On peut alors estimer le volume poreux de H22\_2\_intact et H22\_3\_intact en connaissant leur volume total. Le tableau 3.13 donne les volumes poreux mesurés directement par HPMI et calculés à partir des données scanner et de leur corrélation avec les données par pesée des échantillons à l'état intact et altéré. Les valeurs calculées intègrent des incertitudes du fait que l'écart qui peut exister entre la valeur de porosité du mini-échantillon et celle de la tranche dans laquelle il a été carotté.

Une fois que les volumes poreux à l'état initial ont été estimés pour les trois mini-échantillons, les données ont été normalisées par rapport au volume de pore de l'échantillon H22\_1 intact (seule mesure directe) de façon à permettre la comparaison ultérieure avec les données obtenues sur les échantillons altérés H22\_2\_3cycles et H22\_3\_6cycles. Les facteurs de normalisation correspondants sont donnés dans le tableau 3.14.

Échantillons	Vp calculée (cm <sup>3</sup> )	Vp HPMI (cm <sup>3</sup> )	Vtotal (cm <sup>3</sup> )	Delta Pesée-HPMI
H22_1_intact	0,742	0,694	4,307	0,048
H22_2_intact	0,813		4,829	
H22_3_intact	0,698		4,119	
H22_2_3cycles	0,862	0,815	4,829	0,047
H22_3_6cycles	0,790	0,748	4,119	0,042

Tableau 3.13 – Données du volume poreux HPMI et celui déduites pour les échantillons H22\_1\_intact, H22\_2\_intact, H22\_3\_intact.

Une fois l'étape de normalisation réalisée, nous avons utilisé un calcul mathématique pour prédire les profils de distribution de rayons d'accès et de saturation de mercure des échantillons altérés à partir de celui de l'échantillon intact.

Facteur de normalisation	
$\gamma_1 = V \text{ H22\_1\_intact} / V\text{H22\_1\_intact}$	1,00
$\gamma_2 = V \text{ H22\_2\_intact} / V\text{H22\_1\_intact}$	1,10
$\gamma_3 = V \text{ H22\_3\_intact} / V\text{H22\_1\_intact}$	0,94

Tableau 3.14 – Valeur du facteur de normalisation

### 3.2.2.4 Comparaison de l'évolution

Dans cette partie, nous allons présenter une analyse mathématique permettant de comprendre les phénomènes mis en jeu à l'échelle microscopique à partir de l'analyse des essais de porosimétrie au mercure. On se place ici sous l'hypothèse forte que les courbes de distribution des rayons d'accès aux pores déduites des mesures par porosimétrie au mercure représentent directement celles des rayons de pore, ce qui pourrait conduire à une analyse faussée de la microstructure dans le cas de gros pores uniquement accessibles via des petits pores.

La fréquence associée à un pore de rayon donné  $F_\alpha$  représente la proportion en volume de cette population de pores par rapport à l'ensemble des populations de pores présentes dans le milieu. La fraction volumique associée  $f_\alpha$  est égale au produit de cette fréquence avec la porosité du milieu. Soit :

$$F_\alpha = \frac{f_\alpha}{\Phi}, \quad f_\alpha = \frac{V_{p\alpha}}{V_{total}}, \quad \Phi = \frac{V_p}{V_{total}} \quad (3.1)$$

où  $\Phi$  est la porosité,  $V_p$  le volume poreux et  $V_{p\alpha}$  le volume des pores de rayon  $r_\alpha$ . On a de plus la relation :

$$\sum_{0 \leq r_\alpha \leq r_{max}} f_\alpha = \Phi \quad (3.2)$$

Si les pores sont de forme sphérique, la fraction volumique peut s'écrire :

$$f_\alpha = N_\alpha \frac{4}{3} \pi r_\alpha^3 \quad (3.3)$$

où  $N_\alpha$  représente le nombre de pores de rayon  $r_\alpha$  par unité de volume.

On suppose que la dissolution induit une augmentation  $dr_\alpha$  du rayon des pores. Les résultats expérimentaux indiquant que les réactions ont atteint l'équilibre après chaque cycle de traitement (épuisement des réactifs), l'augmentation de rayon  $dr_\alpha$  est supposée proportionnelle à  $r_\alpha$  :  $dr_\alpha = \delta r_\alpha$  où  $\delta$  est une constante. Le rayon des pores après altération  $r'_\alpha$  est alors donné par :

$$r'_\alpha = r_\alpha(1 + \delta) \quad (3.4)$$

La fraction volumique des pores de rayon  $r'_\alpha$  après dissolution s'écrit :

$$f'_\alpha = N'_\alpha \frac{4}{3} \pi (r'_\alpha)^3 = N_\alpha \frac{4}{3} \pi [r_\alpha(1 + \delta)]^3 = f_\alpha(1 + \delta)^3 \quad (3.5)$$

On a supposé ici que  $N'_\alpha = N_\alpha$ , c'est-à-dire que les familles de pore sont conservées. La fréquence associée au rayon  $r'_\alpha$  est  $F'_\alpha = f'_\alpha / \Phi'$  où  $\Phi' = \sum_{0 \leq r_\alpha \leq r_{max}} f'_\alpha$  est la porosité après altération.

Soit :

$$F'_\alpha = \frac{f_\alpha(1 + \delta)^3}{\Phi'} = \frac{\Phi}{\Phi'} F_\alpha(1 + \delta)^3 \quad (3.6)$$

La variation de porosité est alors donnée par :

$$\Delta\Phi = \Phi' - \Phi = \sum_{0 \leq r_\alpha \leq r_{max}} f'_\alpha - \sum_{0 \leq r_\alpha \leq r_{max}} f_\alpha = \sum_{0 < r_\alpha < r_{max}} f_\alpha [(1 + \delta)^3 - 1] \quad (3.7)$$

On représente dans la figure 3.44 les résultats des essais de porosimétrie au mercure en deux courbes : fraction volumique des pores et volume cumulé de mercure injecté normalisé. Le terme 'normalisé' signifie que le volume poreux des échantillons altérés à 3 et 6 cycles de traitement a été divisé par le facteur de normalisation équivalent (cf. tableau 3.14). L'objectif de ce calcul est de permettre une comparaison entre les échantillons intacts et altérés s'affranchissant partiellement de la différence de leur état initial.

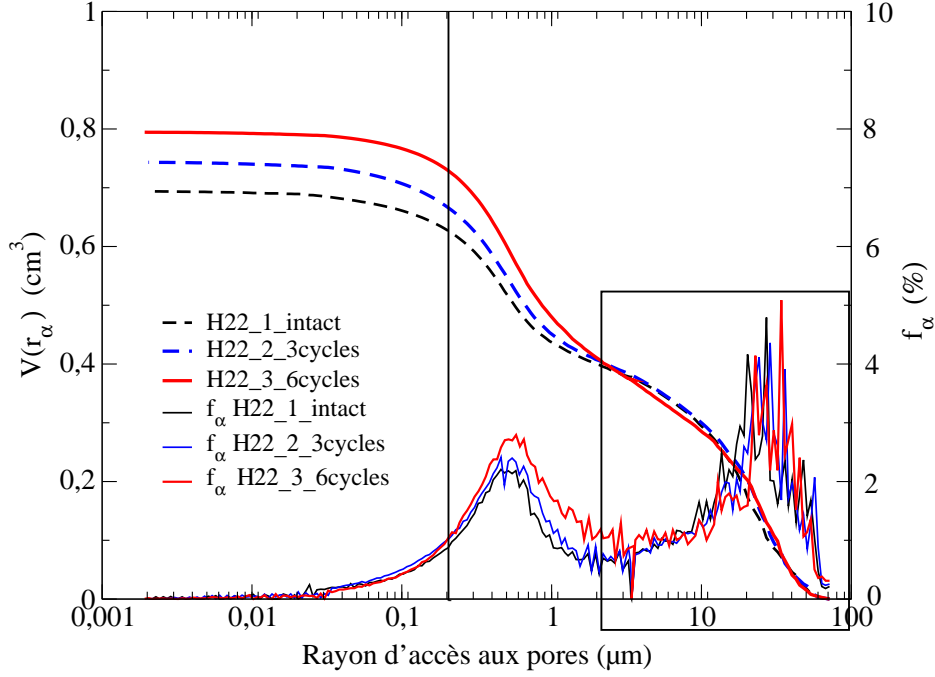


Figure 3.44 – Résultats des essais de porosimétrie au mercure pour les échantillons H22\_1\_intact, H22\_2\_3cycles et H22\_3\_6cycles

On remarque que le profil des courbes de fraction volumique des pores semble inchangé entre les échantillons intacts et altérés pour les rayons de pore inférieurs à  $0,2 \mu\text{m}$  (cf. Figure 3.44). Cette observation traduit le fait qu'il existe un seuil de rayon de pore  $r_{crmin}$  en dessous duquel l'acide n'entre pas dans les pores, ce qui implique la relation suivante :

$$\sum_{0 \leq r_\alpha \leq r_{crmin}} f'_\alpha - \sum_{0 \leq r_\alpha \leq r_{crmin}} f_\alpha = 0 \quad (3.8)$$

On observe également pour les grands rayons de pore des fractions volumiques similaires pour les échantillons intacts et altérés. L'acide n'aurait alors pas d'effet significatif sur les familles de pores de rayons supérieurs à certain seuil noté  $r_{crmax}$ , ce qui traduit le fait que la paroi des macropores est principalement constituée de zones microporeuses sur lesquelles agit l'altération. La variation de porosité induite par altération se localise ainsi principalement dans les pores de taille intermédiaire :

$$\Delta\Phi = \Phi' - \Phi = \sum_{r_{crmin} \leq r_\alpha \leq r_{crmax}} f'_\alpha - \sum_{r_{crmin} \leq r_\alpha \leq r_{crmax}} f_\alpha = \sum_{r_{crmin} \leq r_\alpha \leq r_{crmax}} f_\alpha ((1 + \delta)^3 - 1) \quad (3.9)$$

Soit :

$$1 + \frac{\Delta\Phi}{\phi_{eff}} = (1 + \delta)^3 \quad (3.10)$$

où  $\phi_{eff}$  est la porosité effective intégrant l'ensemble des pores dans lesquelles agit l'altération :

$$\phi_{eff} = \sum_{r_{crmin} \leq r_\alpha \leq r_{crmax}} f_\alpha \quad (3.11)$$

Pour pouvoir prédire la distribution de la fraction volumique des pores de rayon donné  $f_\alpha$  et du volume cumulé de mercure injecté  $V(r_\alpha)$  des échantillons altérés (H22\_2\_3cycles et H22\_3\_6cycles) à partir de ceux de l'échantillon à l'état intact (H22\_1\_intact), les paramètres  $r_{crmin}$ ,  $r_{crmax}$  et  $\delta$  doivent être connus. Nous allons présenter ci-dessous la méthode suivie pour estimer ces paramètres.

### 3.2.2.5 Estimation du rayon critique minimum $r_{crmin}$

L'estimation de  $r_{crmin}$  est basée sur les courbes de volume cumulé de mercure injecté  $V(r_\alpha)$ . Ces courbes déduites des essais de porosimétrie sont normalisées par le volume poreux global de l'échantillon et correspondent à des courbes de saturation de mercure  $S(r_\alpha)$ , qui donnent la proportion du volume poreux associées aux pores de rayon  $r \geq r_\alpha$ .

La première étape d'analyse consiste à remonter aux courbes de volume de pore :  $V(r_\alpha) = S(r_\alpha)V_p$ , qui donnent le volume poreux associé aux pores de rayons  $r \geq r_\alpha$ . Le rayon  $r_{crmin}$  définit la limite en dessous de laquelle l'acide n'arrive plus à accéder aux pores concernés. Le profil des courbes du volume de mercure injecté pour les échantillons altérés doit ainsi correspondre à celle de l'échantillon intact avec une transition verticale pour les rayons inférieurs à  $r_{crmin}$ . Pour  $r \leq r_{crmin}$ , les courbes  $V(r_\alpha)$  des échantillons intacts et altérés satisfont donc la condition :

$$V^a(r_\alpha) - V^i(r_\alpha) = V^a(r_{crmin}) - V^i(r_{crmin}) = cte \quad (3.12)$$

où l'exposant  $a$  fait référence à des mesures sur échantillon altéré et l'exposant  $i$  sur échantillon intact. La figure 3.44 permet d'estimer la valeur de  $r_{crmin}$  autour de  $0,2 \mu m$ .

### 3.2.2.6 Estimation du rayon critique maximum $r_{crmax}$

L'estimation est basée sur l'équation (3.9) qui contient deux inconnues  $r_{crmax}$  et  $\delta$ . L'idée est de se donner une valeur de  $r_{crmax}$  déduite de l'observation graphique des courbes donnant les fractions volumiques des pores de rayon  $r_\alpha$  pour les échantillons intacts et altérés. La valeur retenue doit correspondre au rayon de pore à partir duquel les courbes se confondent (cf. Figure 3.44). Lorsque le rayon  $r_{crmax}$  est estimé,  $\delta$  est calculé à partir de l'équation (3.9). On peut alors prédire l'évolution du profil des deux courbes avec l'altération :  $V(r_\alpha)$  et  $f_\alpha$ . On compare ensuite les courbes prédites avec celles obtenues expérimentalement pour recalibrer la valeur de  $r_{crmax}$  initialement sectionnée. On peut ainsi estimer une valeur de  $r_{crmax}$  comprise entre  $5 \mu m$

et 20  $\mu\text{m}$ . L'incertitude sur l'estimation du rayon critique maximum provient de la dispersion au niveau de l'état initial entre les échantillons H22\_1\_intact, H22\_2\_intact et H22\_3\_intact.

### 3.2.2.7 Prédiction de l'évolution des courbes $V(r_\alpha)$ et $f_\alpha$

Le tableau 3.15 donne les différents paramètres estimés pour deux valeurs intermédiaires du rayon critique maximum. La porosité effective est calculée à partir de l'expression (3.11).

Nous pouvons remarquer que le calcul prédit bien l'évolution des courbes  $V(r_\alpha)$  et  $f_\alpha$  de l'échantillon ayant subi 3 cycles de traitement. Par contre, le modèle reproduit moins bien les courbes de l'échantillon ayant subi 6 cycles de traitement acide. L'écart est notamment assez marqué pour les rayons de pore supérieurs à 1  $\mu\text{m}$  (cf. Figures 3.45 et 3.46). Cet écart pourrait être induit par la dispersion initiale existant entre les échantillons.

La valeur de 0,2  $\mu\text{m}$  retenue pour le rayon critique minimum semble justifiée car les profils  $V(r_\alpha)$  des échantillons altérés (3 et 6 cycles) suivent bien ceux prédits pour un rayon inférieur à 0,2  $\mu\text{m}$ . On peut donc conclure à l'existence d'une zone non accessible à l'acide retard. Concernant le rayon critique maximum la question posée est de savoir si notre hypothèse d'existence d'une famille de grandes tailles de pores pour laquelle l'acide n'engendre pas de modification est effectivement vérifiée.

	$r_{cmax}=12 \mu\text{m}$		$r_{cmax}=8 \mu\text{m}$	
$\Phi_{intact}=16,1\%$	3 cycles	6 cycles	3 cycles	6 cycles
$\Delta\Phi_{global}$	1%	2,2%	1%	2,2%
$\Delta\Phi_{eff} = \Sigma f_\alpha$	8,1%	8,1%	7,1%	7,1%
$\delta$	0,041	0,084	0,045	0,09

Tableau 3.15 – Paramètres pour le calcul de l'évolution des distributions de taille de pores avec l'altération

Nous avons donc déroulé la même démarche de calcul en choisissant un rayon critique maximum égal à 72  $\mu\text{m}$ , valeur maximale de rayon de pore identifiée par porosimétrie au mercure. Les résultats de ces calculs sont présentés dans la figure 3.47. Sous cette hypothèse, l'approche ne permet pas de capter la tendance expérimentale y compris pour l'échantillon altéré à 3 cycles. L'existence d'un rayon critique maximum semble donc pertinent. La valeur de 8  $\mu\text{m}$  semble permettre de mieux approcher les données expérimentales de l'échantillon altéré à 6 cycles de traitement.

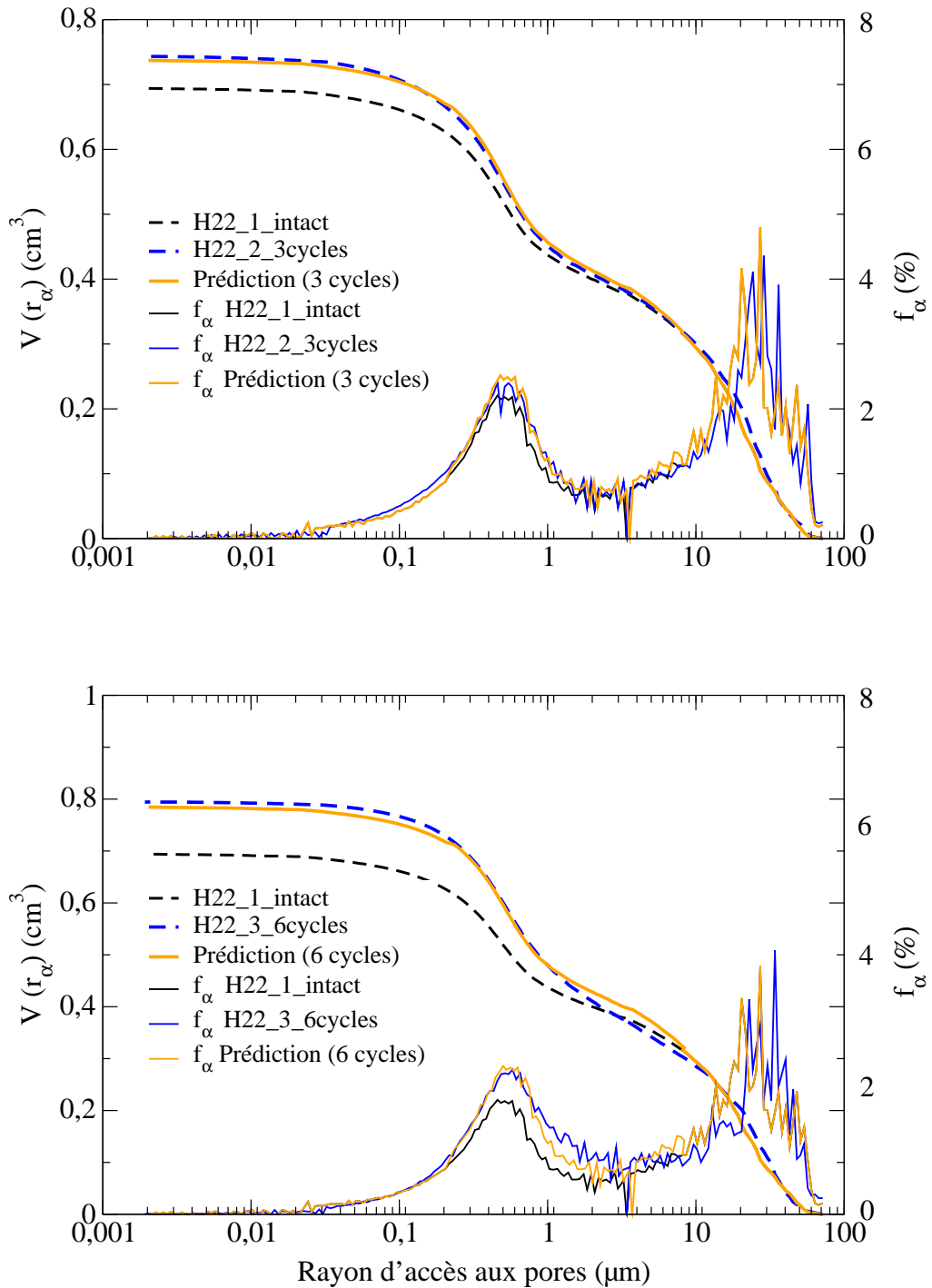


Figure 3.45 – Évolution du profil des courbes  $V(r_\alpha)$  et  $f_\alpha$  des échantillons ayant subi respectivement 3 et 6 cycles de traitement acide pour  $r_{crmax}=8 \mu\text{m}$

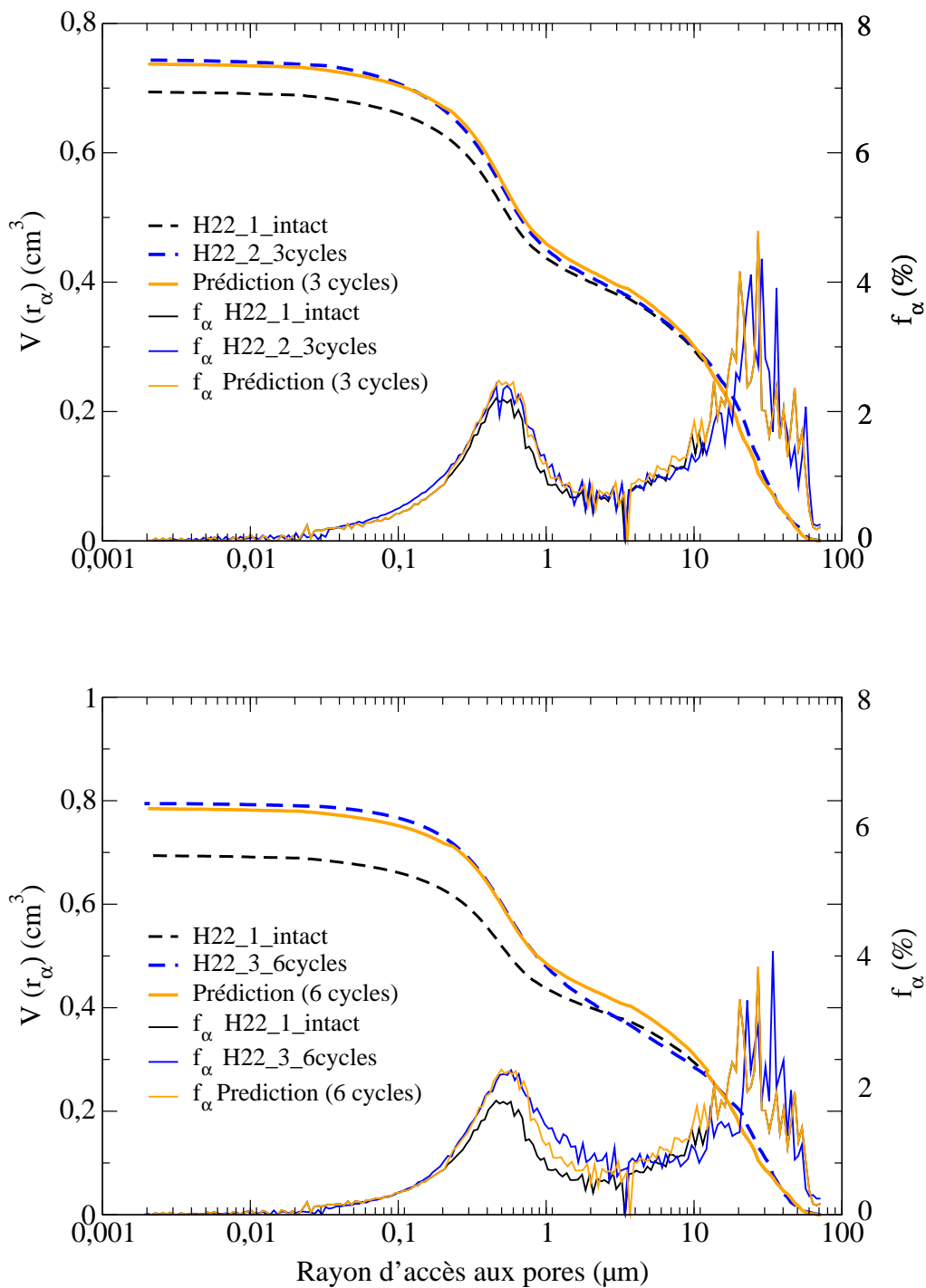


Figure 3.46 – Évolution du profil des courbes  $V(r_\alpha)$  et  $f_\alpha$  des échantillons ayant subis respectivement 3 et 6 cycles de traitement acide pour  $r_{crmax}=12 \mu\text{m}$

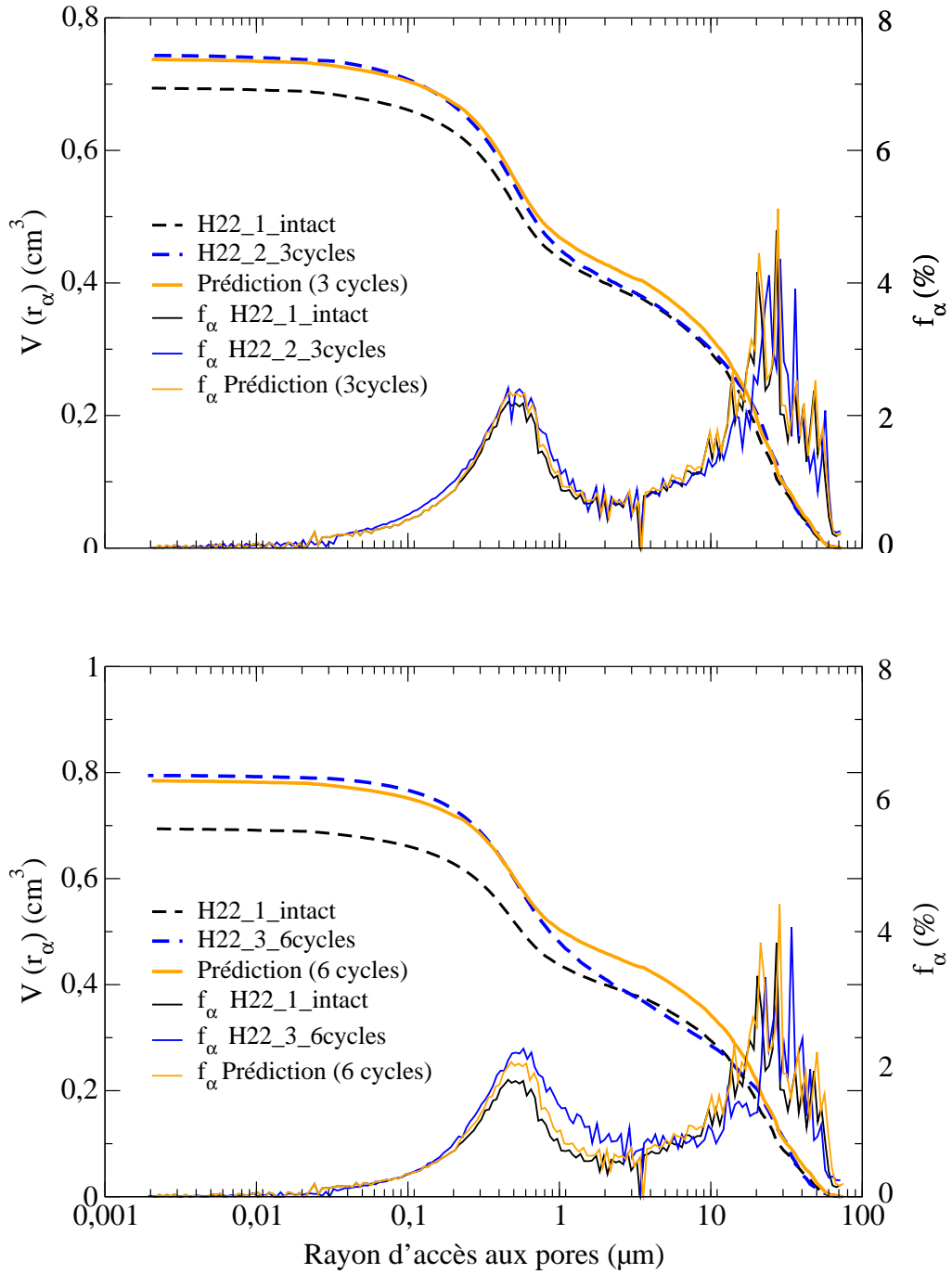


Figure 3.47 – Évolution du profil des courbes  $V(r_\alpha)$  et  $f_\alpha$  des échantillons ayant subi respectivement 3 et 6 cycles de traitement acide pour  $r_{crmax}=72 \mu\text{m}$

### 3.2.3 Résonance magnétique nucléaire

Le détail de cette technique a été présenté à la section 2.1.2. Dans cette étude, un échantillon de calcaire d'Euville de 40 mm de diamètre et de 60 mm de longueur a été sélectionné. Il a été analysé par RMN à différents niveaux d'altération chimique : avant altération, après 3 cycles et 6 cycles de traitement. L'acide est considéré comme ayant envahi l'espace poreux après l'injection de l'équivalent de trois fois le volume poreux. La réaction chimique est activée pendant 24 heures. L'impact de l'altération sur les différents familles de pore a été montré dans la section 3.2.2 lors de l'étude de l'évolution de la microstructure par essai de porosimétrie au mercure. Les résultats RMN analysés dans cette partie ont pour objectif de confirmer les tendances observées.

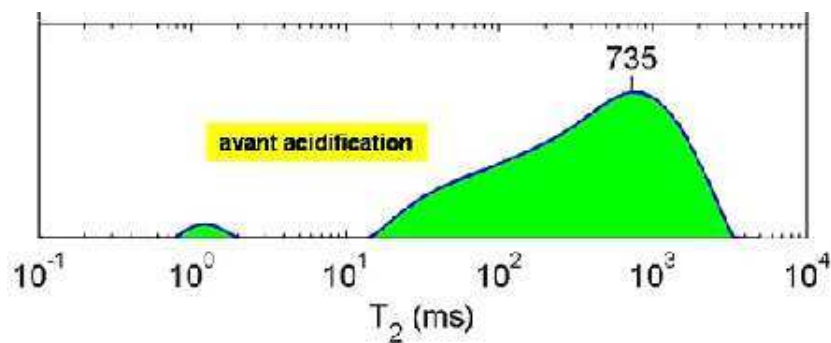


Figure 3.48 – Profil de  $T_2$  de l'échantillon B39 à l'état intact

La structure poreuse du calcaire d'Euville est caractérisée par une double porosité (distribution de tailles de pore bimodale), ce qui complique l'interprétation de l'impact de l'attaque acide sur les tailles de pore par analyse RMN. La figure 3.48 présente le profil de temps de relaxation  $T_2$  de l'échantillon d'Euville B39 à l'état intact. On rappelle que le spectre RMN correspond à une courbe de distribution du paramètre V/S équivalent en dimension à un rayon de pore. Malgré la présence d'une double porosité dans milieu, le profil de  $T_2$  ne présente qu'un pic marqué pour les grandes tailles de pore ( $T_2$  élevé) et une simple "bosse" pour les petites tailles de pore ( $T_2$  faible). L'explication provient d'un effet de couplage entre les deux systèmes des pores du milieu (Vincent et al., 2011). On peut néanmoins attribuer la microporosité aux faibles temps de relaxation et la macroporosité aux temps de relaxation plus élevés. Dans le travail de Vincent et al. (2011), une valeur limite de  $T_2 = 200$  ms a été retenue comme frontière entre les deux familles de pores. L'adoption de cette limite conduit à une division du volume poreux en 35% de micropores et 65% de macropores qui s'avère cohérente avec la répartition déduite des données de porosimétrie au mercure.

La figure 3.49 présente le profil de porosité scanner de l'échantillon d'Euville B39 après altération. On observe une augmentation d'environ 0,9% après chaque série de 3 cycles de traitement acide.

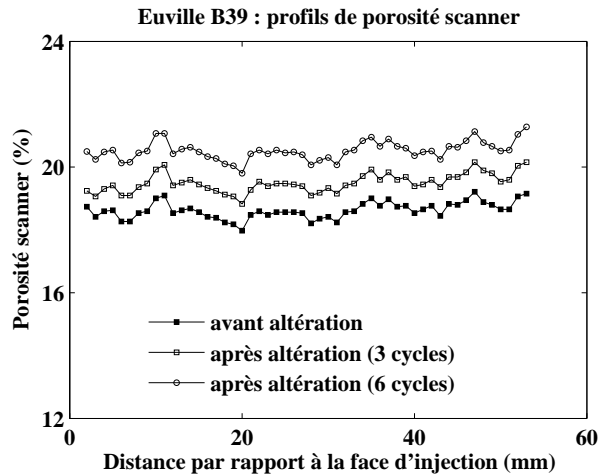


Figure 3.49 – Profil de la porosité scanner avant et après 3 et 6 cycles de traitement acide de l'échantillon B39

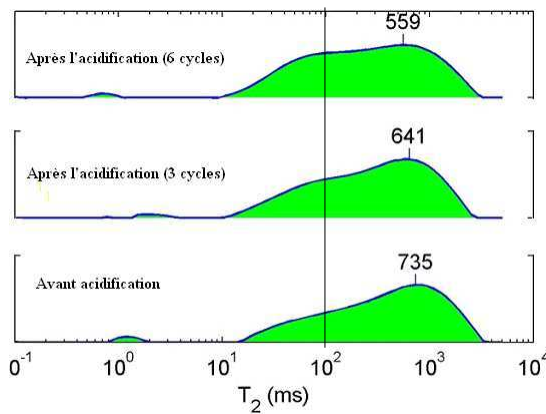


Figure 3.50 – Évolution de profil de  $T_2$  sous l'effet de l'altération chimique

L'évolution du profil RMN est présentée dans la figure 3.50. On remarque tout d'abord une diminution du pic principal de  $T_2$  après 3 et 6 cycles de traitement acide. Cette réduction correspond à une diminution du rapport  $V/S$  où  $S$  dépend fortement de l'état de surface en particulier de la rugosité. Cette diminution provient du fait que l'augmentation de surface des pores sous l'effet de la dissolution est plus importante que celle du volume poreux dans l'espace des macropores. En se déplaçant vers les temps plus petits sur le profil de  $T_2$ , on commence à observer une augmentation de la fréquence associée aux  $T_2$  après l'altération chimique. La zone de  $T_2$  associée à la plus grande augmentation des fréquences se trouve entre 0 et 200 ms. Dans cette zone, l'effet de dissolution est plus marqué sur l'augmentation du volume que sur le changement de surface. L'analyse RMN semble donc indiquer un volume macroporeux peu modifié par l'altération chimique et un volume microporeux plus sensible à l'attaque acide. Il faut noter que les seuls résultats RMN ne permettent pas de conclure sur l'évolution des deux espaces macroporeux et microporeux présents dans le milieu. Ils doivent être confrontés

à l'ensemble des résultats obtenus par les différentes méthodes d'analyse.

### 3.2.4 Discussion

L'analyse des images microscanner et de lames minces et les résultats des essais de porosimétrie au mercure sur échantillons intacts montrent la présence de deux familles de pore dans le calcaire d'Euville : macropores et micropores. Les résultats des essais de porosimétrie au mercure donnent l'importance relative des volumes poreux concernés : autour de 45% pour la microporosité et de 55% pour la macroporosité. Les micropores observés se localisent principalement dans les lithoclastes et possèdent un rayon d'accès variant de 0,01  $\mu\text{m}$  à une dizaine de microns. L'analyse des résultats des essais de porosimétrie au mercure sur échantillons intacts et altérés indiquent l'existence d'une zone non accessible par l'acide et une portion des macropores pour laquelle l'acide n'est pas susceptible d'engendrer une modification de la microstructure de la roche.

Les résultats des analyses RMN indiquent une répartition entre micropores et macropores autour de respectivement 35% et 65% cohérente avec les données de porosimétrie au mercure. Ils montrent également que l'espace microporeux semble plus sensible à l'attaque acide que l'espace macroporeux en terme de variation de volume. Ces remarques jouent un rôle important dans la compréhension de l'évolution des propriétés pétrophysiques et géomécaniques du calcaire d'Euville sous l'effet de l'altération chimique.

Les résultats de RMN et d'essai de porosimétrie au mercure ont montré la possibilité de définir un espace macroporeux intergranulaire sur lequel l'acide n'aurait pas d'effet significatif dont la paroi principalement constituée de zones microporeuses sur lesquelles agit l'altération.

En termes de propriétés pétrophysiques, la perméabilité est principalement contrôlée par le rayon d'accès aux pores. Dans le cas de trois cycles de traitement, l'augmentation des rayons d'accès aux pores principalement localisée dans l'espace microporeux n'est pas suffisante pour induire une augmentation significative de la perméabilité. Les phénomènes de déplacement de fines viennent de plus perturber l'écoulement. Dans le cas de six cycles, l'impact sur l'espace poreux semble suffisant pour rendre l'ensemble des pores plus accessibles, conduisant ainsi à une augmentation de la perméabilité.

En termes de propriétés géomécaniques, les micropores sont pour une grande part localisés dans les lithoclastes et également probablement présents entre les cristaux formant le ciment syntaxial. L'augmentation de la microporosité due à l'attaque acide est donc naturellement susceptible d'induire une diminution des propriétés mécaniques de calcaire d'Euville. Cette analyse nous donne des informations clés pour construire un modèle par une approche d'homogénéisation mettant l'accent sur l'impact des propriétés mécaniques des lithoclastes et du ciment syntaxial sur le comportement macroscopique de l'échantillon.

### 3.3 Essai de nano-indentation

La nano-indentation est une technique permettant d'évaluer la dureté et le module d'élasticité d'un matériau en mesurant l'enfoncement d'une pointe. L'avantage de l'appareil de nano-indentation est sa capacité à mesurer avec une résolution nanométrique une profondeur de pénétration allant jusqu'à une centaine de nanomètres. Cette technique a été largement développée pour étudier le comportement mécanique des matériaux à l'échelle microscopique (Olivier et Pharr, 2004; Presser et al., 2010). Les propriétés mécaniques sont déduites de l'analyse de la courbe charge-déplacement. Dans notre étude, la technique est utilisée pour étudier l'évolution des propriétés élastiques à l'échelle microscopique pour une roche carbonatée soumise à une altération chimique. Les résultats obtenus donnent un aperçu de l'impact de l'acide sur le comportement mécanique à l'échelle microscopique qui doit permettre de mieux comprendre l'évolution des propriétés observées à l'échelle macroscopique sous l'effet chimique.

#### 3.3.1 Principe de base de la technique

Un appareil de nano-indentation se compose de trois parties principales : (a) un indenteur (pointe avec une géométrie spéciale) qui permet d'appliquer une force sur le matériau, (b) un actionneur pour fournir la force, (c) un capteur pour mesurer le déplacement de l'indenteur.

La pointe est apposée perpendiculairement à la surface du matériau et applique une charge verticale croissante jusqu'à un niveau prédéfini. La charge appliquée est alors réduite jusqu'à observer une relaxation partielle ou totale du matériau. La courbe donnant la charge appliquée en fonction de la profondeur de pénétration de la pointe permet alors de calculer les propriétés mécaniques du matériau étudié.

Dans la phase d'enfoncement de l'indenteur, la courbe de chargement caractérise le comportement élastoplastique du matériau. En diminuant graduellement la charge (phase de déchargement), on s'assure d'être dans une phase de comportement élastique du matériau permettant d'évaluer son module élastique.

La figure 3.57 est une représentation schématique du déplacement de l'indenteur pour un cycle de charge-décharge. On note  $h$  le déplacement de la pointe de l'indenteur et  $P$  le chargement appliqué. Le module d'élasticité  $E$  est déduit des relations suivantes :

$$E_r = \frac{\pi}{2\beta} \frac{S}{\sqrt{A}} \quad (3.13)$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (3.14)$$

où  $S=dP/dh$  est la raideur de contact,  $A$  représente l'aire du contact projeté (cf. Figure 3.52) et  $\beta$  est un paramètre géométrique spécifique à l'indenteur égal à 1,034 pour l'indenteur de type Berkovich).  $E_r$  est le module d'élasticité réduit du matériau étudié. Il prend en compte le fait

que la rigidité de l'indenteur n'est pas infinie. Pour un indenteur en diamante, on retient un module d'élasticité  $E_i=1141$  GPa et un coefficient de Poisson  $\nu_i=0,07$ .

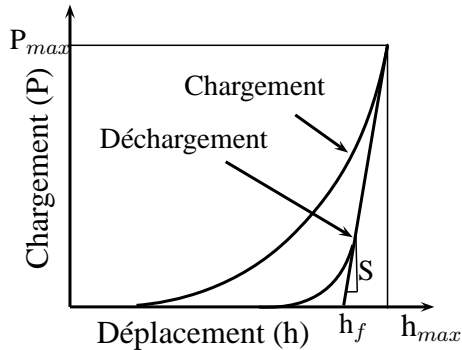


Figure 3.51 – Courbe typique durant une phase de chargement et de déchargement

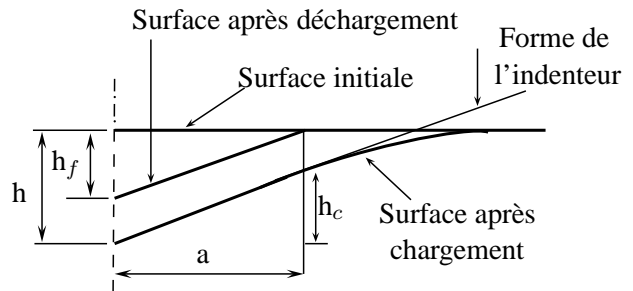


Figure 3.52 – Représentation de la phase de déchargement

L'estimation de  $E$  nécessite de connaître la valeur du coefficient de Poisson qui est également une propriété à déterminer du matériau étudié. Dans son travail, Olivier et Pharr (Olivier et Pharr, 2004) ont montré qu'un choix de  $\nu$  variant entre 0,15 à 0,35 n'induisait que 5% d'incertitude sur l'évaluation de  $E$  pour une large gamme de matériaux. La figure 3.53 présente un exemple de l'empreinte du nanoindenteur de type Berkovich.

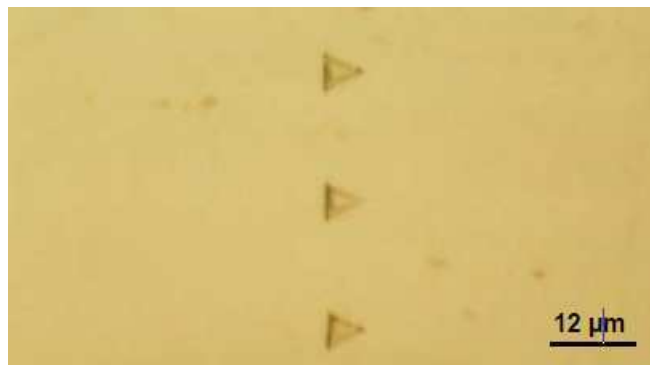


Figure 3.53 – Empreintes du nanoindenteur de type Berkovich avec un espacement de  $20 \mu\text{m}$  et un enfoncement de  $1 \mu\text{m}$

### 3.3.2 Module d'élasticité

Dans notre étude, les mesures sont effectuées au moyen d'un nanoindenteur MTS NanoXPTM équipé d'une pointe Berkovich en diamant. Un coefficient de Poisson égal à 0,32 a été retenu pour le calcul du module d'élasticité  $E$ . Cette valeur a été déterminée à l'aide de l'analyse inverse à partir des données macroscopiques (cf. §5.6). Deux échantillons de calcaire d'Euville, l'un intact et l'autre altéré à 6 cycles de traitement acide ont été préparés. Les échantillons destinés aux essais de nano-indentation ont un diamètre de 20 mm et une épaisseur

de 5 mm. Ils ont été découpés sur des échantillons de taille standard : 40 mm de diamètre pour 80 mm de hauteur. Une procédure de polissage a ensuite été appliquée pour atteindre un bon état de surface. La figure 3.54 montre l'observation sous microscope optique de l'état de surface après polissage de l'échantillon à l'état intact. On retrouve la structure granulaire avec différentes phases solides observée sur lame mince.

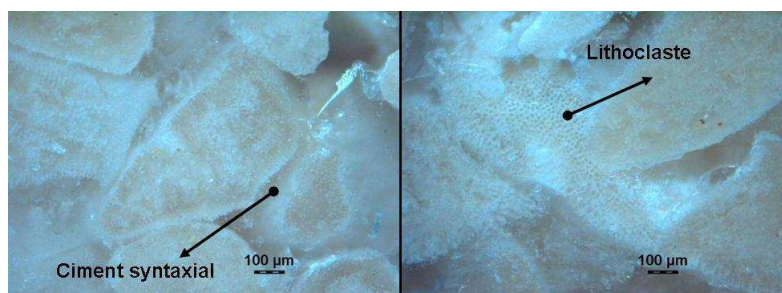


Figure 3.54 – État de surface après polissage de l'échantillon intact

L'observation sous un microscope intégré à l'appareil permet d'identifier la phase solide et la phase poreuse du milieu (cf. Figure 3.56). La différenciation des phases solides n'est malheureusement pas possible du fait du faible contraste entre les phases. La microporosité n'est également pas observable à cette échelle.

L'objectif de ces essais est de déterminer la répartition des propriétés mécaniques dans la phase solide à l'échelle microscopique. L'idée est de réaliser des séries de points d'indentation en passant d'un grain à l'autre pour vérifier s'il existe bien une zone mécaniquement plus faible à la périphérie des grains. Pour chaque échantillon, plusieurs séries sont effectuées pour tester des zones différentes (cf. Figure 3.55).

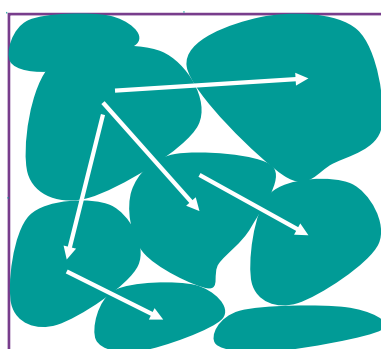


Figure 3.55 – Schéma de localisation des essais de nano-indentation

### 3.3.2.1 Échantillon à l'état intact

La figure 3.56 présente la surface de l'échantillon intact après deux séries d'essais de nano-indentation. La flèche blanche indique la direction de la série de points indentés passant d'un grain à l'autre. Les petits cercles rouges précisent les positions des indenteurs qui sont difficilement identifiables sur les images du microscope. Pour les essais réalisés, le chargement maximal

appliqué est de 5 mN et on réalise 20 points d'indentation successifs avec un pas de 5  $\mu\text{m}$ . La longueur totale indentée est alors de 95  $\mu\text{m}$ .

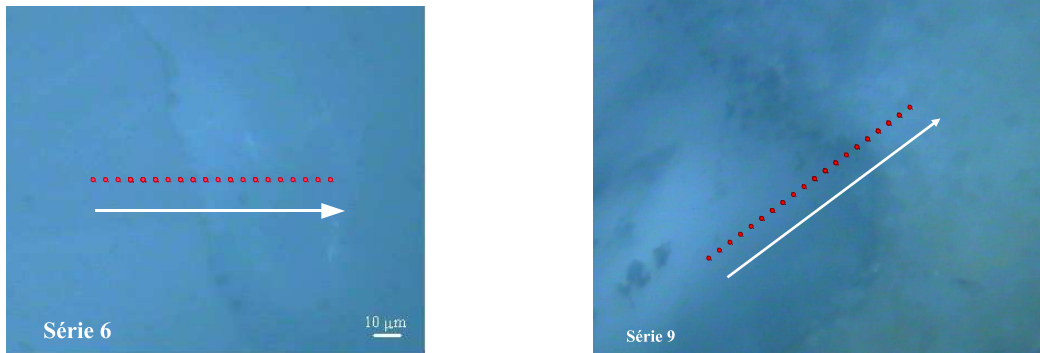


Figure 3.56 – Images de la surface de l'échantillon intact observées sous microscope après deux tests de nano-indentation

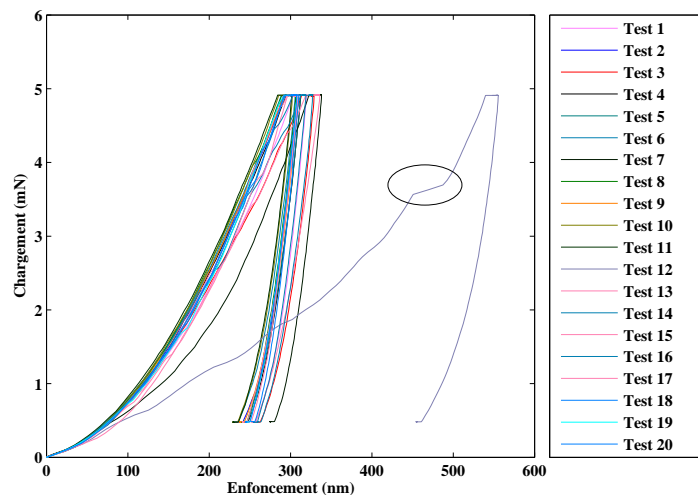


Figure 3.57 – Ensemble des courbes de charge-décharge pour une série d'essais de nano-indentation passant d'un grain à l'autre pour l'échantillon d'Euville intact

La figure 3.57 présente l'ensemble des courbes de charge-décharge d'une série d'essais de nano-indentation. L'enfoncement moyen pour un chargement maximal à 5 mN est de l'ordre de 300 nm. Les discontinuités sur la courbe de chargement proviennent du glissement de l'indenteur lorsqu'il s'enfonce dans la zone poreuse (Presser et al., 2010). Les modules de Young  $E$  mesurés pour deux séries d'essais sont présentés sur la figure 3.58. On observe des valeurs relativement stables à l'intérieur des grains et des valeurs plus faibles au niveau des contacts entre les grains. Plusieurs séries de tests ont été effectuées pour confirmer cette tendance.

La figure 3.59 regroupe les valeurs de  $E$  obtenues pour l'ensemble des tests réalisés sur l'échantillon à l'état intact. Les données ont été recentrées autour des zones de plus faible raideur situées au niveau des zones de contact entre les grains. On observe que la largeur de

la zone de raideur plus faible varie d'un essai à autre. La principale difficulté rencontrée est d'identifier à quelle phase appartient la zone indentée.

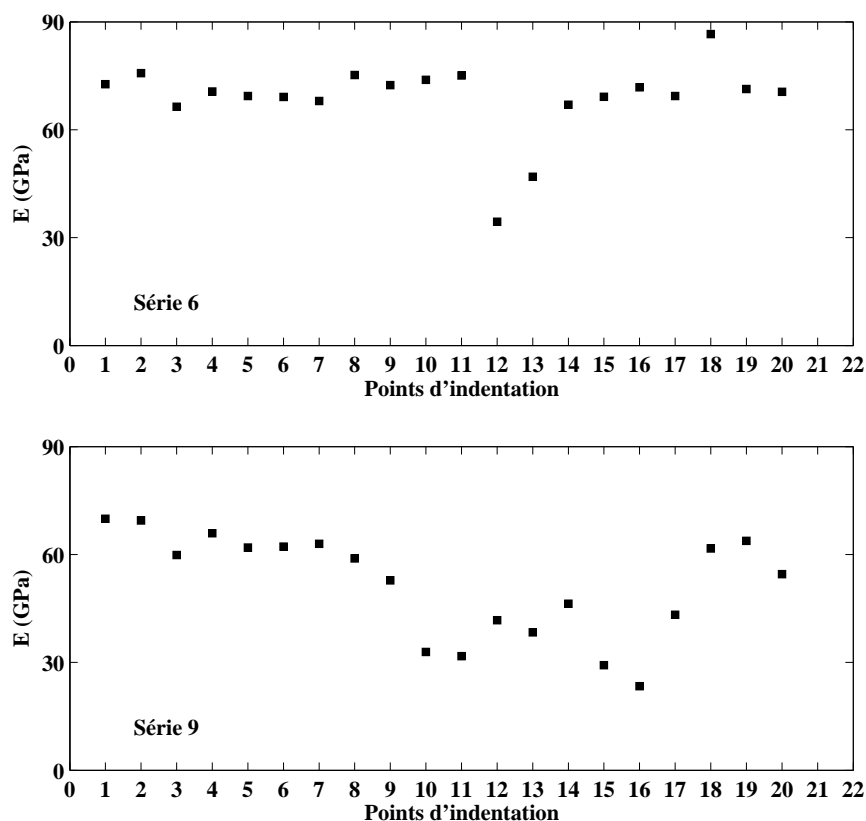


Figure 3.58 – Modules de Young mesurés pour les deux séries d'essais de nano-indentation passant d'un grain à l'autre sur l'échantillon intact présentées sur la figure 3.56 (écart entre deux points =  $5 \mu\text{m}$ )

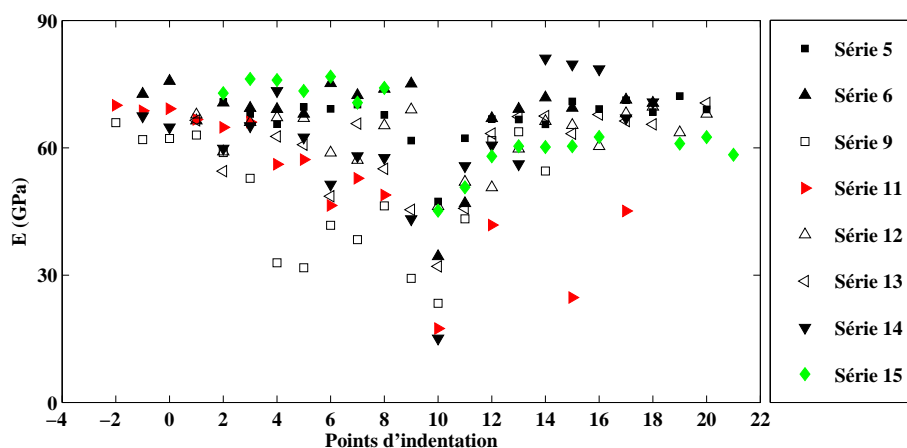


Figure 3.59 – Mesures de  $E$  pour l'ensemble des séries de tests réalisées sur l'échantillon à l'état intact

Le module d'élasticité  $E$  varie également à l'intérieur d'un grain. Une série de points d'inden-

tation a donc été réalisée à l'intérieur d'un même grain pour estimer la fluctuation des mesures d'un point à l'autre (cf. Figure 3.60). La variabilité observée reste inférieure à l'amplitude de variation de  $E$  dans la zone périphérique des grains.

Afin de permettre une meilleure analyse des données nous avons représenté l'ensemble des mesures de  $E$  obtenues sur l'échantillon intact de calcaire d'Euville sous la forme d'un histogramme. Pour ce faire, nous avons calculé la fréquence cumulée croissante associée à chaque valeur de  $E$ , c'est-à-dire la somme des fréquences de toutes les valeurs inférieures à la classe considérée. La courbe obtenue montre qu'environ 10% des points d'indentation présentent un module élastique inférieur à 40 GPa.

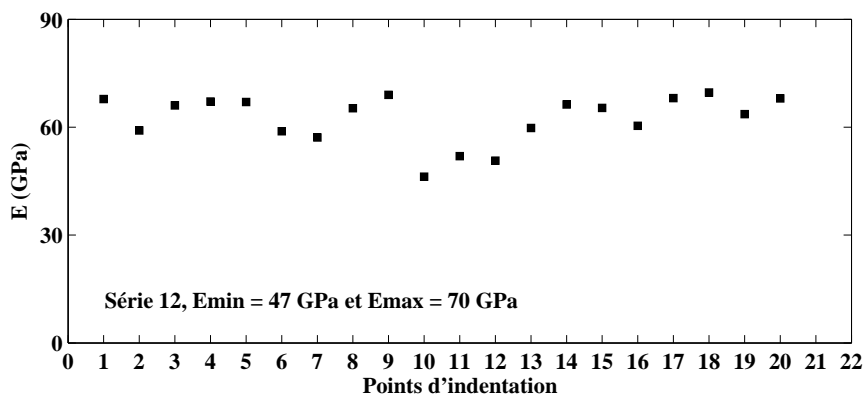


Figure 3.60 – Variation de  $E$  à l'intérieur d'un grain

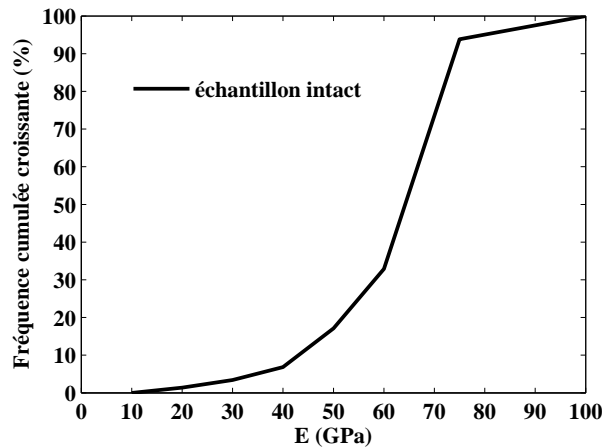


Figure 3.61 – Histogramme de  $E$  pour l'ensemble des tests réalisés sur l'échantillon intact

### 3.3.3 Échantillon à l'état altéré

Les résultats des essais de nano-indentation sur l'échantillon de calcaire d'Euville à l'état intact ont permis de mettre en évidence la différence de propriétés mécaniques des différentes phases du milieu, en particulier entre les grains de calcite et l'interface entre ces grains. La raideur plus faible des zones d'interface provient de la nature poreuse de cette phase.

Les essais sur l'échantillon altéré ont pour objectif de caractériser l'évolution des propriétés élastiques à l'échelle microscopique sous l'effet chimique et plus spécifiquement la localisation des zones attaquées par l'acide. Plusieurs séries d'essais ont été effectuées en différents endroits. Comme pour les essais à l'état intact, les séries de points d'indentation sont réalisées en passant d'un grain à l'autre. Il est important de noter que l'état initial de l'échantillon altéré n'est pas identique à celui de l'échantillon intact. Afin de permettre l'étude de l'évolution des propriétés sous l'effet de l'altération chimique, on suppose que les états intacts des deux échantillons caractérisés étaient très similaires. Une analyse statistique est nécessaire pour pouvoir comparer les résultats entre les échantillons intact et altéré. La Figure 3.62 présente les valeurs de  $E$  sur l'ensemble des tests réalisés sur l'échantillon altéré. Comme le cas intact, une zone de raideur plus faible sur la périphérie des grains est observée.

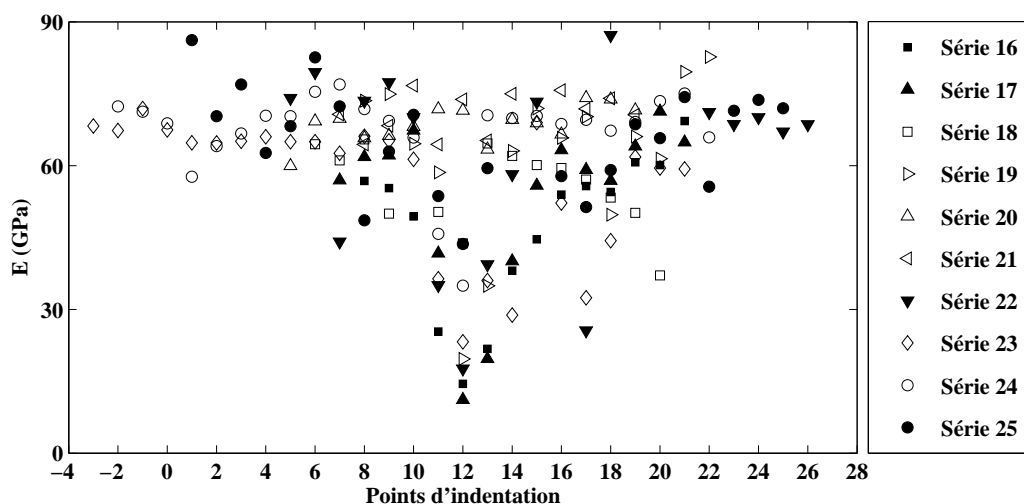


Figure 3.62 – Mesures de  $E$  pour l'ensemble des séries de tests réalisées sur l'échantillon à l'état altéré

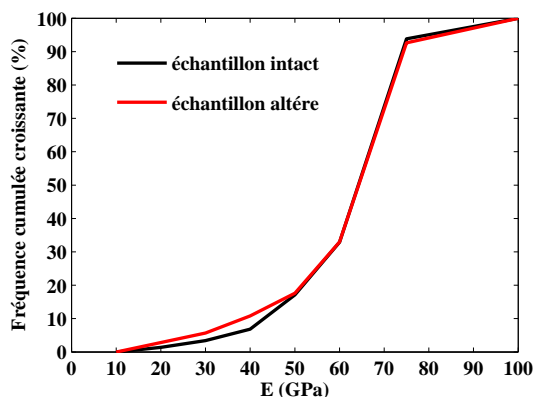


Figure 3.63 – Histogramme de  $E$  pour l'ensemble des tests réalisés sur les échantillons intact et altéré

La figure 3.63 présente la superposition des histogrammes de  $E$  pour les échantillons intact et altéré. Nous pouvons remarquer que, pour les valeurs de  $E$  inférieures à 50 GPa, le histogramme de l'échantillon altéré est décalé vers la gauche par rapport à celui de l'échantillon intact. Pour les valeurs de  $E$  plus élevées, les deux histogrammes sont confondus. L'altération induit donc une diminution des modules d'élasticité des zones d'interface.

### 3.3.4 Conclusion

Les résultats des essais de nano-indentation réalisés sur les échantillons d'Euville intact et altéré permettent d'étudier les propriétés mécaniques du matériau à l'échelle microscopique ainsi que l'évolution de ces propriétés sous l'effet de l'altération chimique. Ils ont mis en évidence deux points essentiels : (1) la présence d'une zone de raideur plus faible ; (2) la localisation dans cette zone de l'évolution des propriétés mécaniques due à l'effet chimique. La difficulté majeure de cette caractérisation réside dans l'identification de la zone indentée. Les résultats obtenus doivent être complétés par d'autres approches pour expliquer complètement les évolutions des propriétés observées à l'échelle macroscopique sous l'effet de l'altération chimique. Les essais de nano-indentation réalisés indiquent néanmoins que, d'un point de vue mécanique, les effets de l'altération chimique se concentrent dans les zones d'interface entre les grains. Des essais supplémentaires sur des échantillons à différents états d'altération doivent être envisagés pour valider et compléter ces premières données.

## 3.4 Estimation de la fraction volumique de chacune des phases dans le milieu

La description de la microstructure du calcaire d'Euville (cf. §3.2.1) a montré la présence de différentes phases dans le matériau. La modélisation du comportement macroscopique du calcaire d'Euville par approche micromécanique nécessite une estimation de la fraction volumique de chacune des phases dans le milieu.

### 3.4.1 Mesure de la fraction volumique des espaces macroporeux et microporeux

La macroporosité du calcaire d'Euville est estimée à partir de sections d'image obtenues par microtomographie en utilisant le logiciel de traitement d'image : ImageJ. Les images sont en format TIFF qui offre la plus grande liberté en termes de représentation et de structure. La résolution est de  $5 \mu\text{m}/\text{pixel}$ .

La détermination de la macroporosité est réalisée sur l'image segmentée en deux phases (image seuillée), le calcul de porosité se fait par simple ratio entre le nombre de pixels correspondant à la phase vide et le nombre de pixels total de l'image. La préparation d'une image seuillée se fait en plusieurs étapes :

- Augmentation du contraste par dilatation de l'histogramme des niveaux de gris des images sur l'ensemble des 256 valeurs possibles en 8-bits ;
- Séparation de l'image en deux sections : pore et phase solide par seuillage automatique, ce qui ramène l'image en niveaux de gris à une image binaire : pore = blanc et solide = noir ;
- Suppression de bruit par une série d'opérations morphologiques qui ont pour effet de faire disparaître les trous de petite taille et de connecter les structures proches.

L'opération morphologique principale utilisée sur l'image binaire est celle d'ouverture. Cette opération est constituée par une érosion suivie par une dilatation. Ces deux opérations sont les opérations de base de traitement d'image par transformation morphologique. Elles permettent de modifier la valeur d'un pixel de l'image binaire en fonction de la valeur de ses voisins. Ces opérateurs dans le logiciel l'Image J font appel à deux paramètres : un seuil sur le nombre de pixels voisins (1 à 8) et le nombre d'itérations du procédé d'opération. L'érosion cherche à transformer un pixel blanc en noir si le nombre de pixels noirs autour de lui est supérieur au seuil de nombre de pixels voisins choisi. Au contraire, la dilatation transforme un pixel noir en blanc si le nombre de pixels blancs autour de lui est également supérieur au même seuil.

La figure 3.64 donne un exemple de l'impact de l'opération d'ouverture sur deux pores de tailles différentes. Le seuil de nombre de pixels voisins choisi est de 1, ce qui correspond à la probabilité de la modification d'un pixel la plus élevée. Un nombre d'itérations du procédé

de 1 a été imposé pour éviter une modification importante de la structure de l'image. Dans cet exemple, on constate que le petit pore a été complètement supprimé alors que le pore de taille plus grande reste inchangé après une opération d'érosion puis de dilatation. La figure 3.65 donne un exemple de deux images binaires avant et après l'opération d'ouverture.

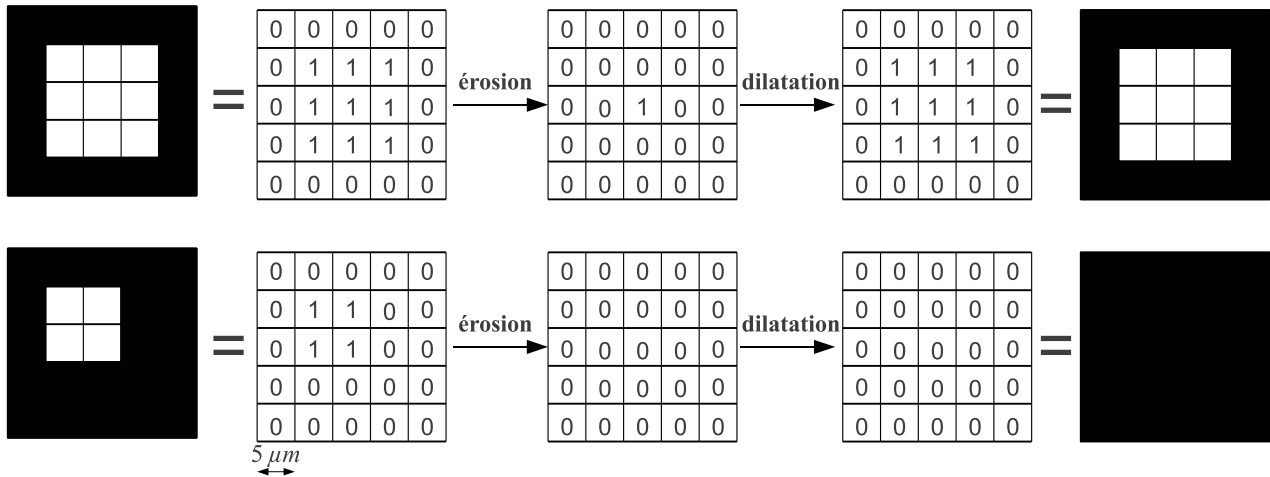
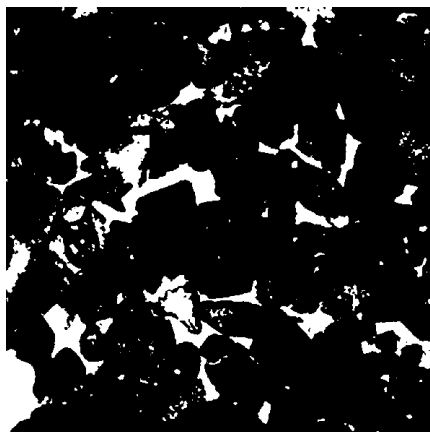
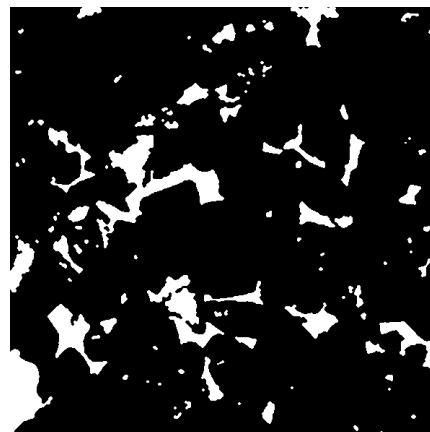


Figure 3.64 – Exemple d’une série de fermetures morphologiques



(Avant suppression  $\phi = 11,0\%$ )



(Après suppression  $\phi = 10,5\%$ )

Figure 3.65 – Exemple de la suppression de bruit

Les estimations de la fraction volumique de l’espace macroporeux à partir de ces traitements d’image intègrent certainement des erreurs inévitables. Elles permettent néanmoins d’obtenir une valeur indicative de la macroporosité moyenne estimée autour de  $10\% \pm 2\%$ . Le calcul a été fait sur plusieurs images. Les pores associés à la macroporosité dans le cas présent possèdent un diamètre supérieur à  $10\sqrt{2} \approx 15 \mu\text{m}$ . Car les pores inférieurs à cette taille ont été supprimés par le traitement d’image.

L'étude de l'évolution de la microstructure de la roche sous l'effet de l'altération chimique (cf. §3.2) par porosimétrie au mercure a montré la possibilité de définir une zone macroporeuse intergranulaire sur laquelle l'acide n'aurait pas d'effet significatif. L'analyse des courbes a montré que cette zone représente approximativement entre 45% et 55% du volume poreux. Si l'on se place sous l'hypothèse forte que les courbes de distribution des rayons d'accès aux pores déduites des mesures par porosimétrie au mercure représentent directement celles des rayons de pore, l'espace macroporeux défini par porosimétrie au mercure correspond donc à l'ensemble des pores dont le diamètre est supérieur à une valeur située entre 10 et 30  $\mu\text{m}$  (cf. Figure 2.5).

Pour une porosité par pesée de 17,6%, la macroporosité estimée par porosimétrie au mercure est comprise entre 8% et 9,6%, ce qui est cohérent avec la valeur de macroporosité estimée par l'analyse d'image entre 8% et 12%. Rappelons que l'analyse d'image permet de mesurer les volumes poreux des pores dont le diamètre est approximativement supérieur à 15  $\mu\text{m}$ .

Lorsque la macroporosité est estimée, la microporosité est simplement égale à la différence entre la porosité totale (porosité par pesée) et la macroporosité du milieu.

### 3.4.2 Mesure des fractions volumiques du ciment syntaxial et des lithoclastes

L'observation de lames minces a montré l'existence d'une couche de ciment syntaxial se développant autour des grains crinoïdaux (monocristallins). Elle est le résultat de phénomènes de précipitation des minéraux et assure le lien entre les grains.

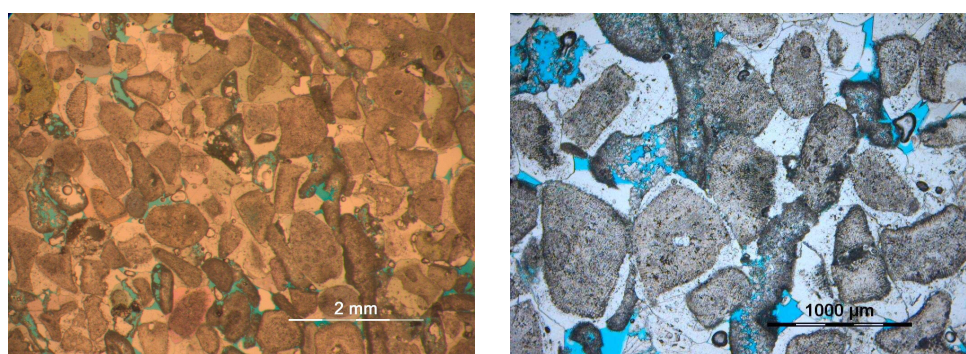


Figure 3.66 – Photos de lames minces de calcaire d'Euville

La figure 3.66 présente les photos de lames minces à deux niveaux de grossissement différents. La différence de couleur entre les grains crinoïdaux, les lithoclastes et les ciments syntaxiaux observée à la lumière polarisée facilite la procédure de traitement d'image. La détermination du pourcentage de ciment syntaxial se fait grâce au logiciel d'analyse d'image Avio. La première étape est de transformer l'image en couleur en une image en niveaux de gris (cf. Figure 3.67). On remarque une différence nette en niveaux de gris entre des ciments syntaxiaux d'une part et les grains crinoïdaux et les lithoclastes d'autre part.

La méthode de segmentation par seuillage est ensuite appliquée pour sélectionner la zone d'intérêt (ciment) qui apparaît en clair. Cette méthode se base sur la distribution des niveaux de gris de l'image. Après seuillage, on sélectionne l'ensemble des zones de ciment syntaxial. On remarque également qu'une partie des grains crinoïdaux a été sélectionnée du fait du faible contraste entre ces deux phases (ciment et grain crinoïde) (cf. Figure 3.68a). Une étape de suppression de ces zones parasites a été appliquée pour ne pas surestimer le pourcentage de la phase ciment (cf. Figure 3.68b).

La figure 3.69 compare une image initiale avec celle traitée par analyse d'image. La zone en couleur blanche de l'image à droite correspond à la phase de ciment présente dans le milieu. Plusieurs images ont été traitées. On estime à environ  $20\% \pm 2\%$  la fraction volumique de ciment autour des grains.

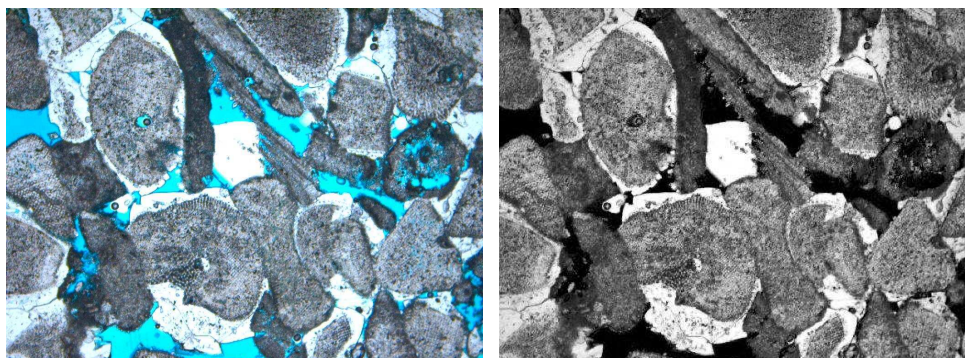


Figure 3.67 – Transformation de l'image en couleur en image en niveaux de gris

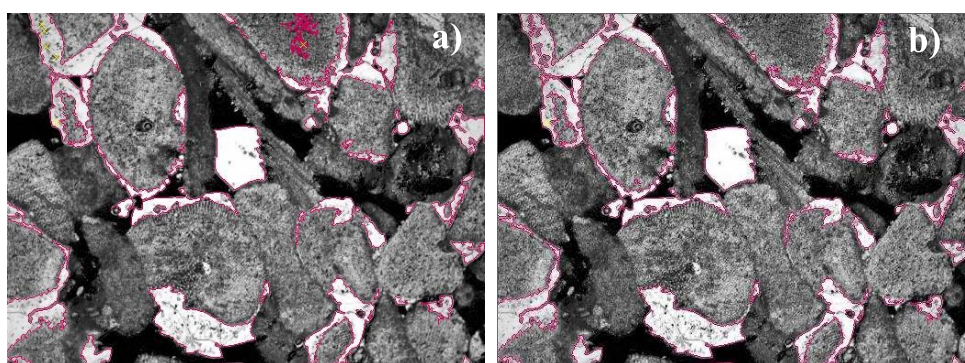


Figure 3.68 – Suppression des zones surestimées par seuillage

Le faible contraste entre les lithoclastes et les grains crinoïdaux complique la procédure de traitement d'image pour déterminer la fraction volumique des lithoclastes. Une procédure de traitement d'image plus approfondie doit être réalisée pour estimer la fraction des lithoclastes. Dans notre approche, l'estimation de la fraction volumique des lithoclastes est basée sur l'observation graphique. On estime une teneur de 8% à 10% en lithoclastes dans le milieu.

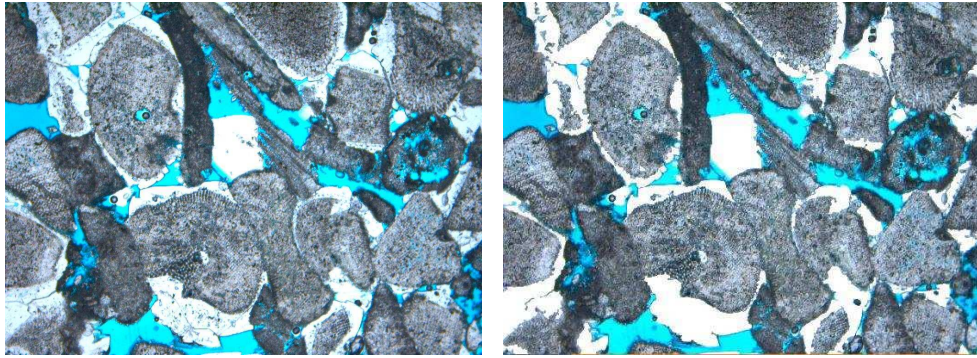


Figure 3.69 – Comparaison entre une image initiale et celle traitée par l'analyse d'image

### 3.4.3 Conclusion

On vient de présenter dans cette partie la méthode appliquée pour estimer les fractions volumiques des phases présentes dans le calcaire d'Euville. Dans le cadre de cette étude, cet effet d'analyse a été réalisé afin de donner un ordre de grandeur physique des paramètres géométriques indispensables à la définition d'un modèle de microstructure pertinent.



**Deuxième partie**

**Modélisation par approche  
micromécanique**



# Chapitre 4

## Méthode de changement d'échelle

### Sommaire

---

<b>4.1</b>	<b>Méthodologie de l'homogénéisation . . . . .</b>	<b>120</b>
4.1.1	Représentation . . . . .	120
4.1.2	Localisation . . . . .	120
4.1.3	Homogénéisation . . . . .	123
4.1.4	Bornes classiques du tenseur d'élasticité homogénéisé . . . . .	123
<b>4.2</b>	<b>Méthode d'estimation . . . . .</b>	<b>125</b>
4.2.1	Premier problème d'Eshelby (problème de l'inclusion) . . . . .	125
4.2.2	Deuxième problème d'Eshelby (problème de l'inhomogénéité) . . . . .	126
<b>4.3</b>	<b>Moyenne des déformations dans la phase solide . . . . .</b>	<b>128</b>
<b>4.4</b>	<b>Critère de résistance . . . . .</b>	<b>130</b>
4.4.1	Caractéristiques des matériaux . . . . .	130
4.4.2	Critère de résistance macroscopique . . . . .	131
4.4.3	Détermination de $\partial G^{hom}$ . . . . .	132
4.4.4	Critère de la phase solide fonction des deux premiers invariants . . . . .	132
4.4.5	Principe de l'homogénéisation non linéaire . . . . .	133
4.4.6	Critère de von Mises . . . . .	134

---



Ce chapitre a pour objectif de rappeler des éléments de base de la méthode de changement d'échelle dans le cadre des géomatériaux. Cette méthode permet de décrire des propriétés des matériaux hétérogènes en se basant sur l'exploitation des propriétés de ses constituants à l'échelle microscopique et sur la connaissance de la distribution spatiale (soit de façon périodique, soit de façon aléatoire) de ses constituants. Les propriétés macroscopiques sont déterminées en fonction des données locales en résolvant un problème théorique bien posé sur un volume élémentaire considéré comme une structure à l'échelle microscopique. Du point de vue macroscopique, ce volume doit être représentatif des hétérogénéités locales. Les équations mises en jeu dans ce travail sont bien adaptées pour un milieu aléatoire qui présente l'avantage d'être moins restrictif sur la géométrie de la microstructure du milieu étudié.

On commence par différencier trois longueurs caractéristiques :  $L$  la taille caractéristique de la structure macroscopique,  $l$  la taille du volume élémentaire et  $d$  la taille caractéristique des hétérogénéités du matériau (cf. Figure 4.1). La définition d'un volume élémentaire représentatif (VER) repose sur la condition de séparation d'échelle.

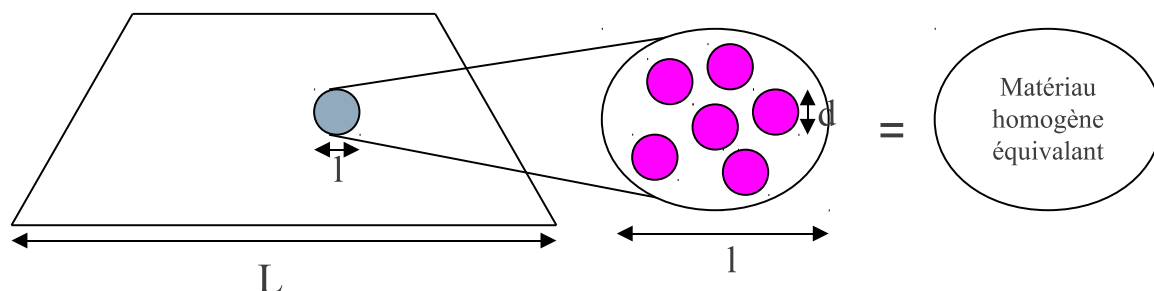


Figure 4.1 – Différentes échelles

- $l \ll L$  : cette condition permet de considérer le milieu homogène équivalent à l'échelle supérieure comme un milieu continu sur lequel on est en mesure de déterminer des champs continus de contraintes et de déformations.
- $d \ll l$  : cette condition assure au volume élémentaire son caractère représentatif des particules à l'échelle microscopique et donne donc un sens aux propriétés déterminées issues du processus d'homogénéisation.

Les conditions de séparation d'échelle étant vérifiées, le milieu hétérogène réel pourra être remplacé par un "milieu homogène équivalent" ou "milieu effectif". Le calcul de la structure constituée de ce matériau homogène fictif donne les champs de contraintes et de déformations (macroscopique) qui soient les moyennes des champs locaux (microscopique). Ces derniers auraient pu être calculés sur la structure réelle, constituée du matériau hétérogène.

Un autre aspect concernant les sollicitations doit être envisagé pour assurer le sens du caractère représentatif du volume élémentaire. Les conditions nécessaires relatives aux sollicitations sont présentées dans (Borner et al., 2001) pour éviter l'impact de fluctuation de chargement sur le VER. Nous aurons intérêt ici à nous limiter à des conditions homogènes de sollicitation sur le

VER.

## 4.1 Méthodologie de l'homogénéisation

Les conditions et les objectifs de la micromécanique étant précisés, nous pouvons mettre en œuvre la méthodologie de l'homogénéisation qui compose les trois étapes suivantes (Borner et al., 2001) :

- Étape de représentation : il s'agit de décrire, à une échelle précise, les caractéristiques géométriques et mécaniques des éléments contenus dans le VER ;
- Étape de localisation : on analyse la réponse mécanique de l'ensemble des éléments contenus dans VER à diverses sollicitations afin d'établir les relations reliant le champ des variables locales à une grandeur physique à l'échelle macroscopique ;
- Étape d'homogénéisation : cette étape permet de calculer des caractéristiques macroscopiques à partir des résultats des étapes précédentes.

### 4.1.1 Représentation

Il s'agit d'une étape pour décrire, généralement de manière statistique, le système étudié (VER). Il nous faut, d'abord, identifier les différentes phases du VER, les caractéristiques mécaniques de chacune de ces phases ainsi que leur comportement. En fonction de l'échelle convenue de description, cette identification mécanique doit se compléter de la description des paramètres géométriques pertinents. Il est généralement impossible d'obtenir une description complète du matériau. On ne peut donc pas parvenir à une détermination sans ambiguïté du comportement homogène équivalent. Ce constat demande des hypothèses remplaçant les informations manquantes, afin d'établir les estimations et l'encadrement des caractéristiques effectives recherchées. On se place dans une description d'un VER de géomatériau qui se compose en général d'une phase solide déformable occupant le domaine et des inclusions poreuses.

### 4.1.2 Localisation

Une fois que les caractéristiques mécaniques et géométriques des diverses phases de VER sont bien définies, nous allons analyser le comportement mécanique de chacune des phases. Pour cela, il est nécessaire de définir les sollicitations à appliquer sur le VER. Notre VER est considéré comme une particule macroscopique dont il exprime la microstructure. On peut considérer que les sollicitations auxquelles il est soumis sont des grandeurs macroscopiques (contraintes, déformations), s'établissant au point macroscopique considéré de la pièce étudiée. La relation entre ces grandeurs et le champ des variables locales dans le VER est établie par les relations moyennes. On aurait donc à résoudre un problème de structure soumise à des

”solicitations” s’expriment comme des conditions moyennes sur les variables locales.

$$\begin{aligned}\boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) &= \mathbb{C}(\underline{z}) : \boldsymbol{\epsilon}(\underline{z}) & (\Omega) \\ \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}) &= \underline{0} & (\Omega) \\ \underline{\Sigma} &= \underline{\bar{\sigma}} & (\Omega)\end{aligned}\quad (4.1)$$

Ce problème est ”mal posé” en raison de l’absence de véritables conditions aux limites locales au contour  $\partial\Omega$  de  $\Omega$ . Pour faire face à cette absence de conditions aux limites locales tout en restant compatible avec les conditions de moyenne globale à respecter sur le champ de contrainte et de déformation, on préfère utiliser les conditions aux limites dites de contraintes homogènes au contour et de déformations homogènes au contour du VER, permettant d’assurer la solution unique du problème.

#### 4.1.2.1 Condition aux limites uniforme en déformation

L’idée est d’imposer, sur le bord du VER, une condition de déplacement sous forme  $\underline{\xi}(\underline{z}) = \mathbf{E}.\underline{z}$ , avec  $\underline{\xi}(\underline{z})$  : le champ de déplacement à l’échelle microscopique et  $\mathbf{E}$  : la déformation macroscopique. On montre que celle-ci est reliée au champ de déformation microscopique par la règle de moyenne.

$$\mathbf{E} = \bar{\boldsymbol{\epsilon}} = \frac{1}{\Omega} \int_{\Omega} \boldsymbol{\epsilon}(\underline{z}) dV \quad (4.2)$$

L’expression (4.2) montre que la déformation macroscopique ne perçoit pas la fluctuation du champ de déformation due aux hétérogénéités à l’échelle microscopique. La détermination des champs locaux doit se faire en tenant compte des équations d’équilibre et de comportement. Le problème à résoudre à l’échelle microscopique s’écrit :

$$\begin{aligned}\boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) &= \mathbb{C}(\underline{z}) : \boldsymbol{\epsilon}(\underline{z}) & (\Omega) & (a) \\ \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}) &= \underline{0} & (\Omega) & (b) \\ \underline{\xi} &= \mathbf{E}.\underline{z} & (\partial\Omega) & (c)\end{aligned}\quad (4.3)$$

Ce problème est linéaire et admet une unique solution. Il existe évidemment une correspondance linéaire entre la donnée  $\mathbf{E}$  et la solution  $\boldsymbol{\epsilon}$  de ce problème. On écrit cette correspondance sous la forme :

$$\boldsymbol{\epsilon}(\underline{z}) = \mathbb{A}(\underline{z}) : \mathbf{E}, \text{ soit } \epsilon_{ij} = A_{ijkl}(\underline{z}) E_{kl} \quad (4.4)$$

où les  $A_{ijkl}$  sont les composantes du tenseur du quatrième ordre  $\mathbb{A}$  de localisation de la déformation. Prenant la moyenne dans  $\Omega$  de (4.4) et utilisant (4.2), on obtient :

$$\overline{\mathbb{A}(\underline{z})} = \mathbb{I} \quad (4.5)$$

où  $\mathbb{I}$  est le tenseur unité d’ordre 4 et  $I_{ijkl} = 1/2(\delta_{ik}\delta_{jl} + \delta_{il}\delta_{jk})$ .

En vertu des symétries  $\epsilon_{ij} = \epsilon_{ji}$  et  $\mathbf{E}_{kl} = \mathbf{E}_{lk}$ ,  $\mathbb{A}(\underline{z})$  possède donc les propriétés de symétrie suivantes :

$$A_{ijkl}(\underline{z}) = A_{jikl}(\underline{z}) = A_{jilk}(\underline{z}) \quad (4.6)$$

#### 4.1.2.2 Condition aux limites uniforme en contrainte

La condition de contraintes homogènes au contour impose  $\boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) \cdot \mathbf{n}(\underline{z}) = \boldsymbol{\Sigma} \cdot \mathbf{n}(\underline{z})$  sur le bord  $\partial\Omega$  du VER. Si le champ  $\boldsymbol{\sigma}(\underline{z})$  est à divergence nulle, on montra alors que :

$$\boldsymbol{\Sigma} = \overline{\boldsymbol{\sigma}(\underline{z})} = \int_{\Omega} \boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) dV \quad (4.7)$$

Avec la condition de contraintes homogènes au contour, on doit résoudre un problème local avec les conditions aux limites de type forces de contact imposées ayant la structure suivante :

$$\begin{aligned} \boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) &= \mathbb{C}(\underline{z}) : \boldsymbol{\epsilon}(\underline{z}) & (\Omega) & (a) \\ \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}) &= \underline{\mathbf{0}} & (\Omega) & (b) \\ \boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) \cdot \mathbf{n}(\underline{z}) &= \boldsymbol{\Sigma} \cdot \mathbf{n}(\underline{z}) & (\partial\Omega) & (c) \end{aligned} \quad (4.8)$$

La solution est unique en contrainte et en déformation. Il existe donc une relation linéaire entre la donnée  $\boldsymbol{\Sigma}$  et la solution  $\boldsymbol{\sigma}(\underline{z})$  du problème. On peut l'écrire de manière similaire :

$$\boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) = \mathbb{B}(\underline{z}) : \boldsymbol{\Sigma}, \text{ soit } \sigma_{ij} = B_{ijkl}(\underline{z}) \Sigma_{kl} \quad (4.9)$$

où  $B_{ijkl}$  sont les composantes du tenseur du quatrième ordre  $\mathbb{B}$  appelé tenseur de localisation en contrainte. L'interprétation de ses composantes est analogue à celle des composantes de  $\mathbb{A}$ . Donc  $\mathbb{B}$  a les propriétés de symétrie et de moyenne de  $\mathbb{A}$  :

$$B_{ijkl}(\underline{z}) = B_{jikl}(\underline{z}) = B_{jilk}(\underline{z}); \overline{\mathbb{B}(\underline{z})} = \mathbb{I} \quad (4.10)$$

Avant de passer à l'étape d'homogénéisation, il est nécessaire de présenter le lemme de Hill qui joue un rôle important dans l'homogénéisation.

#### 4.1.2.3 Lemme de Hill

Soit  $\boldsymbol{\sigma}^*(\underline{z})$  et  $\boldsymbol{\epsilon}(\underline{z})$  deux champs, respectivement de contraintes équilibrés ( $\underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}^*) = \underline{\mathbf{0}}$ ) et de déformations compatibles ( $\boldsymbol{\epsilon}(\underline{z}) = 1/2(\nabla \underline{\xi} + \nabla^T \underline{\xi})$ ), non nécessairement associés. Si  $\boldsymbol{\sigma}^*(\underline{z})$  vérifie des conditions aux limites uniformes en contrainte ( $\boldsymbol{\sigma}^*(\underline{z})$  est statiquement amissible avec  $\boldsymbol{\Sigma}$ ) ou si  $\boldsymbol{\epsilon}(\underline{z})$  vérifie des conditions aux limites uniformes en déformations ( $\boldsymbol{\epsilon}(\underline{z})$  est cinématiquement amissible avec  $\mathbf{E}$ ) on obtient :

$$\overline{\boldsymbol{\sigma}^*(\underline{z}) : \boldsymbol{\epsilon}(\underline{z})} = \overline{\boldsymbol{\sigma}^*(\underline{z})} : \overline{\boldsymbol{\epsilon}(\underline{z})} \quad (4.11)$$

En résumé :

$$\begin{cases} \boldsymbol{\sigma}^* & \text{s.a } \boldsymbol{\Sigma} & : \overline{\boldsymbol{\sigma}^* : \boldsymbol{\epsilon}} = \boldsymbol{\Sigma} : \bar{\boldsymbol{\epsilon}} \\ \boldsymbol{\epsilon} & \text{c.a } \mathbf{E} & : \overline{\boldsymbol{\sigma}^* : \boldsymbol{\epsilon}} = \bar{\boldsymbol{\sigma}} : \mathbf{E} \end{cases} \quad (4.12)$$

### 4.1.3 Homogénéisation

La dernière étape, celle d'homogénéisation, a pour objectif de déduire le comportement du milieu homogène équivalent. Elle résulte de la connaissance des tenseurs de localisation. Dans le cas de la sollicitation uniforme en déformation, on obtient le comportement élastique homogénéisé en utilisant (4.2), (4.3) et (4.4) :

$$\boldsymbol{\Sigma} = \overline{\boldsymbol{\sigma}(\underline{z})} = \overline{\mathbb{C}(\underline{z}) : \boldsymbol{\epsilon}(\underline{z})} = \overline{\mathbb{C}(\underline{z}) : \mathbb{A} : \mathbf{E}} = \overline{\mathbb{C}(\underline{z}) : \mathbb{A}} : \mathbf{E} \quad (4.13)$$

On peut également écrire :

$$\boldsymbol{\Sigma} = \mathbb{C}^{hom} : \mathbf{E} \quad \text{avec} \quad \mathbb{C}^{hom} = \overline{\mathbb{C}(\underline{z}) : \mathbb{A}} \quad (4.14)$$

On obtient donc une loi de comportement homogénéisée élastique linéaire caractérisée par le tenseur d'élasticité  $\mathbb{C}^{hom}$ . Le tenseur d'élasticité homogénéisé peut être également déterminé en écrivant le bilan d'énergie du VER à deux échelles macro-micro.

Point de vue microscopique :

$$W = \int_{\Omega} \frac{1}{2} \boldsymbol{\epsilon}(\underline{z}) : \mathbb{C} : \boldsymbol{\epsilon}(\underline{z}) dV$$

Point de vue macroscopique :

$$W = \Omega \frac{1}{2} \mathbf{E} : \mathbb{C} : \mathbf{E}$$

En utilisant la cohérence énergétique de deux échelles, on obtient :

$$\mathbf{E} : \mathbb{C}^{hom} : \mathbf{E} = \overline{\boldsymbol{\epsilon}(\underline{z}) : \mathbb{C}(\underline{z}) : \boldsymbol{\epsilon}(\underline{z})}$$

qui conduit à

$$\mathbb{C}^{hom} = \overline{\mathbb{A}^t : \mathbb{C}(\underline{z}) : \mathbb{A}} \quad (4.15)$$

Cette expression exprime la symétrie du tenseur  $\mathbb{C}^{hom}$  qui n'a pas été montrée par l'expression (4.14). L'équivalence entre (4.14) et (4.15) est montrée dans (Dormieux et al., 2006).

### 4.1.4 Bornes classiques du tenseur d'élasticité homogénéisé

On commence par rappeler les principes de minimum établis en élasticité linéaire :

**Principe du minimum de l'énergie potentielle** : parmi tous les champs de déplacements  $\underline{\xi}(\underline{z})$  cinématiquement admissibles pour un problème donné, le champ de déplacement solution est celui qui réalise le minimum de l'énergie potentielle (E.P) :

$$\text{E.P} = \int \frac{1}{2} \boldsymbol{\epsilon}(\underline{z}) : \mathbb{C} : \boldsymbol{\epsilon}(\underline{z}) dV - L(\underline{\xi}) \quad (4.16)$$

où  $L(\underline{\xi})$  désigne le travail des efforts extérieurs donnés dans le champ de déplacement  $\underline{\xi}(\underline{z})$ . Dans le cas de condition aux limites uniforme en déformation  $L(\underline{\xi})$  est égal à zéro, on obtient :

$$\text{E.P} = \int \frac{1}{2} \boldsymbol{\epsilon}(\underline{z}) : \mathbb{C} : \boldsymbol{\epsilon}(\underline{z}) dV \quad (4.17)$$

Soit  $\underline{v}(\underline{z})$  un champ de déplacement quelconque cinématique admissible avec  $\mathbf{E}$  et  $\underline{\xi}(\underline{z})$  est le champ déplacement solution du problème, le principe de minimum de l'énergie potentielle s'écrit :

$$\overline{\underline{\epsilon}(\underline{\xi}) : \mathbb{C} : \underline{\epsilon}(\underline{\xi})} \leq \overline{\underline{\epsilon}(\underline{v}) : \mathbb{C} : \underline{\epsilon}(\underline{v})} \quad (4.18)$$

Comme  $\underline{\xi}(\underline{z})$  est le champ déplacement solution du problème, on a par ailleurs :

$$\overline{\underline{\epsilon}(\underline{\xi}) : \mathbb{C} : \underline{\epsilon}(\underline{\xi})} = \overline{\underline{\epsilon}(\underline{\xi}) : \underline{\sigma}} = \overline{\underline{\epsilon}(\underline{\xi}) : \underline{\sigma}} = \overline{\underline{\epsilon}} : \mathbb{C}^{hom} : \overline{\underline{\epsilon}} = \mathbf{E} : \mathbb{C}^{hom} : \mathbf{E} \quad (4.19)$$

On fait le choix  $\underline{v}(\underline{z}) = \mathbf{E} \cdot \underline{z}$ , c'est à dire  $\underline{\epsilon}(\underline{v}) = \mathbf{E}$ , on a :

$$\overline{\underline{\epsilon}(\underline{v}) : \mathbb{C} : \underline{\epsilon}(\underline{v})} = \mathbf{E} : \overline{\mathbb{C}} : \mathbf{E} \quad (4.20)$$

En combinant(4.18), (4.19) et (4.20), on aboutit à :

$$\mathbb{C}^{hom} \leq \overline{\mathbb{C}} \quad (4.21)$$

La relation (4.21) exprime le fait que la moyenne directe est une borne supérieure du tenseur d'élasticité homogénéisé.

**Principe de minimum de l'énergie complémentaire** : parmi tous les champs de contraintes  $\underline{\sigma}(\underline{z})$  statiquement admissibles pour un problème donné, le champ de contrainte solution est celui qui réalise le minimum de l'énergie complémentaire.

$$E.C = \int \frac{1}{2} \underline{\sigma}(\underline{z}) : \mathbb{S} : \underline{\sigma}(\underline{z}) dV - L^*(\underline{\sigma}) \quad (4.22)$$

$L^*(\underline{\sigma})$  désigne le travail des déplacements donnés dans le champ de contraintes  $\underline{\sigma}(\underline{z})$ . Dans le cas de condition homogène au contour en déformation (4.22) devient :

$$E.C = \int \frac{1}{2} \underline{\sigma}(\underline{z}) : \mathbb{S} : \underline{\sigma}(\underline{z}) dV - \int_{\partial\Omega} (\mathbf{E} \cdot \underline{z}) \cdot \underline{\sigma} \cdot \underline{n} dS \quad (4.23)$$

Soit  $\underline{\tau}(\underline{z})$  un champ de contrainte quelconque statiquement admissible,  $\underline{\sigma}(\underline{z})$  est le champ de contrainte solution du problème, le principe de minimum de l'énergie complémentaire induit :

$$\int \frac{1}{2} \underline{\sigma}(\underline{z}) : \mathbb{S} : \underline{\sigma}(\underline{z}) dV - \int_{\partial\Omega} (\mathbf{E} \cdot \underline{z}) \cdot \underline{\sigma} \cdot \underline{n} dS \leq \int \frac{1}{2} \underline{\tau}(\underline{z}) : \mathbb{S} : \underline{\tau}(\underline{z}) dV - \int_{\partial\Omega} (\mathbf{E} \cdot \underline{z}) \cdot \underline{\tau} \cdot \underline{n} dS \quad (4.24)$$

Notons que le membre de gauche de (4.24) peut s'écrire :

$$E.C = \frac{1}{2} |\Omega| \overline{\underline{\sigma}(\underline{z}) : \mathbb{S} : \underline{\sigma}(\underline{z})} - \int_{\partial\Omega} (\mathbf{E} \cdot \underline{z}) \cdot \underline{\sigma} \cdot \underline{n} dS = \frac{1}{2} |\Omega| \overline{\underline{\epsilon}(\underline{z}) : \mathbb{C} : \underline{\epsilon}(\underline{z})} - |\Omega| \overline{\underline{\sigma} : \mathbf{E}} \quad (4.25)$$

$$E.C = -\frac{1}{2} \overline{\mathbf{E} : \mathbb{C} : \mathbf{E}} \quad (4.26)$$

où l'on a utilisé

$$\int_{\partial\Omega} (E_{ij} z_j) \cdot \sigma_{ik} \cdot n_k dS = \int_{\Omega} \frac{\partial}{\partial z_k} (E_{ij} \cdot z_j \sigma_{ik}) dV = \int_{\Omega} (E_{ij} \sigma_{ij}) dV$$

Pour le membre de droite de (4.24) ; nous choisissons le champ uniforme  $\bar{\boldsymbol{\tau}} = \boldsymbol{\Sigma}^*$  sans restriction sur  $\boldsymbol{\Sigma}^*$

$$\int_{\Omega} \frac{1}{2} \boldsymbol{\tau}(\underline{z}) : \mathbb{S} : \boldsymbol{\tau}(\underline{z}) dV - \int_{\partial\Omega} (\mathbf{E} \cdot \underline{z}) \cdot \boldsymbol{\tau} \underline{n} dS = \frac{1}{2} |\Omega| \overline{\boldsymbol{\Sigma}^* : \mathbb{S} : \boldsymbol{\Sigma}^*} - \int_{\partial\Omega} (\mathbf{E} \cdot \underline{z}) \cdot (\boldsymbol{\tau} \cdot \underline{n}) dS \quad (4.27)$$

où  $\mathbb{S} = \mathbb{C}^{-1}$ . On remarque que :

$$\int_{\partial\Omega} (E_{ij} z_j) \cdot \tau_{ik} n_k dS = E_{ij} \Sigma_{ik}^* \int_{\partial\Omega} z_j n_k dS = E_{ij} \Sigma_{ik}^* \int_{\Omega} \frac{\partial z_j}{\partial z_k} dV = E_{ij} \Sigma_{ik}^* \delta_{jk} \Omega = E_{ij} \Sigma_{ij}^* \Omega$$

L'expression (4.24) devient donc :

$$-\frac{1}{2} \mathbf{E} : \mathbb{C}^{hom} : \mathbf{E} \leq \frac{1}{2} \overline{\boldsymbol{\Sigma}^* : \mathbb{S} : \boldsymbol{\Sigma}^*} - \mathbf{E} : \boldsymbol{\Sigma}^* \quad (4.28)$$

La meilleure borne est obtenue pour le choix de  $\boldsymbol{\Sigma}^*$  défini par  $\mathbf{E} = \mathbb{S} : \boldsymbol{\Sigma}^*$ . Dans (4.28), on obtient

$$\mathbf{E} : \mathbb{C}^{hom} : \mathbf{E} \geq \boldsymbol{\Sigma}^* : \bar{\mathbb{S}} : \boldsymbol{\Sigma}^* = \mathbf{E} : \bar{\mathbb{S}}^{-1} : \mathbf{E} \geq \boldsymbol{\Sigma}^* \quad (4.29)$$

alors :

$$\mathbb{C}^{hom} \geq \left( \overline{\mathbb{C}^{-1}} \right)^{-1} \quad (4.30)$$

La relation (4.30) fournit une borne inférieure du tenseur d'élasticité homogénéisé.

## 4.2 Méthode d'estimation

Comme on vient de le voir ci-dessus, la détermination du tenseur d'élasticité homogénéisé nécessite d'identifier les champs de tenseur de localisation en contrainte  $\mathbb{B}$  ou en déformation  $\mathbb{A}$ . Il est impossible de résoudre exactement le problème de localisation avec une description statique de la morphologie du VER. Néanmoins, à partir de connaissances concernant la forme des phases et leur répartition spatiale, nous pouvons obtenir des estimations de  $\mathbb{C}^{hom}$  basées sur des estimations des moyennes du tenseur de localisation par phase. Cette partie a pour objectif de présenter la méthode d'estimation basée sur l'utilisation de la solution du problème d'Eshelby. On présente rapidement les principes de ce problème donnant les clés pour résoudre les problèmes d'homogénéisation du matériau poreux hétérogène.

### 4.2.1 Premier problème d'Eshelby (problème de l'inclusion)

La situation initialement étudiée par (Eshelby, 1957) est celle d'un milieu ( $\Omega$ ) infini élastique caractérisé par un tenseur des modules  $\mathbb{C}^0$ . Considérons maintenant dans un domaine borné  $I \in \Omega$  une équation de l'état affine,  $I$  étant donné de la même élasticité  $\mathbb{C}^0$ . En mettant maintenant un chargement  $\mathbf{E}(\underline{z})$  à infini sur ce milieu (cf. Figure 4.2), les équations de ce problème sont les

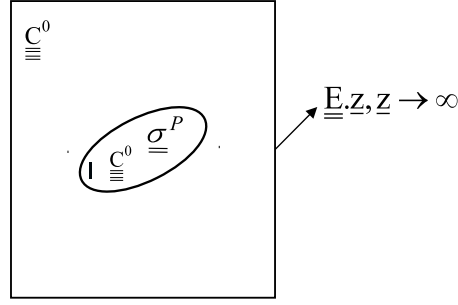


Figure 4.2 – Problème de l’inclusion

suivantes :

$$\begin{aligned}
 \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}) &= \underline{\mathbf{0}} & (\Omega) \\
 \boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) &= \mathbb{C}^0 : \boldsymbol{\epsilon}(\underline{z}) + \boldsymbol{\sigma}^p X^I & X^I = \begin{cases} 1 & \text{si } \underline{z} \in I \\ 0 & \text{si } \underline{z} \notin I \end{cases} \\
 \underline{\xi} &= \mathbf{E}.\underline{z} & \underline{z} \rightarrow \infty
 \end{aligned} \tag{4.31}$$

$\boldsymbol{\sigma}^p$  est constant dans I. Le détail de la résolution de ce problème est présenté dans (Dormieux et al., 2006), nous limitons ici à donner sa solution qui possède la structure suivante :

$$\boldsymbol{\epsilon}(\underline{z}) = -\mathbb{P}(\underline{z}) : \boldsymbol{\sigma}^p + \mathbf{E} \tag{4.32}$$

$\mathbb{P}$  porte le nom de tenseur de Hill. Il est caractérisé par l’élasticité  $\mathbb{C}^0$  et la forme de l’inclusion I. Il est symétrique, défini positif et ses composantes ont la dimension de l’inverse du module d’élasticité. La déformation dans l’inclusion est donc sous la forme :

$$\boldsymbol{\epsilon}^I(\underline{z}) = -\mathbb{P}^I(\underline{z}) : \boldsymbol{\sigma}^p + \mathbf{E} \tag{4.33}$$

Eshelby a montré que, si l’inclusion est de forme ellipsoïdale,  $\mathbb{P}(\underline{z})$  est constant dans I. Ainsi, la déformation dans l’inclusion est homogène.

#### 4.2.2 Deuxième problème d’Eshelby (problème de l’inhomogénéité)

Supposons maintenant que l’inclusion I est un matériau homogène caractérisé par les modules  $\mathbb{C}^I$  plongée dans un milieu ( $\Omega$ ) infini caractérisé par les modules  $\mathbb{C}^0$ . L’inclusion présente une inhomogénéité de modules d’élasticité. Lors que l’on l’applique un chargement  $\mathbf{E}(\underline{z})$ , les domaines extérieur et intérieur se sont déformés. Les équations du problème de l’inhomogénéité (cf. Figure 4.3) possèdent la structure suivante :

$$\begin{aligned}
 \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}) &= \underline{\mathbf{0}} & (\Omega) \\
 \boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) &= \mathbb{C}^0 : \boldsymbol{\epsilon}(\underline{z}) + \delta\mathbb{C} : \boldsymbol{\epsilon}(\underline{z}) X^I & X^I = \begin{cases} 1 & \text{si } \underline{z} \in I \\ 0 & \text{si } \underline{z} \notin I \end{cases} \\
 \underline{\xi} &= \mathbf{E}.\underline{z} & \underline{z} \rightarrow \infty
 \end{aligned} \tag{4.34}$$

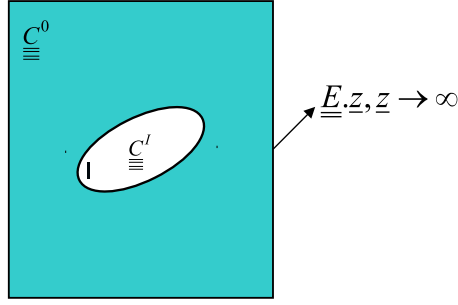


Figure 4.3 – Problème d’inhomogénéité

où  $\delta\mathbb{C} = \mathbb{C}^I - \mathbb{C}^0$

On suppose dans un premier temps que  $\epsilon(\underline{z})$  est constant dans I. Le terme  $\delta\mathbb{C} : \epsilon(\underline{z})$  est ainsi constant dans I. La résolution de ce problème (4.34) revient donc à celle du problème de l’inclusion (4.31) avec  $\sigma^p = \delta\mathbb{C} : \epsilon(\underline{z})$ . Le champ de déformation possède donc la forme suivante :

$$\epsilon(\underline{z}) = -\mathbb{P}(\underline{z}) : \sigma^p + \mathbf{E} \quad (4.35)$$

alors le champ de déformation dans l’inclusion (I) s’écrit

$$\epsilon^I(\underline{z}) = -\mathbb{P}^I(\underline{z}) : \sigma^p + \mathbf{E} = -\mathbb{P}^I(\underline{z}) : \delta\mathbb{C} : \epsilon^I(\underline{z}) + \mathbf{E} \quad (4.36)$$

puis donne

$$\epsilon^I(\underline{z}) = (\mathbb{I} + \mathbb{P}^I(\underline{z}) : \delta\mathbb{C})^{-1} : \mathbf{E} \quad (4.37)$$

où  $\mathbb{I}$  est le tenseur unité d’ordre 4 :  $I_{ijkl} = \frac{1}{2}(\delta_{ik}\delta_{jl} + \delta_{il}\delta_{jk})$

Si l’inclusion est de forme ellipsoïdale, le tenseur d’influence  $\mathbb{P}$  est constant dans I. Cela induit le fait que le tenseur  $\epsilon(\underline{z})$  est constant dans I (4.37). Donc notre hypothèse est confirmée dans le cas d’une géométrie de forme ellipsoïdale de l’inclusion. Le tenseur de localisation en déformation  $\mathbb{A}$  de l’inclusion est alors déduit :

$$\mathbb{A}^I = \left( \mathbb{I} + \mathbb{P}^I(\underline{z}) : \delta\mathbb{C} \right)^{-1} \quad (4.38)$$

Dans le cas particulier d’un matériau poreux, en supposant que l’inclusion est un pore ellipsoïdal,  $\delta\mathbb{C} = -\mathbb{C}^0$ , on peut introduire un tenseur  $\mathbb{S}$  d’ordre 4, dit tenseur d’Eshelby, avec  $\mathbb{S} = \mathbb{P} : \mathbb{C}^0$ .

Le lien micro-macro entre la déformation d’inclusion et la déformation macroscopique s’est exprimé sous la forme :

$$\epsilon^I(\underline{z}) = (\mathbb{I} - \mathbb{S})^{-1} : \mathbf{E} \quad (4.39)$$

Si l’on considère que l’inclusion est de forme sphérique, plongée dans un milieu isotrope élastique caractérisé par deux modules  $k_0$  et  $\mu_0$ , le tenseur  $\mathbb{S}$  devient :

$$\mathbb{S} = \alpha\mathbb{J} + \beta\mathbb{K} \quad (4.40)$$

avec

$$\alpha = \frac{3k_0}{3k_0 + 4\mu_0}, \quad \beta = \frac{6(k_0 + 2\mu_0)}{5(3k_0 + 4\mu_0)}, \quad J_{ijkl} = \frac{1}{3}\delta_{ij}\delta_{kl}, \quad \mathbb{K} = \mathbb{I} - \mathbb{J} \quad (4.41)$$

### 4.3 Moyenne des déformations dans la phase solide

Dans cette partie, on voudrait établir une relation entre la déformation moyenne dans la phase solide et le chargement macroscopique. On en aura besoin en vue de traiter le processus d'homogénéisation non linéaire par la suite. On limite maintenant l'étude à un milieu poreux dont la phase solide a un comportement élastique linéaire caractérisé par le tenseur  $\mathbb{C}^s$ . La déformation moyenne dans la phase solide est calculée par les formulations suivantes :

$$\bar{\boldsymbol{\epsilon}}^s = \mathbb{C}^{s-1} : \bar{\boldsymbol{\sigma}}^s \Rightarrow (1 - \phi)\bar{\boldsymbol{\epsilon}}^s = \mathbb{C}^{s-1} : \boldsymbol{\Sigma} = \mathbb{C}^{s-1} : \mathbb{C}^{hom} : \mathbf{E} \quad (4.42)$$

Si  $\mathbb{C}^{hom}$  et  $\mathbb{C}^s$  sont isotropes, l'équation (4.42) peut s'exprimer par deux relations donnant les moyennes de la déformation déviatorique tensorielle et de la déformation sphérique :

$$(1 - \phi)\bar{\boldsymbol{\epsilon}}_v^s = \frac{k^{hom}}{k^s} \text{tr}(\mathbf{E}) \quad (4.43)$$

$$(1 - \phi)\bar{\boldsymbol{\epsilon}}_d^s = \frac{\mu^{hom}}{\mu^s} \mathbf{E}_d \quad (4.44)$$

où  $\bar{\boldsymbol{\epsilon}}_d^s = \mathbb{K} : \bar{\boldsymbol{\epsilon}}^s$  et  $\mathbf{E}_d = \mathbb{K} : \mathbf{E}$ .

Les expressions (4.43) et (4.44) s'expriment la relation entre la déformation moyenne dans la phase solide et le chargement macroscopique.

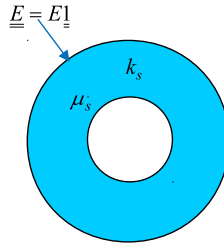


Figure 4.4 – Problème d'une sphère creusée

Étudions maintenant le problème simple d'une sphère creusée soumise à un chargement isotrope (cf. Figure 4.4). La solution de ce problème est détaillée dans (Dormieux et al., 2006). Le module homogénéisé  $k^{hom}$  est caractérisé par la relation suivante :

$$k^{hom} = k^s \frac{4\mu^s(1 - \phi)}{3\phi k^s + 4\mu^s} \quad (4.45)$$

On remarque donc, en raison de la présence de  $\mu^s$  dans la relation (4.45) que le mécanisme de cisaillement prend un rôle important dans la réponse du comportement de la sphère creusée. Pourtant, dans ce problème, l'équation (4.44) implique que  $\bar{\boldsymbol{\epsilon}}_d^s$  est égal à zéro. On peut remettre

en question la pertinence de la déformation moyenne déviatorique tensorielle (4.44) pour évaluer le niveau de cisaillement dans la phase solide. Pour surmonter cette situation, il est convient d'introduire une notion de déformation déviatorique équivalente :

$$\epsilon_d = \sqrt{\frac{1}{2} \epsilon_d : \epsilon_d} \quad (4.46)$$

A l'échelle macroscopique, la déformation de cisaillement pourrait être représentée comme la moyenne de déformation déviatorique équivalente. La relation entre la déformation de cisaillement macroscopique et la moyenne de la déformation déviatorique équivalente s'établit en utilisant l'approche énergétique présentée par (Kreher, 1990).

Considérons maintenant le champ  $\epsilon(\underline{z})$  (resp.  $\underline{\xi}(\underline{z})$ ) solution du problème (4.3). La dérivation de  $\epsilon(\underline{z})$  et  $\underline{\xi}(\underline{z})$  par rapport de  $C_{ijkl}^s$  est respectivement notée  $\partial_C \epsilon(\underline{z})$  et  $\partial_C \underline{\xi}(\underline{z})$ . La condition aux limites uniforme en déformation implique que  $\partial_C \underline{\xi}(\underline{z})$  est égal à zéro.

Du point de vue microscopique, la dérivation de l'énergie  $W$  par rapport à  $C_{ijkl}^s$  s'écrit :

$$\frac{\partial W}{\partial C_{ijkl}^s} = \frac{1}{2} \frac{\partial}{\partial C_{ijkl}^s} \left( \int_{\Omega} \epsilon(\underline{z}) : \mathbb{C}(\underline{z}) : \epsilon(\underline{z}) dV \right) \quad (4.47)$$

$$\frac{\partial W}{\partial C_{ijkl}^s} = \int_{\Omega} \partial_C \epsilon(\underline{z}) : \mathbb{C}(\underline{z}) : \epsilon(\underline{z}) + \frac{1}{2} \int_{\Omega} \epsilon(\underline{z}) : \frac{\partial \mathbb{C}^s}{\partial C_{ijkl}^s} : \epsilon(\underline{z}) \quad (4.48)$$

Le premier terme du membre de droite prenant de la forme  $|\Omega| \overline{\partial_C \epsilon}$  est égal à 0 car  $\overline{\partial_C \epsilon}$  est cinématique ammissible avec la déformation macroscopique 0 (lemme de Hill).

Du point de vue macroscopique, la dérivation de l'énergie  $W$  par rapport à  $C_{ijkl}^s$  s'écrit :

$$\frac{\partial W}{\partial C_{ijkl}^s} = \frac{1}{2} |\Omega| \mathbf{E} : \frac{\partial \mathbb{C}^{hom}}{\partial C_{ijkl}^s} : \mathbf{E} \quad (4.49)$$

En combinant (4.48) et (4.49), on obtient :

$$\mathbf{E} : \frac{\partial \mathbb{C}^{hom}}{\partial C_{ijkl}^s} : \mathbf{E} = \overline{\epsilon(\underline{z}) : \frac{\partial \mathbb{C}^s}{\partial C_{ijkl}^s} : \epsilon(\underline{z})} \quad (4.50)$$

Dans le cas d'un comportement isotrope de la phase solide, les moyennes quadratiques des déformations déviatorique et sphérique sont déduites en remplaçant  $C_{ijkl}^s$  par  $k_s$  et  $\mu_s$  dans (4.50) :

$$\frac{1}{2} \text{tr}(\mathbf{E})^2 \frac{\partial k^{hom}}{\partial \mu_s} + \mathbf{E}_d : \mathbf{E}_d \frac{\partial \mu^{hom}}{\partial \mu_s} = 2(1 - \phi) \overline{\epsilon_d^2}^{(s)} \quad (4.51)$$

$$\frac{1}{2} \text{tr}(\mathbf{E})^2 \frac{\partial k^{hom}}{\partial k_s} + \mathbf{E}_d : \mathbf{E}_d \frac{\partial \mu^{hom}}{\partial k_s} = \frac{1}{2} (1 - \phi) \overline{\text{tr}(\epsilon)^2}^{(s)} \quad (4.52)$$

Avec  $\mathbb{J} : \mathbf{E} = \frac{1}{3} \text{tr}(\mathbf{E}) \mathbf{1}$ ,  $\mathbb{K} : \mathbf{E} = \mathbf{E}_d$

Si l'on remplace  $\mathbf{E} = (\mathbb{C}^{hom})^{-1} : \Sigma$  dans (4.51) et (4.52), on obtient :

$$-\frac{1}{18} \text{tr}(\Sigma)^2 \frac{\partial(1/k^{hom})}{\partial \mu_s} - \frac{1}{4} \Sigma_d : \Sigma_d \frac{\partial(1/\mu^{hom})}{\partial \mu_s} = 2(1 - \phi) \overline{\epsilon_d^2}^{(s)} \quad (4.53)$$

$$-\frac{1}{18} \text{tr}(\Sigma)^2 \frac{\partial(1/k^{hom})}{\partial k_s} - \frac{1}{4} \Sigma_d : \Sigma_d \frac{\partial(1/\mu^{hom})}{\partial k_s} = \frac{1}{2} (1 - \phi) \overline{\text{tr}(\epsilon)^2}^{(s)} \quad (4.54)$$

## 4.4 Critère de résistance

On s'intéresse dans cette partie à un problème d'homogénéisation de nature non linéaire : celui de la résistance homogénéisée (Leblond et al., 1994; Dormieux et al., 2006). L'idée consiste à introduire un comportement non linéaire fictif pour les phases solides constituant le matériau hétérogène. La détermination d'un critère de résistance macroscopique nécessite une description du comportement à la rupture de chaque phase, puis complète par la description des paramètres géométriques pertinents.

### 4.4.1 Caractéristiques des matériaux

Nous considérons un VER de géomatériau comportant une ou des phases solides et les pores. Il existe deux manières pour définir le critère de résistance de la phase solide : la définition directe et celle dite duale. L'approche directe repose sur la définition de l'ensemble convexe  $G^s$  des états de contrainte microscopiques compatibles avec la résistance de la phase solide. D'un point de vue mathématique, on peut décrire cet ensemble au moyen d'un critère convexe  $f^s(\boldsymbol{\sigma})$  tel que :

$$G^s = \{\boldsymbol{\sigma}, f^s(\boldsymbol{\sigma}) \leq 0\} \quad (4.55)$$

La frontière  $\partial G^s$  de  $G^s$  est caractérisée par la condition  $f^s(\boldsymbol{\sigma}) = 0$  et l'état de contrainte  $\boldsymbol{\sigma} = 0$  est compatible avec le critère  $f^s(\boldsymbol{\sigma}) \leq 0$ . La définition dite duale consiste à introduire la fonction d'appui  $\pi^s$  du convexe  $G^s$ . Cette fonction est définie sur l'ensemble des tenseurs d'ordre 2 symétriques  $\mathbf{d}$  (taux de déformation local) de la façon suivante :

$$\pi^s(\mathbf{d}) = \sup\{\boldsymbol{\sigma} : \mathbf{d}, \boldsymbol{\sigma} \in G^s\} \quad (4.56)$$

$\pi^s(\mathbf{d})$  désigne le maximum de puissance que le matériau peut dissiper. On peut montrer que  $\pi^s(\mathbf{d})$  est positif et satisfait la relation suivante :

$$(\forall t \in R^+), \pi^s(t\mathbf{d}) = t\pi^s(\mathbf{d}) \quad (4.57)$$

La fonction d'appui permet de définir le domaine de résistance de la phase solide de manière duale :

$$\boldsymbol{\sigma} \in G^s \Leftrightarrow \forall \mathbf{d} \boldsymbol{\sigma} : \mathbf{d} \leq \pi^s(\mathbf{d}) \quad (4.58)$$

Pour une valeur donnée de  $\mathbf{d}$ , la relation  $\boldsymbol{\sigma} : \mathbf{d} = \pi^s(\mathbf{d})$  apparaît comme l'équation d'un hyperplan  $H(\mathbf{d})$  dans l'espace de contraintes. La dérivation de (4.57) par rapport à  $t > 0$  donne :

$$\frac{\partial \pi^s}{\partial \mathbf{d}}(\mathbf{d}) : \mathbf{d} = \pi^s(\mathbf{d}) \quad (4.59)$$

L'équation (4.59) implique que l'état de contrainte  $\boldsymbol{\sigma} = \frac{\partial \pi^s}{\partial \mathbf{d}}(\mathbf{d}) : \mathbf{d}$  appartient à  $H(\mathbf{d})$ . De plus, le caractère convexe de la fonction d'appui  $\pi^s$  induit :

$$\pi^s(\mathbf{d}') - \pi^s(\mathbf{d}) \geq \frac{\partial \pi^s}{\partial \mathbf{d}}(\mathbf{d}) : (\mathbf{d}' - \mathbf{d}) \quad (4.60)$$

En exploitant (4.59) et (4.60), on obtient :

$$\forall \mathbf{d}', \pi^s(\mathbf{d}') \geq \frac{\partial \pi^s}{\partial \mathbf{d}}(\mathbf{d}) : \mathbf{d}' \quad (4.61)$$

Selon la définition duale (4.58) du domaine de résistance de la phase solide, l'expression (4.61) implique que l'état de contrainte  $\boldsymbol{\sigma} = \frac{\partial \pi^s}{\partial \mathbf{d}}(\mathbf{d})$  se situe à l'intersection entre  $H(\mathbf{d})$  et  $\partial G^s$ .

#### 4.4.2 Critère de résistance macroscopique

On commence par décrire le problème à résoudre sur le VER qui est considéré comme une structure avec un état de chargement. Parmi les modes de chargement possibles, on choisit un chargement défini par les conditions aux limites de type taux de déformation homogène au contour du VER  $\mathbf{D}$ . L'ensemble des champs de vitesse microscopiques cinématiquement admissibles  $\underline{v}(\underline{z})$  s'écrit :

$$\underline{V}(\mathbf{D}) = \{ \underline{v}, (\forall \underline{z} \in \partial\Omega), \underline{v}(\underline{z}) = \mathbf{D} \cdot \underline{z} \} \quad (4.62)$$

Le champ de contrainte microscopique dans le VER  $\boldsymbol{\sigma}(\underline{z})$  est statiquement admissible avec un état de contrainte macroscopique donné  $\boldsymbol{\Sigma}$  s'il satisfait les conditions suivantes :

$$\begin{aligned} \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}) &= \underline{0} \in \Omega \\ \boldsymbol{\Sigma} &= \overline{\boldsymbol{\sigma}} \in \Omega \\ \boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) &= \mathbf{0} \quad \underline{z} \in \Omega^p \end{aligned} \quad (4.63)$$

Nous sommes en mesure de définir l'ensemble  $G^{hom}$  des états de contrainte macroscopiques  $\boldsymbol{\Sigma}$  compatibles avec les résistances du matériau. Un tel état de contrainte est compatible si et seulement s'il existe un champ de contrainte microscopique  $\boldsymbol{\sigma}(\underline{z})$  statiquement admissible avec  $\boldsymbol{\Sigma}$  qui respecte en tout point le critère de résistance local. On obtient alors :

$$G^{hom} = \{ \boldsymbol{\Sigma}, \exists \boldsymbol{\sigma} \text{ s.a } \boldsymbol{\Sigma}, (\forall \underline{z} \in \Omega^s) \boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) \in G^s \} \quad (4.64)$$

Soit  $\underline{v}(\underline{z})$  un champ de vitesse quelconque appartenant à  $\underline{V}(\mathbf{D})$ . Par le lemme de Hill, on peut montrer que :

$$\boldsymbol{\Sigma} : \mathbf{D} = \overline{\boldsymbol{\sigma} : \mathbf{d}} = (1 - \phi) \overline{\boldsymbol{\sigma} : \mathbf{d}}^{(s)} \quad (4.65)$$

où  $\mathbf{d}(\underline{z})$  désigne le taux de déformation microscopique.

Prenons  $\boldsymbol{\Sigma} \in G^{hom}$  et un champ  $\boldsymbol{\sigma}$  satisfaisant les propriétés (4.64). Considérons également l'ensemble des champs de vitesse  $\underline{v}(\underline{z})$  appartenant à  $\underline{V}(\mathbf{D})$ . Comme le champ  $\boldsymbol{\sigma}$  respecte en tout point le critère de résistance locale, les expressions (4.58) et (4.65) nous conduisent à :

$$\boldsymbol{\Sigma} : \mathbf{D} \leq \Pi^{hom}(\mathbf{D}) \text{ avec } \Pi^{hom}(\mathbf{D}) = (1 - \phi) \overline{\inf_{\underline{v} \in \underline{V}(\mathbf{D})} (\boldsymbol{\sigma} : \mathbf{d})}^{(s)} \quad (4.66)$$

La relation (4.66) prouve que  $G^{hom}$  est borné par l'hyperplan d'équation  $\boldsymbol{\Sigma} : \mathbf{D} = \Pi^{hom}(\mathbf{D})$ . En particulier, si  $\boldsymbol{\Sigma}$  appartient à cet hyperplan et à  $G^{hom}$ , il est situé à la frontière  $\partial G^{hom}$  en un point où la normale à  $\partial G^{hom}$  est parallèle à  $\mathbf{D}$ .

$$\left. \begin{aligned} \boldsymbol{\Sigma} : \mathbf{D} &= \Pi^{hom}(\mathbf{D}) \\ \boldsymbol{\Sigma} &\in G^{hom} \end{aligned} \right\} \Rightarrow \boldsymbol{\Sigma} \in \partial G^{hom} \quad (4.67)$$

### 4.4.3 Détermination de $\partial G^{hom}$

On présente dans cette partie la technique de détermination de  $\partial G^{hom}$ . On rappelle que la définition de manière duale du domaine de résistance de la phase solide induit le fait que le champ de contrainte microscopique défini par  $\boldsymbol{\sigma} = \partial\pi^s/\partial\mathbf{d}(\mathbf{d})$  est situé sur la frontière  $\partial G^s$  et sature le critère de résistance ( $f^s(\boldsymbol{\sigma}) = 0$ ). On voudrait explorer cette propriété en introduisant  $\boldsymbol{\sigma} = \partial\pi^s/\partial\mathbf{d}(\mathbf{d})$  comme comportement fictif visqueux de la phase solide. En suivant cet idée, pour un taux de déformation macroscopique donné  $\mathbf{D}$ , le champ de contrainte  $\boldsymbol{\sigma}(\underline{z})$  et de vitesse microscopique est la solution d'un problème mécanique défini sur le VER avec la condition aux limites :  $\underline{v}(\underline{z}) = \mathbf{D}.\underline{z}$  sur  $\partial\Omega$  :

$$\begin{aligned} \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}) &= \underline{0} & (\Omega) & (a) \\ \boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) &= \partial\pi^s/\partial\mathbf{d}(\mathbf{d}) & (\Omega^s) & (b) \\ \boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) &= \mathbf{0} & (\Omega^p) & (c) \\ \mathbf{d} &= 1/2(\mathbf{grad}(\underline{v}) + {}^t\mathbf{grad}(\underline{v})) & (\Omega) & (d) \\ \underline{v}(\underline{z}) &= \mathbf{D}.\underline{z} & (\partial\Omega) & (e) \end{aligned} \quad (4.68)$$

Le champ de contrainte solution de (4.68) satisfait également le critère de résistance de la phase solide. L'équation (4.64) implique que  $\boldsymbol{\Sigma} = \overline{\boldsymbol{\sigma}} \in G^{hom}$ . En exploitant (4.59) et (4.68), on obtient :

$$\pi^s(\mathbf{d}) = \frac{\partial\pi^s}{\partial\mathbf{d}}(\mathbf{d}) : \mathbf{d} = \boldsymbol{\sigma} : \mathbf{d} \quad (4.69)$$

Prenant la moyenne de (4.69) sur la phase solide, on obtient :

$$(1 - \phi)\overline{\pi^s(\mathbf{d})^s} = (1 - \phi)\overline{\boldsymbol{\sigma} : \mathbf{d}^s} = \boldsymbol{\Sigma} : \mathbf{D} \Rightarrow \Pi^{hom}(\mathbf{D}) \leq \boldsymbol{\Sigma} : \mathbf{D} \quad (4.70)$$

La combinaison de (4.66) et (4.70) induit que  $\Pi^{hom} = \boldsymbol{\Sigma} : \mathbf{D}$ . Cela signifie que  $\boldsymbol{\Sigma}$  est situé sur le frontière  $\partial G^{hom}$  de  $G^{hom}$ . Ainsi, la détermination de  $\partial G^{hom}$  se ramène à résoudre un problème sur le VER dont la phase solide possède un comportement fictif visqueux.

### 4.4.4 Critère de la phase solide fonction des deux premiers invariants

On se place dans cette partie l'hypothèse que le critère de résistance de la phase solide est gouverné par la contrainte moyenne et la contrainte déviatorique équivalente.

$$f^s(\boldsymbol{\sigma}) = F(I_1, J_2) \text{ avec } \begin{cases} I_1 &= \text{tr}(\boldsymbol{\sigma}) \\ J_2 &= \frac{1}{2}\mathbf{s} : \mathbf{s} \end{cases} \quad (4.71)$$

où  $\mathbf{s} = \boldsymbol{\sigma} - I_1\mathbf{1}/3$  est la partie déviatorique du tenseur de contrainte. On peut également introduire le taux de déformation volumique  $I'_1$  et le taux de déformation déviatorique équivalent  $J'_2$  associés au tenseur taux de déformation  $\mathbf{d}$ .

$$\mathbf{d} = \frac{1}{3}I'_1 + \boldsymbol{\delta} \begin{cases} I'_1 &= \text{tr}(\mathbf{d}) \\ J'_2 &= \frac{1}{2}\boldsymbol{\delta} : \boldsymbol{\delta} \end{cases} \quad (4.72)$$

La fonction d'appui s'écrit maintenant sous forme :

$$\pi^s(\mathbf{d}) = \sup \left\{ \frac{1}{3}I_1I_1' + \mathbf{s} : \boldsymbol{\delta}, F(I_1, J_2) \leq 0 \right\} \quad (4.73)$$

Pour une valeur donnée de  $J_2$ , le choix de  $\mathbf{s}$  qui maximise  $\mathbf{s} : \boldsymbol{\delta}$  est parallèle à  $\boldsymbol{\delta}$ , c'est à dire  $\mathbf{s} = \sqrt{J_2/J_2'}\boldsymbol{\delta}$ . Ainsi (4.73) prend la forme suivante :

$$\pi^s(\mathbf{d}) = \sup \left\{ \frac{1}{3}I_1I_1' + 2\sqrt{J_2J_2'}, F(I_1, J_2) \leq 0 \right\} \quad (4.74)$$

Ceci implique que la fonction d'appui ne dépend que des invariants  $I_1'$  et  $J_2'$  de  $\mathbf{d}$  :

$$\pi^s(\mathbf{d}) = \pi^s(I_1', J_2') \quad (4.75)$$

L'équation d'état (4.68b) devient donc :

$$\boldsymbol{\sigma} = \frac{\partial \pi^s}{\partial I_1'}(I_1', J_2')\mathbf{1} + \frac{\partial \pi^s}{\partial J_2'}(I_1', J_2')\boldsymbol{\delta} = \mathbb{C}^s(\mathbf{d}) : \mathbf{d} \quad (4.76)$$

Ainsi le comportement fictif visqueux de la phase solide peut définir au moyen d'un tenseur sécant isotrope  $\mathbb{C}^s(\mathbf{d})$  dépendant du module de compressibilité et de cisaillement sécants  $k^s(I_1', J_2')$  et  $\mu^s(I_1', J_2')$  :

$$\mathbb{C}^s = 3k^s(I_1', J_2')\mathbb{I} + 2\mu^s(I_1', J_2')\mathbb{K} \text{ avec } \begin{cases} k^s(I_1', J_2') &= \frac{1}{I_1'} \frac{\partial \pi^s}{\partial I_1'}(I_1', J_2') \\ \mu^s(I_1', J_2') &= \frac{\partial \pi^s}{\partial J_2'}(I_1', J_2') \end{cases} \quad (4.77)$$

#### 4.4.5 Principe de l'homogénéisation non linéaire

En utilisant (4.76) comme une loi de comportement de la phase solide, le problème non linéaire à résoudre possède la structure suivante :

$$\begin{aligned} \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}) &= \underline{\mathbf{0}} & (\Omega) & (a) \\ \boldsymbol{\sigma}(\underline{\mathbf{z}}) &= \mathbb{C}(\mathbf{d}) : \mathbf{d} & (\Omega) & (b) \\ \boldsymbol{\sigma}(\underline{\mathbf{z}}) &= \mathbf{0} & (\Omega^p) & (c) \\ \mathbf{d} &= 1/2(\mathbf{grad}(\underline{\mathbf{v}}) + {}^t \mathbf{grad}(\underline{\mathbf{v}})) & (\Omega) & (d) \\ \underline{\mathbf{v}}(\underline{\mathbf{z}}) &= \mathbf{D} \cdot \underline{\mathbf{z}} & (\partial\Omega) & (e) \end{aligned} \quad (4.78)$$

où

$$\boldsymbol{\sigma}(\underline{\mathbf{z}}) = \mathbb{C}(\mathbf{d}) : \mathbf{d} \text{ avec } \begin{cases} \underline{\mathbf{z}} \in \Omega^s & : \mathbb{C}(\underline{\mathbf{z}}) = \mathbb{C}^s(\mathbf{d}(\underline{\mathbf{z}})) \\ \underline{\mathbf{z}} \in \Omega^p & : \mathbb{C}(\underline{\mathbf{z}}) = \mathbf{0} \end{cases} \quad (4.79)$$

Le problème (4.78) n'est que formellement identique à celui d'homogénéisation linéaire (4.3). Le champ de déformation  $\boldsymbol{\epsilon}(\underline{\mathbf{z}})$  a été remplacé par celui de taux de déformation  $\mathbf{d}(\underline{\mathbf{z}})$ . Dans le problème (4.3), les modules sont homogènes dans la phase solide et ne dépendent pas de chargement. Pourtant, le tenseur d'élasticité  $\mathbb{C}^s(\mathbf{d})$  qui apparaît dans (4.78) est hétérogène et en fonction de l'état de chargement appliqué via le champ de taux de déformation microscopique

$\mathbf{d}(\underline{z})$ . Dans cette situation, la méthode dite sécante (Suquet, 1995) dans l'homogénéisation non linéaire vise à capter la dépendance du module  $\mathbb{C}^s(\mathbf{d})$  au chargement de façon moyenne. L'idée est d'introduire un taux de déformation de référence de  $\mathbf{d}^r$  qui est la moyenne du taux de déformation dans la phase solide.

$$\mathbf{d}^r = \overline{\mathbf{d}(\underline{z})}^s, \text{ alors } \mathbb{C}^s(\mathbf{d}(\underline{z})) \approx \mathbb{C}^s(\mathbf{d}^r) \quad (4.80)$$

La méthode sécante modifiée (Suquet, 1997) remplace la moyenne directe de (4.80) pour une moyenne quadratique (cf. 4.51 et 4.52).

Avec (4.80), la résolution du problème (4.78) consiste, dans une première étape, à résoudre un problème élastique linéaire pour un état de chargement  $\mathbf{D}$  donné, qui permet d'estimer la contrainte macroscopique :

$$\Sigma = \bar{\sigma} = \mathbb{C}^{hom} : \mathbf{D} \text{ avec } \mathbb{C}^{hom} = \mathbb{C}^s(\mathbf{d}^r) : \left( \mathbb{I} - \phi \bar{\mathbb{A}}^p(\mathbf{d}^r) \right) \quad (4.81)$$

La deuxième étape consiste à déterminer la relation du taux de déformation moyen en fonction du chargement macroscopique en faisant appel à une relation de moyenne (cf. §4.3).

$$\mathbf{d}^r = \mathbf{d}^r(\mathbf{D}) \quad (4.82)$$

La dernière étape consiste à résoudre la non linéarité du problème posé par (4.81) et (4.82). La non linéarité provient du fait que  $\mathbb{C}^{hom}$  dépend de  $\mathbf{d}^r$  qui est en fonction de  $\mathbf{D}$ . En combinant ces équations, nous obtenons une relation macroscopique de la forme :

$$\Sigma = \mathbb{C}^{hom}(\mathbf{D}) : \mathbf{D} \quad (4.83)$$

## 4.4.6 Critère de von Mises

### 4.4.6.1 Définition du critère

Le critère de von Mises correspond à une limitation de la contrainte déviatorique équivalente  $J_2$  :

$$f^s = J_2 - C^2 \geq 0 \quad (4.84)$$

où  $C$  est une constante mesurant la cohésion de la phase solide. Dans l'espace des contraintes principales, l'ensemble  $G^s$  des états de contrainte admissibles est un cylindre dont l'axe est la trisectrice et le rayon est égal à  $C\sqrt{2}$ . La fonction d'appui (4.73) de ce critère est présentée dans (Salencon, 1983) :

$$\pi^s(\mathbf{d}) = \begin{cases} C\sqrt{2\mathbf{d} : \mathbf{d}} & \text{si } \text{tr}(\mathbf{d}) = 0 \\ \infty & \text{si } \text{tr}(\mathbf{d}) \neq 0 \end{cases} \quad (4.85)$$

Il est clair que cette fonction d'appui n'est pas différentiable. On ne peut pas définir le problème visqueux comme (4.76) et (4.77). Il faut recourir à une technique de régularisation du critère.

On définit une suite de domaines bornés  $G_j^s$  tendant vers  $G^s$  lors que  $j$  tend vers infini. Par exemple, on définit  $G_j^s$  comme une ellipse centrée à l'origine de l'espace  $(I_1, \sqrt{J_2})$  :

$$f_j^s(\boldsymbol{\sigma}) = \left(\frac{I_1}{L_j}\right)^2 + (\sqrt{J_2})^2 - C^2 \leq 0 \quad (4.86)$$

L'ensemble des états de contrainte macroscopique admissible  $G_j^{hom}$  est déterminé selon la méthode présentée dans la section 4.4.3 en résolvant le problème suivant :

$$\begin{aligned} \operatorname{div}(\boldsymbol{\sigma}) &= \underline{0} & (\Omega) & (a) \\ \boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) &= \mathbb{C}_j(\underline{z}) : \mathbf{d} & (\Omega) & (b) \\ \mathbf{d} &= 1/2(\operatorname{grad}(\underline{v}) + {}^t \operatorname{grad}(\underline{v})) & (\Omega) & (d) \\ \underline{v}(\underline{z}) &= \mathbf{D} \cdot \underline{z} & (\partial\Omega) & (e) \end{aligned} \quad (4.87)$$

Le domaine de contraintes admissibles réelles est asymptotiquement obtenu à partir de l'expression  $\lim_{L_j \rightarrow \infty} G_j^{hom}$ . En appliquant cette régularisation, la fonction d'appui du critère (4.86) possède la forme suivante (Dormieux et al., 2006) :

$$\pi_j^s(\mathbf{d}) = 2C \sqrt{\frac{L_j^2}{36} I_1'^2 + J_2'} \quad (4.88)$$

Une telle fonction d'appui présente bien la régularité requise pour définir un problème visqueux en suivant la méthode proposée à la section 4.4.4. Elle permet de construire le tenseur d'élasticité isotrope  $\mathbb{C}_j^s(\mathbf{d})$  défini à partir des modules :

$$k_j^s(I_1', J_2') = \frac{C}{18} \frac{L_j^2}{\sqrt{J_2' + L_j^2 I_1'^2 / 36}} \text{ et } 2\mu_j^s(I_1', J_2') = C \frac{1}{\sqrt{J_2' + L_j^2 I_1'^2 / 36}} \quad (4.89)$$

Il est intéressant de noter que l'on déduit à partir de (4.89) :

$$\frac{\mu_j^s}{k_j^s} = O(1/L_j^2) \quad (4.90)$$

En d'autres termes, quelles que soient les taux de déformation effectifs, ce matériau fictif visqueux se comporte de manière incompressible lorsque  $L_j$  tend vers l'infini.

#### 4.4.6.2 Détermination du critère macroscopique

On s'intéresse à la détermination d'un critère macroscopique d'un milieu poreux dont la phase solide possède un comportement fictif caractérisé par le tenseur  $\mathbb{C}_j^s(\mathbf{d})$ . On revient simplement à résoudre le problème (4.78) par la méthode proposée dans la section 4.4.5. On écrit le comportement macroscopique défini par :

$$\frac{1}{3} \operatorname{tr}(\boldsymbol{\Sigma}) = k_j^{hom} \operatorname{tr}(\mathbf{D}); \quad \boldsymbol{\Sigma}_d = 2\mu_j^{hom} \boldsymbol{\Delta} \quad (4.91)$$

Avec

$$\boldsymbol{\Sigma} = \frac{1}{3} \operatorname{tr}(\boldsymbol{\Sigma}) \mathbf{1} + \boldsymbol{\Sigma}_d; \quad \mathbf{D} = \frac{1}{3} \operatorname{tr}(\mathbf{D}) \mathbf{1} + \boldsymbol{\Delta} \quad (4.92)$$

La première étape de la résolution du problème (4.78) demande de choisir le schéma d'homogénéisation. Le schéma auto-cohérent est adapté pour une microstructure de type polycristallin qui présente mieux la microstructure des roches granulaires. Dans le cas où la phase solide est incompressible, les modules de compressibilité et de cisaillement à l'échelle macroscopique s'expriment par les expressions suivantes :

$$k_{ac} = K_{ac}\mu_j^s; \quad \mu_{ac} = M_{ac}\mu_j^s \quad (4.93)$$

où

$$K_{ac}(\phi) = \frac{4(1-2\phi)(1-\phi)}{(3-\phi)\phi}; \quad M_{ac}(\phi) = 3\frac{1-2\phi}{3-\phi} \quad (4.94)$$

La deuxième étape consiste à déterminer la relation entre le taux de déformation effectif et le chargement macroscopique. En utilisant la relation (4.53), on peut déduire le taux de déformation déviatorique de référence comme une fonction de taux de déformation macroscopique.

$$J_2^r = \frac{1}{2(1-\phi)} \left( \frac{1}{2} \text{tr}(\mathbf{D})^2 \frac{\partial k_j^{ac}}{\partial \mu_j^s} + \mathbf{\Delta} : \mathbf{\Delta} \frac{\partial \mu_j^{ac}}{\partial \mu_j^s} \right) \quad (4.95)$$

Introduisant (4.93) dans (4.95), nous obtenons :

$$J_2^r = \frac{1}{2(1-\phi)} \left( \frac{1}{2} \text{tr}(\mathbf{D})^2 K_{ac} + \mathbf{\Delta} : \mathbf{\Delta} M_{ac} \right) \quad (4.96)$$

Selon (4.43),  $I_1^r$  est donné par :

$$(1-\phi)I_1^r = \frac{k_j^{ac}}{k_j^s} \text{tr}(\mathbf{D}) \Rightarrow \frac{I_1^r}{\text{tr}(\mathbf{D})} = O\left(\frac{\mu_j^s}{k_j^s}\right) = O\left(\frac{1}{L_j^2}\right) \quad (4.97)$$

Selon (4.95), on obtient  $J_2^r/I_1^{r2} = O(L_j^4)$ . L'expression (4.89) se réduit à :

$$2\mu_j^s(J_2^r) \approx \frac{C}{\sqrt{J_2^r}} \quad (4.98)$$

En combinant (4.92), (4.93) avec (4.98), on obtient :

$$\text{tr}(\mathbf{D}) = \frac{2}{K_{ac}} \frac{\Sigma_m}{C} \sqrt{J_2^r} \quad (4.99)$$

$$\sqrt{\frac{1}{2} \mathbf{D} : \mathbf{D}} = \frac{1}{M_{ac}} \frac{\Sigma_d}{C} \sqrt{J_2^r} \quad (4.100)$$

Avec

$$\Sigma_m = \frac{1}{3} \text{tr}(\mathbf{\Sigma}); \quad \Sigma_d = \sqrt{\frac{1}{2} \mathbf{\Sigma}_d : \mathbf{\Sigma}_d} \quad (4.101)$$

En introduisant (4.98), (4.99) dans (4.96), on aboutit finalement à :

$$(1-\phi) = \frac{1}{K_{ac}} \left( \frac{\Sigma_m}{C} \right)^2 + \frac{1}{M_{ac}} \left( \frac{\Sigma_d}{C} \right)^2 \quad (4.102)$$

$$\frac{\phi(3-\phi)}{4(1-\phi)}\Sigma_m^2 + \left(1 - \frac{\phi}{3}\right)\Sigma_d^2 = C^2(1-\phi)(1-2\phi) \quad (4.103)$$

Cette équation représente le lien des états de contrainte macroscopiques à la solution du problème (4.87) dans l'espace de contrainte macroscopique dans la limite  $j \rightarrow \infty$ . On remarque que la résistance macroscopique s'annule lors que la porosité  $\phi$  est égale à  $1/2$ .



# Chapitre 5

## Homogénéisation linéaire

### Sommaire

---

5.1	Description de la microstructure . . . . .	141
5.2	Description du problème . . . . .	142
5.3	Homogénéisation à l'échelle mésoscopique . . . . .	143
5.3.1	Schéma auto-cohérent . . . . .	144
5.4	Homogénéisation à l'échelle microscopique . . . . .	147
5.5	Attaque chimique . . . . .	148
5.6	Paramètres d'entrée du modèle . . . . .	149
5.7	Application . . . . .	151
5.8	Conclusion . . . . .	157

---



## 5.1 Description de la microstructure

Dans ce chapitre, nous allons présenter un modèle basé sur une démarche d'homogénéisation qui permet de prédire l'évolution des propriétés élastiques du calcaire d'Euville sous l'effet de l'altération chimique. Le calcaire étudié présente à l'échelle microscopique une microstructure granulaire constituée d'une phase solide et d'une phase mésoporeuse. On constate que la phase solide est composée de trois constituants : les grains crinoïdaux, le ciment syntaxial et les lithoclastes. Les grains crinoïdaux sont très peu microporeux et il s'agit d'une porosité ocluse. Pour une simplification, dans notre approche, ces grains sont considérés homogènes. Autour de ces grains, on observe une couche de ciment syntaxial qui a grandi avec la même orientation optique que les crinoïdes. Les lithoclastes sont des fragments de calcite issus de la désagrégation d'une masse rocheuse. Ils présentent une forte concentration de la microporosité et se trouvent autour des grains crinoïdaux. L'observation des lames minces montre une présence importante des grains crinoïdaux dans le milieu. Les essais de nano-indentation (cf. §3.3) prouvent une évolution des propriétés élastiques du centre vers la zone périphérique d'un grain solide qui traduit l'hétérogénéité de la phase solide (grain crinoïde, ciment syntaxial, lithoclaste).

Cette description nous permet, dans le sens d'une approche d'homogénéisation, de considérer la microstructure comme un assemblage de grains composites et de mésopores. Le grain composite se compose d'un noyau de calcite représentant le grain crinoïde entouré par une couche d'interphase microporeuse. Cette dernière représente de manière approchée l'ensemble des minéraux de calcites formant le ciment syntaxial et les lithoclastes. On note que, le terme *macroporosité* (*macropore*) utilisé dans les chapitres précédents est dès maintenant remplacé par le terme *mésoporosité* (*mésopore*) pour une adaptation à la description des échelles d'homogénéisation. Le comportement est par nature homogénéisé à l'échelle macroscopique.

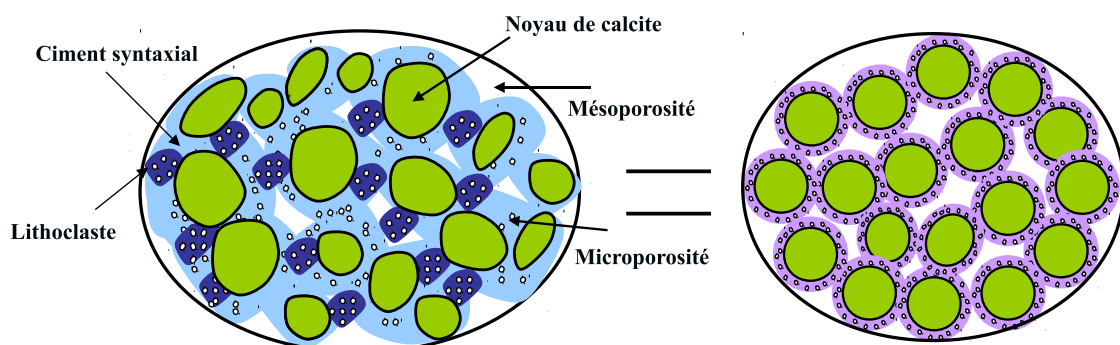


Figure 5.1 – Description approchée de la microstructure du calcaire d'Euville

La description conduit à distinguer deux échelles dans la microstructure du matériau (cf. Figure 5.2).

- L'échelle mésoscopique (échelle de l'échantillon) est celle du grain composite avec les mésopores. Un VER de ce matériau révèle le premier niveau d'hétérogénéité, en faisant

apparaître les mésopores et les grains composites (considéré à cette échelle comme un milieu continu);

- L'échelle microscopique est celle de la couche microporeuse. Un VER de ce matériau révèle un second niveau d'hétérogénéité, en distinguant les minéraux de calcite et les micropores intercrystallins.

Ainsi, par exemple, lorsque nous parlerons de comportement homogénéisé à l'échelle de la couche microporeuse, il s'agira du comportement effectif, obtenu par homogénéisation du VER à cette échelle. Ce comportement effectif pourra être utilisé dans l'étape d'homogénéisation suivante, à l'échelle mésoscopique.

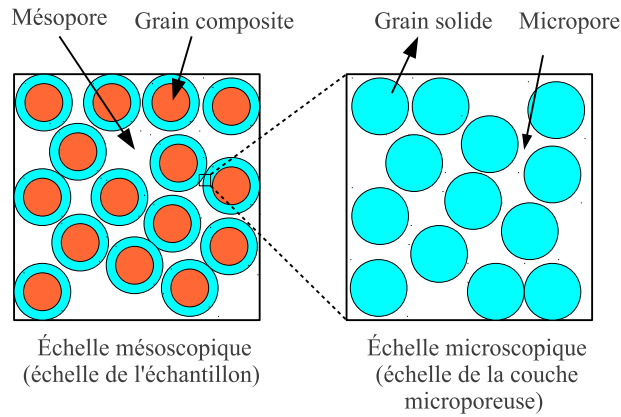


Figure 5.2 – Représentation de la microstructure multiéchelle

## 5.2 Description du problème

A l'échelle mésoscopique (échelle de l'échantillon), l'espace mésoporeux et les grains composites occupent respectivement les sous-domaines  $\Omega_f$ ,  $\Omega_G$  d'un VER où :

$$\Omega_G = \sum_i^n \Omega_{G_i} \quad (5.1)$$

$n$  : le nombre de grains constituant le VER. Le grain est formé par un noyau entouré par une couche d'interphase microporeuse dont les volumes sont respectivement notés  $\Omega_{noy}$  et  $\Omega_c$  avec  $\Omega_{noy} + \Omega_c = \Omega_G$ .

Les fractions volumiques des mésopores, du noyau de calcite et de la couche microporeuse sont respectivement notées  $f$ ,  $f_{noy}$ ,  $f_c$ .

$$f = \frac{\Omega_f}{\Omega}; \quad f_{noy} = \frac{\Omega_{noy}}{\Omega}; \quad f_c = \frac{\Omega_c}{\Omega} \quad (5.2)$$

Le volume poreux total mesurable est l'ensemble du volume poreux dans la couche microporeuse (indice  $cp$ ) et dans les mésopores (indice  $f$ ). On néglige le volume poreux contenu dans le noyau de calcite car il n'est pas mesurable par notre méthode expérimentale.

$$\Omega_p = \Omega_{cp} + \Omega_f \quad (5.3)$$

En réalité,  $\Omega_{cp}$  n'a pas de pertinence à l'échelle mésoscopique où la couche est décrite de façon homogénéisée. Les fractions volumiques de chaque espace poreux sont exprimées par :

$$f_{cp} = \frac{\Omega_{cp}}{\Omega}; f = \frac{\Omega_f}{\Omega} \quad (5.4)$$

$$\Phi = \frac{\Omega_p}{\Omega} = f_{cp} + f; \quad (5.5)$$

où  $\Phi$  est la porosité par pesée. On introduit ensuite  $\eta_c, \eta_f$  définis par :

$$\eta_c = \frac{f_{cp}}{\Phi}; \eta_f = \frac{f}{\Phi}, \text{ avec } \eta_c + \eta_f = 1 \quad (5.6)$$

A l'échelle de la couche microporeuse, la porosité relative  $\phi$  est exprimée par l'expression suivante :

$$\phi = \frac{\Omega_{cp}}{\Omega_c} = \frac{f_{cp}}{f_c} = \frac{(1 - \eta_f)\Phi}{f_c} \quad (5.7)$$

Avec cette description, l'homogénéisation est menée en deux étapes : la première est l'homogénéisation en considérant que le matériau à l'échelle microscopique est constitué d'une phase solide et d'une phase microporeuse de fraction volumique  $\phi$ , la seconde est l'homogénéisation en considérant que le matériau à l'échelle mésoscopique est un milieu poreux comportant des grains composites et la phase mésoporeuse (cf. Figure 5.2). Le tableau 5.1 synthétise les notations de géométrie utilisées dans le modèle.

### 5.3 Homogénéisation à l'échelle mésoscopique

A l'échelle mésoscopique, le champ de contrainte et le champ de déformation sont respectivement définis par  $\boldsymbol{\sigma}(\underline{z})$  et  $\boldsymbol{\epsilon}(\underline{z})$  où  $\underline{z}$  est le vecteur position qui définit l'emplacement dans le VER. Le tenseur de contrainte  $\boldsymbol{\Sigma}$  et de déformation  $\mathbf{E}$  à l'échelle macroscopique sont liés aux champs de contrainte et de déformation à l'échelle mésoscopique  $\boldsymbol{\sigma}(\underline{z})$  et  $\boldsymbol{\epsilon}(\underline{z})$  par la règle de moyenne :

$$\boldsymbol{\Sigma} = \bar{\boldsymbol{\sigma}} = \sum_i \nu^i \bar{\boldsymbol{\sigma}}^{G_i}; \mathbf{E} = \bar{\boldsymbol{\epsilon}} \quad (5.8)$$

avec la notation :

$$\bar{\mathbf{a}} = \frac{1}{\Omega} \int_{\Omega} \mathbf{a}(\underline{z}) dV \quad (5.9)$$

où  $\nu^i$  est la fraction volumique d'un grain solide avec  $\sum_i \nu^i = 1 - f$ .

La condition aux limites utilisée est de type uniforme en déformation :  $\underline{z} \in \partial\Omega, \underline{\xi}(\underline{z}) = \mathbf{E} \cdot \underline{z}$  où  $\underline{\xi}(\underline{z})$  présente le champ de déplacement mésoscopique dans le VER. On se place dans l'hypothèse d'une géométrie isotrope de la microstructure. Le comportement de la phase solide est supposé élastique linéaire. Les tenseurs  $\mathbb{C}_{noy}$  et  $\mathbb{C}_c$  désignent respectivement les tenseurs de rigidité homogénéisé du noyau et de la couche microporeuse. Le comportement macroscopique

attendu est alors élastique linéaire et isotrope. Les tenseurs de contrainte et de déformation macroscopiques sont reliés par l'équation d'état :

$$\boldsymbol{\Sigma} = \mathbb{C}^{hom} : \mathbf{E}; \quad \mathbb{C}^{hom} = 3k^{hom}\mathbb{J} + 2\mu^{hom}\mathbb{K} \quad (5.10)$$

où  $J_{ijkl} = \delta_{ij}\delta_{kl}/3$  et  $\mathbb{K} = \mathbb{I} - \mathbb{J}$ ,  $\mathbb{I}$  : le tenseur identité d'ordre 4,  $I_{ijkl} = 1/2(\delta_{ik}\delta_{jl} + \delta_{il}\delta_{jk})$ ,  $k^{hom}$  et  $\mu^{hom}$  désignent les modules de compressibilité et de cisaillement homogénéisés.

Le système des équations à résoudre à l'échelle mésoscopique possède la structure suivante :

$$\left\{ \begin{array}{lll} \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}) & = \underline{\mathbf{0}} & (\Omega) \quad (a) \\ \boldsymbol{\sigma} & = \mathbf{0} & (\Omega_f) \quad (b) \\ \boldsymbol{\sigma} & = \mathbb{C}_{noy} : \boldsymbol{\epsilon} & (\Omega_{noy}) \quad (c) \\ \boldsymbol{\sigma} & = \mathbb{C}_c : \boldsymbol{\epsilon} & (\Omega_c) \quad (d) \\ \underline{\mathbf{v}} & = \mathbf{E} \cdot \underline{\mathbf{z}} & (\partial\Omega) \quad (e) \end{array} \right. \quad (5.11)$$

### 5.3.1 Schéma auto-cohérent

Le schéma auto-cohérent est classiquement le schéma d'homogénéisation de type Eshelby le mieux adapté pour les matériaux de type polycristallin (Dormieux et al., 2007). Le principe consiste à représenter chaque phase (solide et pore), sous le chargement appliqué au VER, par une inclusion plongée dans un milieu infini homogène dont les propriétés sont celles du milieu homogénéisé cherché. La notation  $\mathbb{C}_{ac}$  est utilisée à la place de  $\mathbb{C}^{hom}$ . Le tenseur  $\mathbb{C}_{ac}$  est caractérisé par  $k_{ac}$  et  $\mu_{ac}$ .

Soit  $\mathbf{E}$  la déformation macroscopique imposée au VER. On introduit une déformation auxiliaire  $\mathbf{E}_0$ . La déformation moyenne dans chaque phase est estimée par celle qui s'installerait dans une inclusion de cette phase plongée dans le milieu recherché et soumis à l'infini à la déformation homogène  $\mathbf{E}_0$  (cf. Figure 5.3).

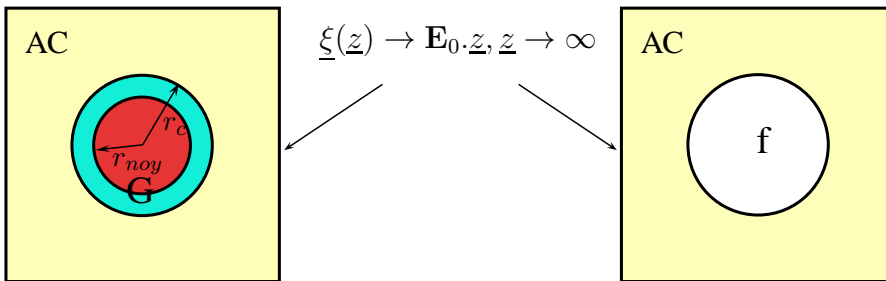


Figure 5.3 – Problèmes auxiliaires d'élasticité à résoudre pour mettre en œuvre le schéma auto-cohérent envisagé

Deux problèmes auxiliaires sont étudiés. Le premier est celui d'Eshelby (Eshelby, 1957) dans lequel l'inclusion est un pore sphérique plongé dans un milieu élastique homogène  $\mathbb{C}_{ac}$ , soumis

à une condition aux limites à l'infini sous forme :

$$\underline{z} \rightarrow \infty; \underline{\xi}(\underline{z}) = \mathbf{E}_0 \cdot \underline{z} \quad (5.12)$$

La déformation moyenne dans le mésopore est estimée à partir de sa solution :

$$\bar{\boldsymbol{\epsilon}}^P = \bar{\mathbb{A}}_{aux}^P : \mathbf{E}_0 = (\mathbb{I} - \mathbb{S}_{ac}^{sph})^{-1} : \mathbf{E}_0 \quad (5.13)$$

où  $\mathbb{S}_{ac}^{sph} = \alpha \mathbb{J} + \beta \mathbb{K}$  est le tenseur d'Eshelby de l'inclusion sphérique avec

$$\alpha = \frac{3k_{ac}}{3k_{ac} + 4\mu_{ac}}; \beta = \frac{6(k_{ac} + 2\mu_{ac})}{5(3k_{ac} + 4\mu_{ac})} \quad (5.14)$$

Dans le deuxième problème, l'inclusion est une sphère composite constituée d'un noyau d'élasticité  $\mathbb{C}_{noy}$  entouré par une couche d'élasticité différente  $\mathbb{C}_c$ . Elle est également plongée dans le milieu infini élastique ( $\mathbb{C}_{ac}$ ), soumis à la condition aux limites uniforme en déformation (cf. 5.12).  $r_{noy}$  est le rayon du noyau de calcite et  $r_c$  est défini comme le rayon de l'inclusion (cf. Figure 5.3).  $\rho = (r_c - r_{noy})/r_{noy}$  est le rapport entre l'épaisseur de la couche et le rayon du noyau. La relation entre  $\rho$  et la fraction volumique de chacune des phases du milieu est la suivante :

$$(1 + \rho)^3 - 1 = f_c / (1 - f - f_c) \quad (5.15)$$

On est ainsi ramené à un problème d'Eshelby généralisé (Dormieux et al., 2007), car la phase solide n'est pas homogène, ayant la structure suivante :

$$\begin{cases} r < r_{noy} & \boldsymbol{\sigma}_{II} = \mathbb{C}_{noy} : \boldsymbol{\epsilon}_{II} \\ r_{noy} < r < r_c & \boldsymbol{\sigma}_{II} = \mathbb{C}_c : \boldsymbol{\epsilon}_{II} \\ r_c < r & \boldsymbol{\sigma}_{II} = \mathbb{C}_{ac} : \boldsymbol{\epsilon}_{II} \\ \underline{z} \rightarrow \infty & \underline{\xi}(\underline{z}) = \mathbf{E}_0 \cdot \underline{z} \end{cases} \quad (5.16)$$

avec

$$\mathbb{C}_{noy} = 3k_{noy}\mathbb{J} + 2\mu_{noy}\mathbb{K}; \quad \mathbb{C}_c = 3k_c\mathbb{J} + 2\mu_c\mathbb{K} \quad (5.17)$$

où  $k_{noy}$ ,  $\mu_{noy}$ ,  $k_c$  et  $\mu_c$  sont respectivement les modules de compressibilité et de cisaillement homogénéisés du noyau et de la couche microporeuse. La solution de ce problème nous permet d'estimer  $(\boldsymbol{\sigma}_{II}, \boldsymbol{\epsilon}_{II})$  qui sont reliés à la contrainte moyenne et la déformation moyenne dans l'inclusion par les expressions :

$$\bar{\boldsymbol{\sigma}}^{inc} = \frac{3}{4\pi r_c^3} \int_{r < r_c} \boldsymbol{\sigma}_{II} dV = \frac{3}{4\pi r_c^2} \int_{r=r_c} \underline{e}_r \otimes (\boldsymbol{\sigma}_{II} \cdot \underline{e}_r) dS \quad (5.18)$$

$$\bar{\boldsymbol{\epsilon}}^{inc} = \frac{3}{4\pi r_c^3} \int_{r < r_c} \boldsymbol{\epsilon}_{II} dV = \frac{3}{4\pi r_c^2} \int_{r=r_c} \underline{\xi}(r_c) \overset{s}{\otimes} \underline{e}_r dS \quad (5.19)$$

avec la notation :

$$\underline{\xi}(r_c) \overset{s}{\otimes} \underline{e}_r = \frac{1}{2} \left( \underline{\xi}(r_c) \otimes \underline{e}_r + \underline{e}_r \otimes \underline{\xi}(r_c) \right) \quad (5.20)$$

Notre objectif est d'estimer les moyennes de la contrainte et de la déformation dans la phase solide du VER. On admet que celles-ci sont indépendantes des grains étudiés :

$$\forall i, \quad \overline{\boldsymbol{\sigma}}^{G_i} = \overline{\boldsymbol{\sigma}}^{inc} \quad (\overline{\boldsymbol{\epsilon}}^{G_i} = \overline{\boldsymbol{\epsilon}}^{inc}) \quad (5.21)$$

L'équation (5.8) prend donc la forme :

$$\boldsymbol{\Sigma} = (1 - f)\overline{\boldsymbol{\sigma}}^{inc} \quad (5.22)$$

La règle de moyenne des déformations donne :

$$\mathbf{E} = f\overline{\boldsymbol{\epsilon}}^p + (1 - f)\overline{\boldsymbol{\epsilon}}^{G_i} = f(\mathbb{I} - \mathbb{S}_{ac}^{sph})^{-1} : \mathbf{E}_0 + (1 - f)\overline{\boldsymbol{\epsilon}}^{inc} \quad (5.23)$$

Pour déterminer les deux constantes macroscopiques inconnues  $k_{ac}$  et  $\mu_{ac}$ , il suffit de considérer successivement deux sollicitations  $\mathbf{E}_0$  respectivement purement isotrope et déviatorique. On commence par traiter le problème (5.16) pour le choix d'une sollicitation isotrope de la forme  $\mathbf{E}_0 = E_0 \mathbf{1}$ . La solution analytique de ce problème possède la structure suivante :

$$\underline{\xi}(\underline{z}) = \left( A_i r + \frac{B_i}{r^2} \right) \underline{e}_r \quad (5.24)$$

les coefficients  $A_i$  et  $B_i$  dépendant du domaine considéré ( $A_{noy}$ ,  $B_{noy}$  pour le noyau,  $A_c$  et  $B_c$  pour la couche microporeuse et  $A_{ac}$  et  $B_{ac}$  pour le milieu homogénéisé). Les six coefficients sont déterminés à l'aide des continuités du déplacement et du vecteur contrainte aux frontières entre les domaines ainsi que la condition aux limites à l'infini, compte tenu du choix de  $\mathbf{E}_0$ .

Une fois que le champ de déplacement  $\underline{\xi}(\underline{z})$  est déterminé, la contrainte moyenne et la déformation moyenne dans la phase solide et la phase poreuse sont estimées par les équations (5.13), (5.18) et (5.19). En remplaçant (5.22) et (5.23) dans (5.10), on obtient une équation de la forme suivante :

$$k_{ac} = F(k_{noy}, \mu_{noy}, k_c, \mu_c, \rho, f)\mu_{ac} \quad (5.25)$$

On considère ensuite une sollicitation purement déviatorique :  $\mathbf{E}_0 = E_0(\underline{e}_1 \otimes \underline{e}_3 + \underline{e}_3 \otimes \underline{e}_1)$ .

L'idée consiste à rechercher, dans chaque phase, le champ de déplacement :

$$\underline{\xi}^i(\underline{z}) = \xi_r^i(r) \sin(2\theta) \cos(\phi) \underline{e}_r + \xi_\theta^i(r) \cos(2\theta) \cos(\phi) \underline{e}_\theta + \xi_\phi^i(r) \cos(\theta) \cos(\phi) \underline{e}_\phi \quad (5.26)$$

dans lesquelles  $\xi_r^i(r)$ ,  $\xi_\theta^i(r)$  et  $\xi_\phi^i(r)$  ont les formes suivantes :

$$\begin{aligned} \xi_r^i(r) &= A_i r - 6 \frac{\nu_i}{1 - 2\nu_i} r^3 + 3 \frac{C_i}{r^4} + \frac{5 - 4\nu_i}{1 - 2\nu_i} \frac{D_i}{r^2} \\ \xi_\theta^i(r) &= A_i r - \frac{7 - 4\nu_i}{1 - 2\nu_i} B_i r^3 - 2 \frac{C_i}{r^4} + 2 \frac{D_i}{r^2} \\ \xi_\phi^i(r) &= -\xi_\theta^i(r) \end{aligned} \quad (5.27)$$

les coefficients  $A_i$ ,  $B_i$ ,  $C_i$  et  $D_i$  étant propres à chaque phase (noy, c et ac). Dans (5.27),  $C_{noy}$ ,  $D_{noy}$  et  $B_{ac}$  sont égaux à zéro. Comme précédemment, les coefficients inconnus sont déterminés

à l'aide des conditions de continuités et des conditions aux limites. En remplaçant (5.22) et (5.23) dans (5.10) et utilisant (5.25), on montre que le module de cisaillement homogénéisé est la solution d'une équation du 4ème degré :

$$X_1(\mu_{ac})^4 + X_2(\mu_{ac})^3 + X_3(\mu_{ac})^2 + X_4\mu_{ac} + X_5 = 0 \quad (5.28)$$

où  $X_1, X_2, X_3, X_4$  et  $X_5$  sont des fonctions polynomiales de  $k_{noy}, k_c, \mu_{noy}, \mu_c, \rho$  et  $f$ . La résolution de deux équations (5.28) et (5.25) nous permet d'estimer les valeurs  $k_{ac}$  et  $\mu_{ac}$  qui sont des fonctions de  $k_{noy}, \mu_{noy}, k_c, \mu_c, \rho$  et  $f$  :

$$k_{ac} = k_{ac}(k_{noy}, \mu_{noy}, k_c, \mu_c, \rho, f); \quad \mu_{ac} = \mu_{ac}(k_{noy}, \mu_{noy}, k_c, \mu_c, \rho, f) \quad (5.29)$$

## 5.4 Homogénéisation à l'échelle microscopique

La couche microporeuse est un ensemble constitué du ciment syntaxial et des lithoclastes microporeux. Il s'agit donc par nature d'un milieu hétérogène. Cependant, dans un souci de simplification, à l'échelle mésoscopique, ce milieu est regardé de façon homogénéisée. Il joue le rôle d'une interphase autour des grains crinoïdaux que nous appelons noyaux de calcite. Il est attendu que cette couche ait un comportement mécanique plus souple que celui des grains crinoïdaux. L'explication est due à la présence de la microporosité entre les cristaux formant le ciment syntaxial et de la microporosité dans les lithoclastes.

Pour simplifier, on considérera que cette zone d'interphase est constituée par une phase solide et une phase microporeuse. Le solide ne forme pas une matrice connexe entourant les pores. La morphologie est de nature polycristalline. Le schéma auto-cohérent semble être le mieux placé (parmi tous les schémas usuels d'homogénéisation des milieux aléatoires faisant appel au résultat de l'inhomogénéité d'Esheby) pour estimer les propriétés effectives de cette interphase.

On se place maintenant dans l'hypothèse d'une géométrie isotrope de la microstructure. Le comportement de la phase solide est élastique linéaire. Notons  $k_s$  et  $\mu_s$  sont les propriétés élastiques de la phase solide du milieu à cette échelle. Les propriétés homogénéisées sont déterminées en résolvant les deux équations suivantes (Dormieux et al., 2006) :

$$k_c = (1 - \phi) \frac{k_s}{1 + \alpha_c(k_s - k_c)/k_c} \quad (5.30)$$

$$\mu_c = (1 - \phi) \frac{\mu_s}{1 + \beta_c(\mu_s - \mu_c)/k_c} \quad (5.31)$$

où

$$\alpha_c = \frac{3k_c}{(3k_c + 4\mu_c)}, \quad \beta_c = \frac{6(k_c + 2\mu_c)}{5(3k_c + 4\mu_c)} \quad (5.32)$$

$\phi$  désigne la porosité de la couche microporeuse. On obtient donc :

$$k_c = k_c(k_s, \mu_s, \phi) \text{ et } \mu_c = \mu_c(k_s, \mu_s, \phi) \quad (5.33)$$

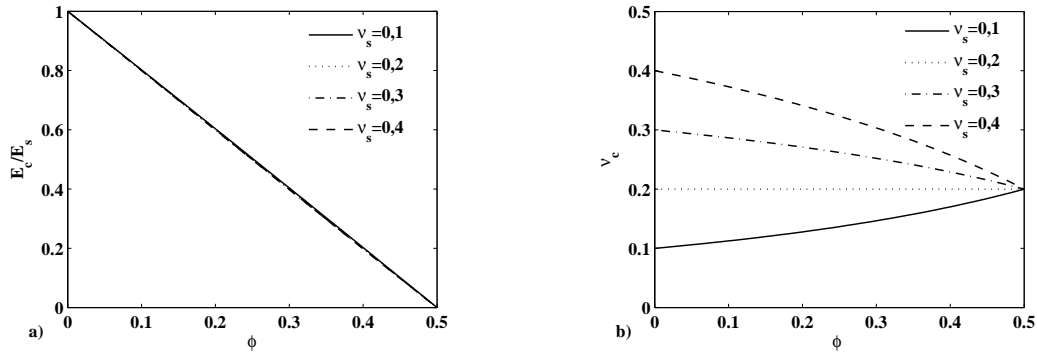


Figure 5.4 – Module de Young et coefficient de Poisson effectifs de la couche estimés par schéma auto-cohérent (pour différentes valeurs du coefficient de Poisson  $\nu_s$  du solide) en fonction de la porosité de la couche microporeuse  $\phi$

On peut remarquer que la porosité est le seul paramètre morphologique quantitatif du modèle. La figure 5.4 présente l'évolution des modules effectifs en fonction de la porosité du milieu. Le module de Young auto-cohérent rapporté au module de Young du solide ( $E_c/E_s$ ) et le coefficient de Poisson auto-cohérent ( $\nu_c$ ) dépendent à la fois de la porosité  $\phi$  et du coefficient de Poisson  $\nu_s$  du solide. La figure 5.4a montre qu'en pratique le module de Young effectif est quasiment indépendant du coefficient de Poisson du solide. Il apparaît une porosité critique égale à  $1/2$ , au dessus de laquelle les modules effectifs s'annulent. Cette valeur est interprétée comme le seuil de percolation des pores du milieu.

## 5.5 Attaque chimique

Le calcaire d'Euville contient principalement deux familles de pores : la mésoporosité intercalée entre les grains solides et la microporosité principalement présente dans la couche microporeuse. L'étude de l'évolution de la microstructure sous l'effet de l'altération (cf. §3.2) a suggéré que l'altération chimique n'a pas induit un effet significatif sur l'espace mésoporeux intergranulaire dont la paroi est principalement constituée de zones microporeuses sur lesquelles agit l'altération. C'est-à-dire que  $f$  et  $\rho$  sont inchangés par rapport au matériau intact après l'altération chimique et la porosité dans la couche après l'altération  $\phi_a$  est égale à  $\phi + \Delta\Phi/f_c$ . L'augmentation de la porosité de la couche d'interphase conduit à une diminution des propriétés mécaniques de cette région.

Supposant connus les modules élastiques de la phase solide ( $k_s$  et  $\mu_s$ ), les propriétés homogénéisées de la couche microporeuse après l'altération chimique ( $k_c^a$  et  $\mu_c^a$ ) sont déterminées en résolvant deux équations (5.34) et (5.35) avec la prise en compte de l'augmentation de sa porosité :

$$k_c^a = (1 - \phi_a) \frac{k_s}{1 + \alpha_c^a (k_s - k_c^a) / k_c^a} \quad (5.34)$$

$$\mu_c^a = (1 - \phi_a) \frac{\mu_s}{1 + \beta_c^a (\mu_s - \mu_c^a) / k_c^a} \quad (5.35)$$

où

$$\alpha_c^a = \frac{3k_c^a}{(3k_c^a + 4\mu_c^a)}, \quad \beta_c^a = \frac{6(k_c^a + 2\mu_c^a)}{5(3k_c^a + 4\mu_c^a)}$$

et

$$\phi_a = \phi + \frac{\Delta\Phi}{f_c} \quad (5.36)$$

Les propriétés homogénéisées du milieu après l'altération sont ainsi obtenues en remplaçant les deux modules  $k_c^a$  et  $\mu_c^a$  à la place de  $k_c$  et  $\mu_c$  dans l'équation (5.29). On obtient donc :

$$k_{ac}^a = k_{ac}(k_{noy}, \mu_{noy}, k_c^a, \mu_c^a, \rho, f); \quad \mu_{ac}^a = \mu_{ac}(k_{noy}, \mu_{noy}, k_c^a, \mu_c^a, \rho, f) \quad (5.37)$$

où  $k_c^a$  et  $\mu_c^a$  dépendent des propriétés élastiques de la phase solide et de la porosité après l'altération de la couche microporeuse :

$$k_c^a = k_c^a(k_s, \mu_s, \phi_a), \quad \mu_c^a = \mu_c^a(k_s, \mu_s, \phi_a)$$

Le tableau 5.1 rappelle les notations de géométrie utilisées dans le modèle.

Échelle mésoscopique	
Notation	Définition
$f_{noy}$	fraction volumique du noyau de calcite
$f_c$	fraction volumique de la couche microporeuse
$f$	fraction volumique de l'espace mésoporeux
$f_{noy} + f_c + f = 1$	
$f_{cp}$	fraction volumique de l'espace microporeux
$\Phi$	porosité par pesée, $\Phi = f_{cp} + f$
$\eta_c$	$f_{cp}/\Phi$ : pourcentage de l'espace microporeux
$\eta_f$	$f/\Phi$ : pourcentage de l'espace mésoporeux
$\rho$	$(r_c - r_{noy})/r_{noy}$ , $(1 + \rho)^3 - 1 = f_c/(1 - f - f_c)$
Échelle microscopique	
$\phi$	porosité de la couche microporeuse, $\phi = f_{cp}/f_c = (1 - \eta_f)\Phi/f_c$

Tableau 5.1 – Définition des paramètres géométriques

## 5.6 Paramètres d'entrée du modèle

Sur le plan quantitatif, le modèle proposé fait appel à plusieurs paramètres qui ont généralement une double nature : géométrique et mécanique. Les grandeurs géométriques sont principalement les fractions volumiques des différentes phases présentes dans le milieu. Le tableau 5.1 résume les paramètres utilisés dans le modèle.

La section 3.4 présente la méthode d'estimation par analyse d'image permettant de fournir un intervalle des valeurs des paramètres géométriques recherchés. Dans la description du modèle, la fraction volumique de la couche microporeuse ( $f_c$ ) est la somme de la fraction volumique du

ciment syntaxial et des lithoclastes. Elle est estimée comprise entre 26% et 32% ( $f_c = 0,26 - 0,32$ ). L'espace mésoporeux intergranulaire est approximativement compris entre 45% et 55% du volume poreux du milieu ( $\eta_f = 0,45 - 0,55$ ). On considère par la suite que les deux paramètres  $\eta_f$  et  $f_c$  sont les propriétés géométriques intrinsèques du matériau.

Dans la description du modèle, les grandeurs mécaniques sont les modules élastiques du noyau de calcite ( $k_{noy}$  et  $\mu_{noy}$ ) et de la phase solide de la couche microporeuse ( $k_s$  et  $\mu_s$ ). Le noyau est principalement constitué des cristaux de calcite dont les propriétés élastiques se trouvent dans la littérature : autour de 72 GPa et 31 GPa pour le module de compressibilité et de cisaillement (Bass, 1995). Ceci correspond à un module de Young  $E = 81$  GPa et à un coefficient de Poisson  $\nu = 0,31$ .

Les résultats d'essai de nano-indentation (cf. §3.3) ont montré une variation du module de Young  $E$  comprise entre 50 GPa et 80 GPa dans la zone intérieure de la phase solide. Cette zone pourrait représenter le noyau de calcite dans notre modèle. La dispersion pourrait venir d'une part de la présence des impuretés et d'autre part de la microporosité occluse dans le noyau. Les valeurs moyennes de  $E_{noy} = 63$  GPa et  $\nu_{noy} = 0,32$  ont été retenues pour les calculs par la suite. Pour les grandeurs mécaniques, il nous reste  $k_s$  et  $\mu_s$  à définir.

Dans l'estimation du module de Young par nano-indentation, le choix d'un coefficient de Poisson  $\nu_{noy}$  entre 0,15 et 0,35 n'induit pas une variation significative de  $E$ , pourtant il entraîne une modification importante sur les valeurs des modules de compressibilité et de cisaillement. Le choix de  $\nu_{noy} = 0,32$  sera discuté par la suite. Les modules de compressibilité et de cisaillement correspondant sont respectivement de 58,3 et 23,9 GPa ( $k_{noy} = 58,3$  GPa et  $\mu_{noy} = 23,9$  GPa).

La phase solide de la couche microporeuse représente celle du ciment syntaxial et des lithoclastes. Dans notre approche, ses propriétés élastiques sont déterminées par analyse inverse. Le calcul est réalisé en deux étapes. La première consiste à déterminer les propriétés élastiques de la couche à l'échelle mésoscopique ( $k_c$  et  $\mu_c$ ) par l'équation (5.29) :

$$k_c = k_c(k_{noy}, \mu_{noy}, k_{ac}, \mu_{ac}, \rho, f); \quad \mu_c = \mu_c(k_{noy}, \mu_{noy}, k_{ac}, \mu_{ac}, \rho, f) \quad (5.38)$$

Dans (5.38),  $k_{ac}$  et  $\mu_{ac}$  sont les données macroscopiques issues des résultats des essais triaxiaux.  $k_{noy}$  et  $\mu_{noy}$  viennent être déterminés ci-dessus. La fraction volumique de l'espace mésoporeux  $f$  est calculée par (5.6) en fonction de  $\Phi$  et  $\eta_f$ . Le paramètre  $\rho$  qui apparaît dans l'équation (5.15), dépend de la fraction volumique de la phase mésoporeuse  $f$  et de celle de la couche microporeuse ( $f_c$ ). On rappelle ici que :

$$f = \Phi \eta_f \text{ et } (1 + \rho)^3 - 1 = f_c / (1 - f - f_c) \quad (5.39)$$

La deuxième étape est de déterminer les propriétés élastiques de la phase solide de la couche microporeuse. A l'échelle microscopique, elles sont obtenues en résolvant deux équations (5.30) et (5.31). Elles sont en fonction des propriétés homogénéisées ( $k_c$  et  $\mu_c$ ) et de la porosité ( $\phi$ ) de ce milieu :

$$k_s = k_s(k_c, \mu_c, \phi); \quad \mu_s = \mu_s(k_c, \mu_c, \phi) \quad (5.40)$$

$$\phi = f_{cp}/f_c = \frac{(1 - \eta_f)\Phi}{f_c} \quad (5.41)$$

Le point sensible de l'analyse inverse vient du fait que les paramètres géométriques intrinsèques ( $\eta_f$  et  $f_c$ ) contiennent elles-mêmes des incertitudes. Ils sont estimés compris dans un intervalle (cf. §3.4). Les propriétés élastiques de la phase solide de la couche microporeuse ( $k_s$  et  $\mu_s$ ) varient donc en fonction des paramètres géométriques choisis ( $\eta_f$  et  $f_c$ ). Pour un choix de paramètre géométrique, on obtient les valeurs de  $k_s$  et  $\mu_s$ . Par construction, le calcul direct des modules macroscopiques ( $k_{ac}$  et  $\mu_{ac}$ ) à partir des ces deux derniers ( $k_s$  et  $\mu_s$ ) permet de capter les données expérimentales des échantillons à l'état intact. L'objectif est de déterminer les paramètres géométriques qui conduisent, par analyse inverse, à obtenir les modules  $k_s$  et  $\mu_s$  permettant de modéliser les modules élastiques macroscopiques des échantillons à l'état altéré ( $k_{ac}^a$  et  $\mu_{ac}^a$ ).

## 5.7 Application

Le modèle a pour but de modéliser l'évolution des propriétés mécaniques du calcaire d'Euville sous l'effet de l'altération chimique. Il met particulièrement l'accent sur le comportement de la couche microporeuse qui représente une zone d'interphase entre les grains. La présence de la microporosité dans ce milieu rend cette région plus souple en terme de propriétés mécaniques. L'altération chimique essentiellement localisée dans ce milieu (cf. §5.5) induit une diminution significative de ses propriétés mécaniques, conduisant à une chute importante des propriétés macroscopiques du matériau.

La difficulté dans notre approche est de déterminer les propriétés élastiques de la phase solide de la couche microporeuse ( $k_s$  et  $\mu_s$ ) considérées comme les propriétés intrinsèques du matériau. L'analyse inverse permet d'obtenir ces propriétés mais elle dépend explicitement du choix des paramètres d'entrée  $\eta_f$ ,  $f_c$ ,  $k_{noy}$  et  $\mu_{noy}$ . Dans lesquelles  $k_{noy}$  et  $\mu_{noy}$  sont respectivement de 58,3 GPa et 23,9 GPa et  $\eta_f$  et  $f_c$  sont généralement compris dans un intervalle de confiance (cf. §3.4). Dans cette partie, nous allons étudier l'impact des choix des paramètres d'entrée ( $\eta_f$  et  $f_c$ ) sur les résultats de la modélisation.

La figure 5.5 présente le schéma de calcul inverse pour la détermination des propriétés élastiques de la couche microporeuse. Les paramètres  $\eta_f$  et  $f_c$  sont les propriétés géométriques intrinsèques du matériau, respectivement compris entre 0,45 et 0,55 pour  $\eta_f$  et entre 0,26 et 0,32 pour  $f_c$ .  $k_{ex}^{moy}$ ,  $\mu_{ex}^{moy}$  et  $\Phi_{ex}^{moy}$  sont les valeurs moyennes des modules de compressibilité et de cisaillement macroscopiques obtenues par les essais triaxiaux ainsi que la porosité moyenne de l'ensemble des échantillons étudiés à l'état intact. Les données expérimentales donnent les valeurs moyennes de 20,2 GPa et 10,8 GPa pour respectivement les modules de compressibilité et de cisaillement macroscopiques ( $k_{ex}^{moy}=20,2$  GPa et  $\mu_{ex}^{moy}=10,8$  GPa). La valeur moyenne de la porosité par pesée de 17,6% est également retenue ( $\Phi_{ex}^{moy}=17,6\%$ ).

Le tableau 5.2 présente les résultats de calcul inverse pour déduire les propriétés élastiques

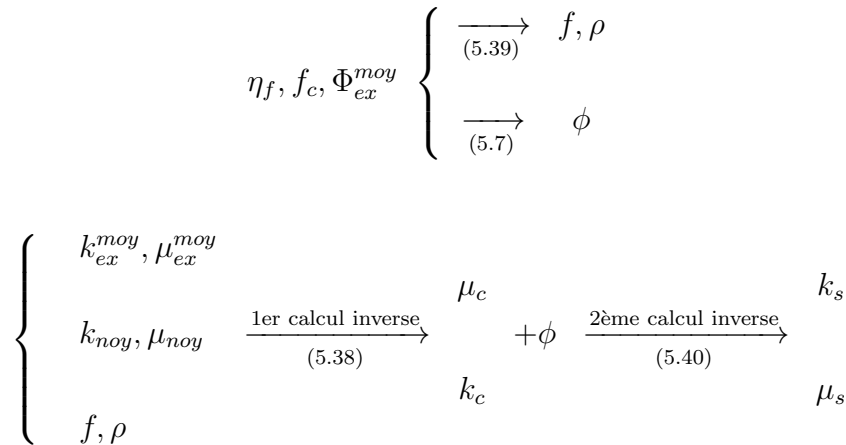


Figure 5.5 – Schéma de calcul inverse

de la phase solide de la couche microporeuse à partir des différents paramètres  $\eta_f$  et  $f_c$ . On note que les calculs ont été faits sur les valeurs de  $f_c$  et  $\eta_f$  comprises respectivement entre 0,26 et 0,32 et entre 0,45 et 0,55. On ne présente que, dans le tableau 5.2, les cas de  $f_c$  et  $\eta_f$  donnant les valeurs de  $k_s$  et  $\mu_s$  permettant de mieux capter les données expérimentales des échantillons à l'état altéré.

Cas	Données géométriques entrées		Données géométriques calculées			Données mécaniques sorties 1er calcul inverse				Données mécaniques sorties 2ème calcul inverse			
	$f_c$	$\eta_f$	$f$	$\rho$	$\phi$	$k_c$	$\mu_c$	$E_c$	$\nu_c$	$k_s$	$\mu_s$	$E_s$	$\nu_s$
1	0,26	0,45	0,079	0,116	0,373	7,6	4,1	10,3	0,27	76,1	14,5	40,9	0,41
2	0,26	0,5	0,088	0,118	0,339	8,0	4,3	10,9	0,27	43,7	12,4	34,0	0,37
3	0,27	0,45	0,079	0,122	0,351	7,9	4,2	10,7	0,27	58,5	13,8	38,4	0,39
4	0,27	0,5	0,088	0,124	0,326	8,3	4,5	11,4	0,27	38,5	12,1	32,9	0,36

Tableau 5.2 – Résultats obtenus par analyse inverse pour  $\Phi=0,176$ ,  $k_{noy}=58,3$  GPa,  $\mu_{noy}=23,9$  GPa

Les modules élastiques sont reportés en GPa. Pour différents choix des paramètres géométriques ( $\eta_f$  et  $f_c$ ), on obtient les valeurs différentes des modules élastiques homogénéisés ( $k_c$ ,  $\mu_c$ ) et des modules élastiques de la phase solide ( $k_s$ ,  $\mu_s$ ) de la couche microporeuse. On remarque que les modules de la phase solide se révèlent beaucoup plus sensibles que les modules homogénéisés dans la couche. L'enjeu est d'assurer un bon choix des paramètres géométriques intrinsèques donnant les modules ( $k_s$ ,  $\mu_s$ ) par l'analyse inverse permettant d'obtenir les résultats modélisés adaptés aux données expérimentales des échantillons à l'état altéré.

En supposant un comportement relativement homogène du calcaire d'Euville, nous considérons que  $k_s$ ,  $\mu_s$  sont des propriétés mécaniques intrinsèques de l'ensemble des échantillons étudiés.

Une fois les propriétés géométriques ( $f_c$  et  $\eta_f$ ) et géomécaniques ( $k_{noy}$ ,  $\mu_{noy}$ ,  $k_s$  et  $\mu_s$ ) du matériau bien définies, la porosité par pesée ( $\Phi$ ) reste la seule inconnue du modèle. On applique

le schéma de calcul direct pour estimer les propriétés macroscopiques (cf. Figure 5.6). Dans ce schéma, on détermine tout d'abord la porosité de la couche microporeuse ( $\phi$ ), la fraction volumique de l'espace mésoporeux ( $f$ ) et le paramètre  $\rho$ . Les propriétés élastiques homogénéisées de la couche ( $k_c$  et  $\mu_c$ ) sont ensuite obtenues en fonction de  $k_s$ ,  $\mu_s$  et  $\phi$  (cf. 5.33). En introduisant  $k_{noy}$ ,  $\mu_{noy}$ ,  $k_c$ ,  $\mu_c$ ,  $f$  et  $\rho$  dans l'expression (5.29), on obtient les propriétés élastiques macroscopiques modélisées des échantillons à l'état intact ( $k_{ac}$  et  $\mu_{ac}$ ).

$$\eta_f, f_c, \Phi \begin{cases} \xrightarrow{(5.39)} f, \rho \\ \xrightarrow{(5.7)} \phi \end{cases}$$

$$\left\{ \begin{array}{l} k_s \\ \mu_s \\ \phi \end{array} \right. \xrightarrow[\text{(5.33)}]{\text{1er calcul direct}} \begin{array}{l} k_c \\ \mu_c \end{array} + \begin{array}{l} k_{noy} \\ \mu_{noy} \end{array} + f, \rho \xrightarrow[\text{(5.29)}]{\text{2ème calcul direct}} \begin{array}{l} k_{ac} \\ \mu_{ac} \end{array}$$

Figure 5.6 – Schéma de calcul direct pour obtenir les modules élastiques macroscopiques à l'état intact

La figure 5.7 présente les résultats de la modélisation correspondant à chaque choix des paramètres géométriques intrinsèques du modèle en fonction de la porosité par pesée  $\Phi$ . Par construction, les modules macroscopiques modélisés restent dans le même ordre de grandeur pour un niveau de porosité donné.

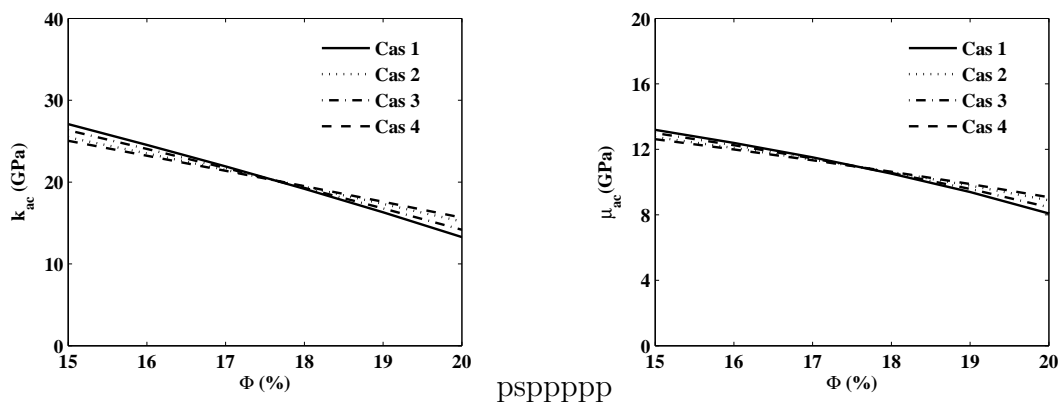


Figure 5.7 – Évolutions des propriétés élastiques macroscopiques prédits par le modèle pour différents choix des paramètres d'entrée en fonction de la porosité par pesée  $\Phi$

Dans le cas d'altération chimique, on a vu une augmentation d'environ 0,9% et 1,8% de la porosité par pesée à l'issue respectivement de trois et six cycles de traitement. Les modules élastiques macroscopiques mesurés à l'état altéré présentent une chute importante par rapport à ceux à l'état intact. Cette thèse vise à démontrer que la diminution des propriétés macro-

scopiques provient de la chute des propriétés mécaniques de la couche d'interphase induite par l'augmentation de la microporosité dans ce milieu.

L'étude de l'évolution de la microstructure sous l'effet de l'altération (cf. §3.2) a suggéré que l'altération chimique n'a pas induit un effet significatif sur l'espace mésoporeux intergranulaire dont la paroi est principalement constituée de zones microporeuses sur lesquelles agit l'altération. L'augmentation de la porosité totale se localise principalement dans l'espace microporeux de la couche d'interphase. C'est-à-dire que  $f$  et  $\rho$  sont inchangés par rapport au matériau intact après l'altération chimique et la porosité dans la couche après l'altération  $\phi_a$  est égale à  $\phi + \Delta\Phi/f_c$ .

$$\begin{array}{ccc}
 \eta_f, f_c, \Phi & \xrightarrow{(5.39)} & f, \rho \\
 \eta_f, f_c, \Phi, \Delta\Phi & \xrightarrow{(5.7) \text{ et } (5.36)} & \phi_a \\
 \left\{ \begin{array}{l} k_s \\ \mu_s \\ \phi_a \end{array} \right. & \xrightarrow[(5.33)]{\text{1er calcul direct}} & \begin{array}{c} k_c^a \\ \mu_c^a \end{array} + \begin{array}{c} k_{noy} \\ \mu_{noy} \end{array} + f, \rho & \xrightarrow[(5.29)]{\text{2ème calcul direct}} & \begin{array}{c} k_{ac}^a \\ \mu_{ac}^a \end{array}
 \end{array}$$

Figure 5.8 – Schéma de calcul direct pour obtenir les modules élastiques macroscopiques à l'état altéré

La figure 5.8 présente le schéma de calcul direct pour obtenir les propriétés élastiques macroscopiques des échantillons à l'état altéré. Les propriétés élastiques homogénéisées altérées de la couche ( $k_c^a$ ,  $\mu_c^a$ ) sont tout d'abord déduites à partir des propriétés élastiques du solide ( $k_s$  et  $\mu_s$ ) et de la porosité de la couche après l'altération ( $\phi_a$ ) avec  $\phi_a = \phi + \Delta\Phi/f_c$ . Les modules élastiques macroscopiques à l'état altéré sont obtenus en introduisant  $k_{noy}$ ,  $\mu_{noy}$ ,  $k_c^a$ ,  $\mu_c^a$ ,  $f$  et  $\rho$  dans (5.29).

Notre étude consiste, pour chaque choix des paramètres ( $\eta_f$  et  $f_c$ ), à modéliser le comportement des échantillons à différents niveaux d'altération (intact, 3 cycles, 6 cycles) et à les comparer aux résultats expérimentaux.

Les figures 5.9, 5.10, 5.11 et 5.12 comparent les résultats de la modélisation à ceux de l'expérience pour différents choix des paramètres d'entrée en fonction de la porosité par pesée ( $\Phi$ ) avant l'altération. On constate que l'analyse proposée conduit à une diminution importante des propriétés élastiques macroscopiques après altération. Les résultats de la modélisation issus du troisième cas semblent les plus pertinents pour capter les tendances expérimentales. Nous avons désormais à notre disposition un modèle morphologique avec les paramètres géométriques et mécaniques ( $f_c=0,27$ ,  $\eta_f=0,45$ ,  $k_s=58,5$  GPa et  $\mu_s=13,8$  GPa) donnant des prédictions satisfaisantes de l'élasticité.

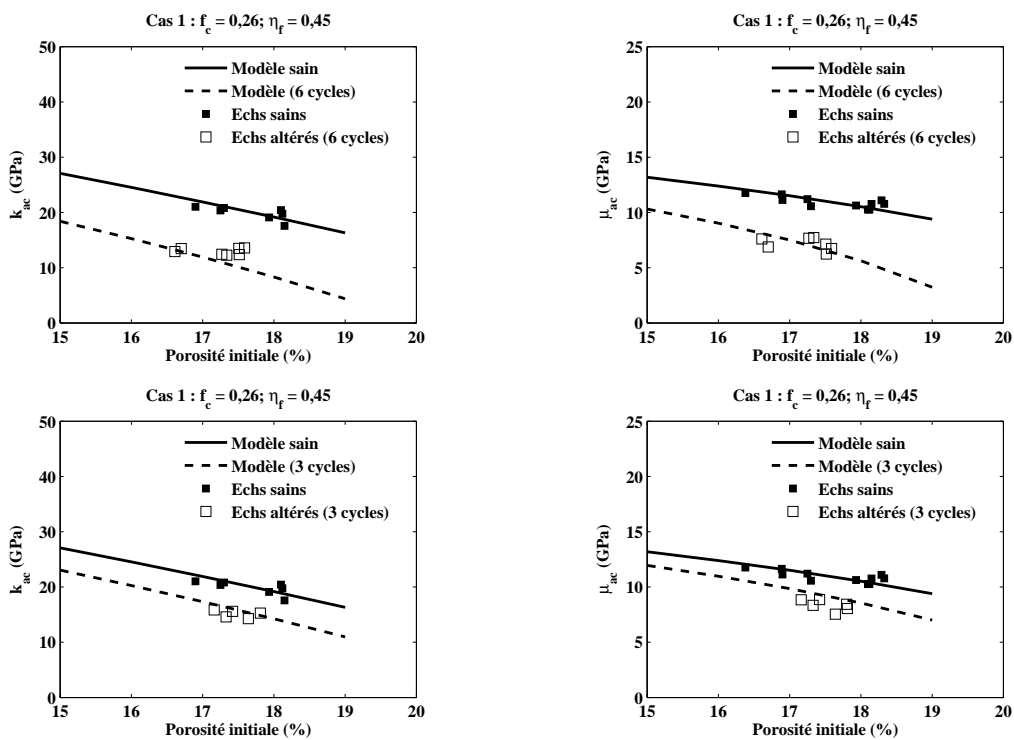


Figure 5.9 – Évolutions des propriétés élastiques macroscopiques pour le cas 1

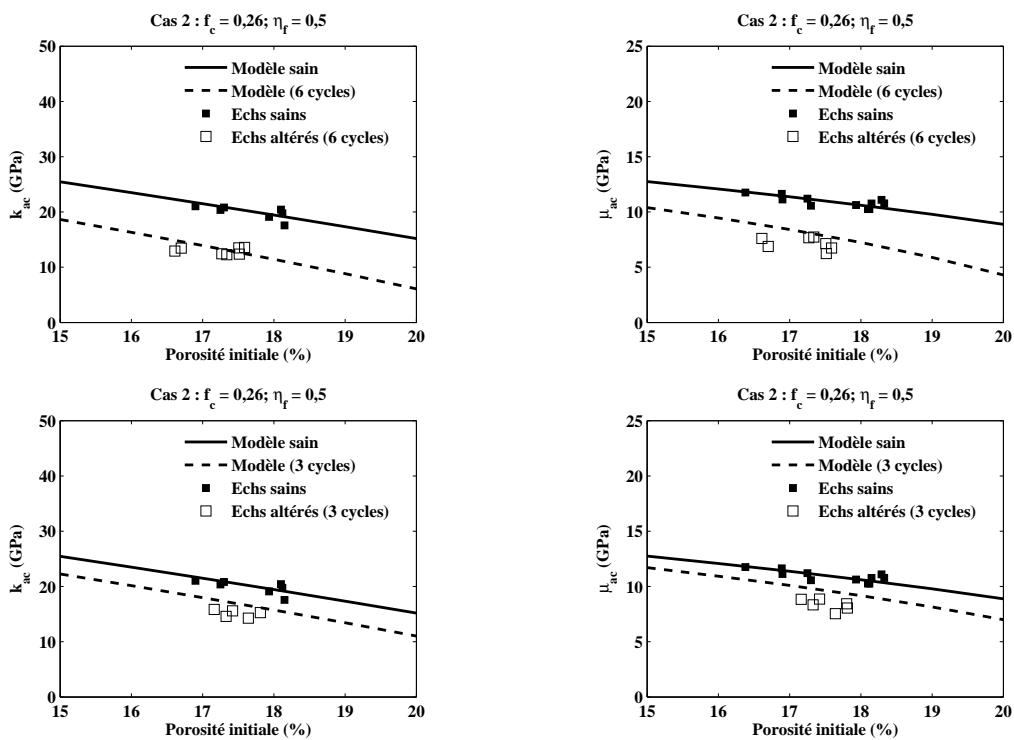


Figure 5.10 – Évolutions des propriétés élastiques macroscopiques pour le cas 2

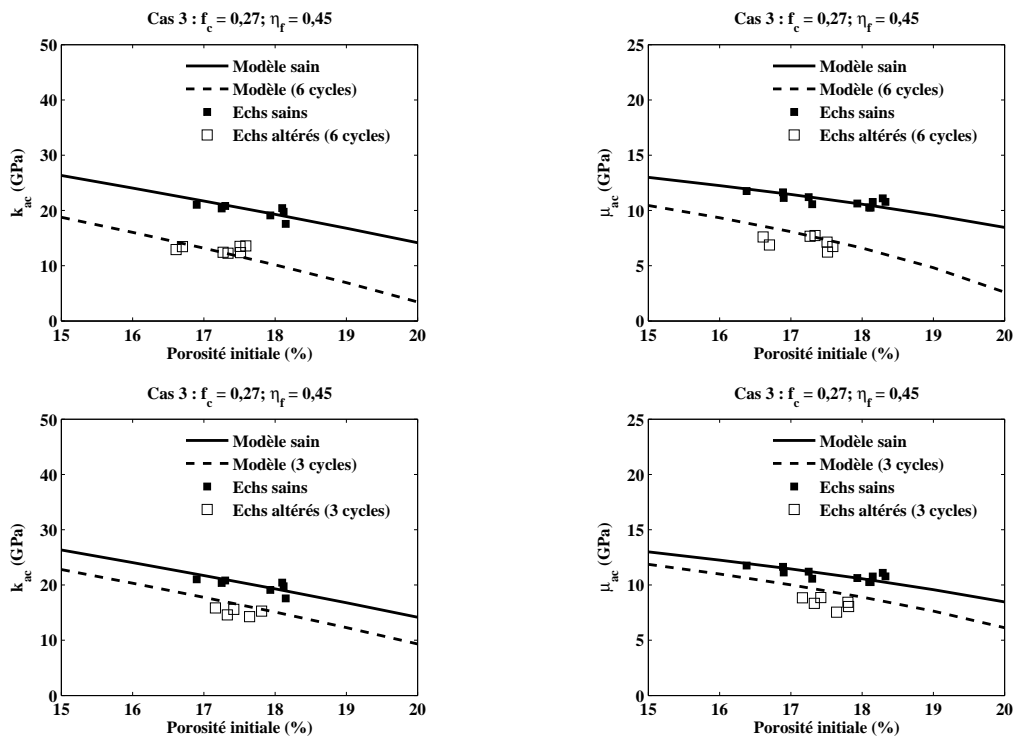


Figure 5.11 – Évolutions des propriétés élastiques macroscopiques pour le cas 3

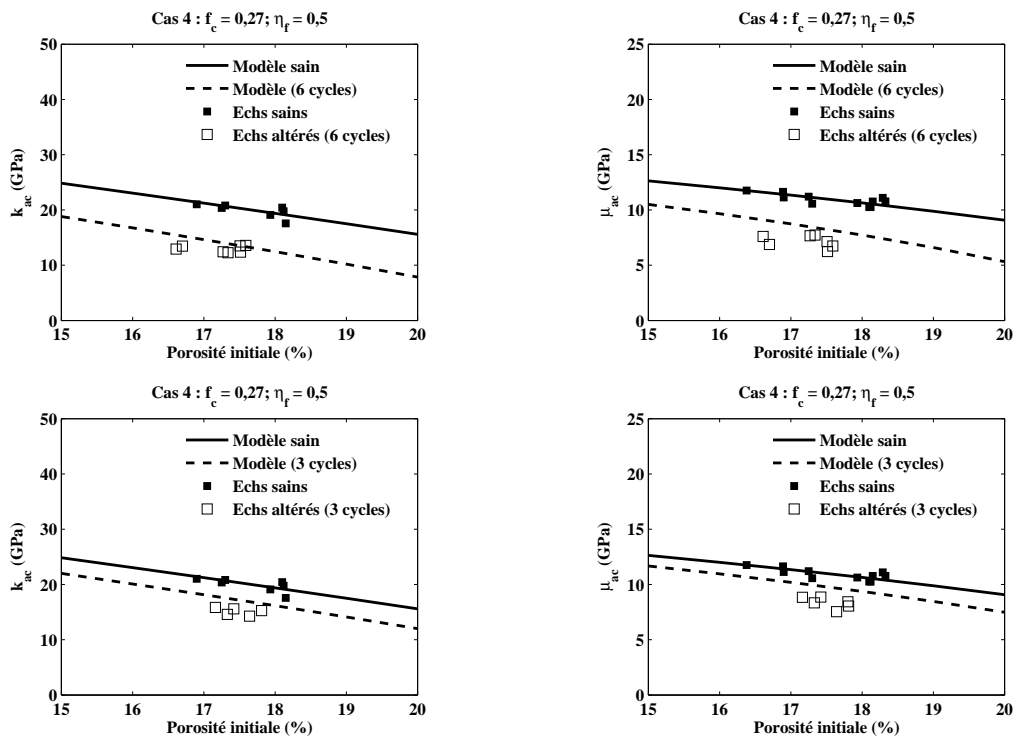


Figure 5.12 – Évolutions des propriétés élastiques macroscopiques pour le cas 4

## 5.8 Conclusion

On a développé un modèle micromécanique permettant d'estimer les propriétés élastiques macroscopiques ainsi que ses évolutions sous l'effet de l'altération chimique du calcaire d'Euville. Ce modèle, qui recourt à l'homogénéisation des milieux aléatoires, est basé sur un schéma d'homogénéisation intégrant des informations sur la morphologie de la roche. Ces informations sont essentiellement issues d'observations de la microstructure à plusieurs échelles et par divers moyens technologiques. Les données nécessaires pour alimenter ce type de modèle ont une double nature : géométrique et mécanique. Les grandeurs géométriques sont principalement les fractions volumiques des différentes phases. Elles sont effectivement difficiles à déterminer par notre moyen technique. La méthode d'analyse d'image proposée est simple mais permet de donner un ordre de grandeur des paramètres géométriques recherchés. Les grandeurs mécaniques sont obtenus d'une part par les techniques de nano-indentation en prenant en compte quelques hypothèses provenant de la technique et d'autre part par analyse inverse.

L'analyse inverse joue un rôle important dans le déroulement de calcul de notre modèle. Elle permet d'obtenir, en première étape, les propriétés élastiques homogénéisées de la couche et, en deuxième étape, les propriétés élastiques de la phase solide de cette région. Le point sensible dans notre approche est de fournir des bons paramètres d'entrée : géométrique ( $\eta_f$  et  $f_c$ ) et mécanique ( $k_{noy}$  et  $\mu_{noy}$ ) pour alimenter le calcul inverse afin d'obtenir des modules élastiques ( $k_s$  et  $\mu_s$ ) qui servent à bien modéliser l'évolution des propriétés élastiques sous l'effet de l'altération chimique. Le choix d'un coefficient de Poisson du noyau de calcite  $\nu_{noy}=0,32$  n'est pas par hasard. On a testé plusieurs valeurs de  $\nu_{noy}$  situées entre 0,2 à 0,35 pour calculer  $k_{noy}$  et  $\mu_{noy}$  conduisant à obtenir ( $k_s$  et  $\mu_s$ ) permettant de modéliser l'évolution des propriétés élastiques macroscopiques sous l'effet de l'altération chimique.

Le schéma auto-cohérent avec les grains composites comportant un noyau entouré par une couche d'interphase microporeuse semble fournir une représentation morphologique adaptée à la microstructure du calcaire d'Euville étudié. On obtient un bon accord satisfaisant entre les résultats de la modélisation et les données expérimentales.



# Chapitre 6

## Résistance du calcaire d'Euville

### Sommaire

---

<b>6.1</b>	<b>Problème élastique linéaire . . . . .</b>	<b>162</b>
6.1.1	Moyenne quadratique des déformations . . . . .	163
6.1.2	Dérivation des modules homogénéisés par rapport à $\mu_c$ et $k_c$ . . . . .	164
<b>6.2</b>	<b>Critère de von Mises . . . . .</b>	<b>166</b>
6.2.1	Homogénéisation à l'échelle microscopique . . . . .	166
6.2.2	Homogénéisation à l'échelle mésoscopique . . . . .	167
6.2.3	Application . . . . .	170
6.2.4	Conclusion . . . . .	175
<b>6.3</b>	<b>Critère de Drucker Prager . . . . .</b>	<b>177</b>
6.3.1	Homogénéisation à l'échelle microscopique . . . . .	177
6.3.2	Homogénéisation à l'échelle mésoscopique . . . . .	177
6.3.3	Critère macroscopique . . . . .	186
6.3.4	Application . . . . .	188
6.3.5	Conclusion . . . . .	194

---



Cette partie est consacrée à l'étude de la résistance à la rupture du calcaire d'Euville. Le modèle morphologique reste celui qui a été validé en élasticité au chapitre 6 : un schéma auto-cohérent dont les particules solides sont les grains composites constitués d'un noyau entouré par une couche d'interphase microporeuse. Le critère de rupture d'un milieu est déterminé en connaissant le critère de rupture de chaque composant. Dans la description de notre morphologie, la couche microporeuse possède une résistance moindre que celle du noyau de calcite. Il est ainsi attendu qu'elle atteigne l'état critique de contrainte tandis que le noyau de calcite reste dans le domaine élastique. Pour simplifier, nous poursuivons par la suite dans l'hypothèse que le noyau de calcite est infiniment résistant. Avec cette description, l'homogénéisation est menée en deux étapes : la première est l'homogénéisation à l'échelle de la couche microporeuse (échelle microscopique) constituée par une phase solide et une phase poreuse, la seconde est l'homogénéisation à l'échelle de l'échantillon (échelle mésoscopique) en considérant que le matériau est un milieu poreux comportant les grains composites et les mésopores. On envisage deux critères de rupture pour la phase solide de la couche microporeuse.

- le critère de von Mises  $f(\tilde{\boldsymbol{\sigma}}) = \tilde{J}_2 - C^2$  ;
- le critère de Drucker Prager  $f(\tilde{\boldsymbol{\sigma}}) = \alpha(\frac{1}{3}\text{tr}(\tilde{\boldsymbol{\sigma}}) - h) + \sqrt{\tilde{J}_2}$  ;

La description de deux échelles d'homogénéisation est présentée dans la figure 6.1.

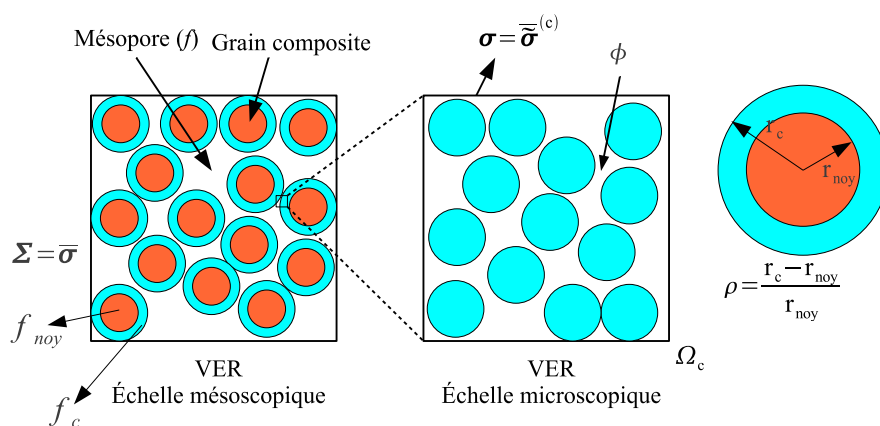


Figure 6.1 – Description multiéchelle d'homogénéisation

La solution de ce problème est inspirée par le travail (Dormieux et al., 2007). Elle met en œuvre une technique d'homogénéisation non linéaire de type sécante modifiée (Suquet, 1997).

Le tableau 7.1 rappelle les définitions des paramètres géométriques utilisés dans le modèle.

Échelle mésoscopique	
Notation	Définition
$f_{noy}$	fraction volumique du noyau
$f_c$	fraction volumique de la couche microporeuse
$f$	fraction volumique de l'espace mésoporeux intergranulaire
$f_{noy} + f_c + f = 1$	
$f_{cp}$	fraction volumique de l'espace microporeux
$\Phi$	porosité par pesée, $\Phi = f_{cp} + f$
$\eta_c$	$f_{cp}/\Phi$
$\eta_f$	$f/\Phi$
$\rho$	$(r_c - r_{noy})/r_{noy}$ , $(1 + \rho)^3 - 1 = f_c/(1 - f - f_c)$
Échelle microscopique	
$\phi$	porosité de la couche microporeuse, $\phi = f_{cp}/f_c = (1 - \eta_f)/f_c$

Tableau 6.1 – Définitions des paramètres géométriques

## 6.1 Problème élastique linéaire

La technique nécessite au préalable de résoudre un problème d'homogénéisation linéaire et en particulier, de produire des estimations des moyennes quadratiques des déformations dans la couche microporeuse. Il est utile, maintenant, de déterminer les modules élastiques homogénéisés dans l'hypothèse que le noyau est infiniment résistant. Les équations (5.25) et (5.28) deviennent :

$$k_{ac} = \frac{4(1-f)\mathcal{F}\mu_{ac}}{3(4\kappa\mu_{ac} + f\mathcal{F})} \text{ avec } \mathcal{F} = 3k_c(1+\rho)^3 + 4\mu_c, \quad \kappa = \rho(3+3\rho+\rho^2) \quad (6.1)$$

$$Y_1(\mu_{ac})^3 + Y_2(\mu_{ac})^2 + Y_3\mu_{ac} + Y_4 = 0 \quad (6.2)$$

où  $Y_1$ ,  $Y_2$ ,  $Y_3$  et  $Y_4$  sont des fonctions polynomiales de  $k_c$ ,  $\mu_c$ ,  $\rho$  et  $f$ .  $k_c$  et  $\mu_c$  sont les propriétés élastiques de la couche à l'échelle mésoscopique. Dans l'approche d'homogénéisation non-linéaire, les solutions analytiques  $k_{ac}$  et  $\mu_{ac}$  ainsi que leurs dérivées par rapport à  $k_c$  et  $\mu_c$  sont nécessaires. C'est la raison pour laquelle, on utilise le développement limité de (6.2) du voisinage de  $\rho = 0$  pour une simplification de l'équation (6.2). La résolution numérique de l'équation (6.2) montre que la solution  $\mu_{ac}$  est proportionnelle à  $1/\rho$ . Introduisant donc  $\mu_{ac} = \mu_{ac}^0/\rho + O(\rho^0)$  dans (6.2) puis faisant un développement limité au voisinage de zéro à l'ordre 1 de  $\rho$ , l'équation (6.2) se simplifie :

$$384(\mu_{ac}^0)^3 + B(\mu_{ac}^0)^2 + C\mu_{ac}^0 + D = 0 \quad (6.3)$$

où

$$\begin{aligned} B &= 48(2+3f)k_c + 32(1+15f)\mu_c \\ C &= 2(3k_c+4\mu_c)((-1+3f)3k_c + (-7+18f)2\mu_c) \\ D &= -(1-2f)\mu_c(3k_c+4\mu_c)^2 \end{aligned} \quad (6.4)$$

Il est important de souligner le fait que  $\rho \ll 1$  (couche mince) nous permet de réaliser ce développement. La résolution de cette équation nous donne une solution positive de  $\mu_{ac}^0$ . Le module de cisaillement homogénéisé  $\mu_{ac}$  est enfin égal à  $\mu_{ac}^0/\rho$ .

### 6.1.1 Moyenne quadratique des déformations

On introduit maintenant la moyenne quadratique des champs de déformation déviatorique et sphérique dans la couche microporeuse (Dormieux et al., 2006) à l'échelle mésoscopique. On introduit tout d'abord la notion de déformation déviatorique équivalente :

$$\epsilon_d^2 = \frac{1}{2} \epsilon_d : \epsilon_d \quad (6.5)$$

où  $\epsilon_d$  est la partie déviatorique du tenseur de déformation :

$$\epsilon_d = \epsilon - \frac{1}{3} \text{tr}(\epsilon) \mathbf{1} \quad (6.6)$$

Les moyennes quadratiques des déformations déviatorique et sphérique de la couche microporeuse s'écrivent :

$$\overline{\epsilon_d^2}^{(c)} = \frac{1}{\Omega_c} \int_{\Omega_c} \epsilon_d^2 dV \quad (6.7)$$

$$\overline{\epsilon_v^2}^{(c)} = \frac{1}{\Omega_c} \int_{\Omega_c} \epsilon_v^2 dV, \text{ avec } \epsilon_v = \text{tr}(\epsilon) \quad (6.8)$$

La dépendance de ces quantités par rapport au chargement macroscopique a été identifiée par Kreher (Kreher, 1990). On rappelle brièvement le principe du raisonnement. Du point de vue microscopique, l'énergie élastique normalisée  $\psi$  du VER s'écrit sous la forme :

$$\psi = \frac{1}{2\Omega} \left( \int_{\Omega_{noy}} \epsilon : \mathbb{C}_{noy} : \epsilon dV + \int_{\Omega_c} \epsilon : \mathbb{C}_c : \epsilon dV \right) \quad (6.9)$$

En dérivant cette énergie par rapport à  $\mu_c$ , on obtient :

$$\frac{\partial \psi}{\partial \mu_c} = \frac{1}{2\Omega} \left( \int_{\Omega_{noy}} \frac{\partial}{\partial \mu_c} (\epsilon : \mathbb{C}_{noy} : \epsilon) dV + \int_{\Omega_c} \frac{\partial}{\partial \mu_c} (\epsilon : \mathbb{C}_c : \epsilon) dV \right) \quad (6.10)$$

soit

$$\Omega \frac{\partial \psi}{\partial \mu_c} = \int_{\Omega} \boldsymbol{\sigma} : \frac{\partial \epsilon}{\partial \mu_c} dV + \frac{1}{2} \int_{\Omega_c} \epsilon : \frac{\partial}{\partial \mu_c} (\mathbb{C}_c) : \epsilon dV \quad (6.11)$$

où l'on a utilisé que  $\boldsymbol{\sigma} = 0$  dans les mésopores. Le champ de déformation  $\partial \epsilon(\underline{z}) / \partial \mu_c$  est cinématiquement admissible avec une déformation macroscopique nulle et  $\boldsymbol{\sigma}(\underline{z})$  est statiquement admissible avec  $\boldsymbol{\Sigma}$ . En appliquant le lemme de Hill, on obtient :

$$\int_{\Omega} \boldsymbol{\sigma} : \frac{\partial \epsilon}{\partial \mu_c} dV = 0 \quad (6.12)$$

L'équation (6.10) devient donc :

$$\frac{\partial \psi}{\partial \mu_c} = \frac{1}{2\Omega} \int_{\Omega_c} \epsilon : \frac{\partial}{\partial \mu_c} (\mathbb{C}_c) : \epsilon dV = \frac{1}{\Omega} \int_{\Omega_c} \epsilon : \mathbb{K} : \epsilon dV = f_c \overline{\epsilon : \mathbb{K} : \epsilon}^{(c)} = f_c \overline{\epsilon_d : \epsilon_d}^{(c)} \quad (6.13)$$

Avec  $\epsilon_d = \epsilon : \mathbb{K}$

Du point de vue macroscopique  $\psi$  est écrit sous la forme :

$$\psi = \frac{1}{2} \mathbf{E} : \mathbb{C}^{hom} : \mathbf{E} = \frac{1}{2} \Sigma : (\mathbb{C}^{hom})^{-1} : \Sigma \quad (6.14)$$

La dérivation de  $\psi$  par rapport à  $\mu_c$  à  $\mathbf{E}$  fixé donne :

$$\frac{\partial \psi}{\partial \mu_c} = -\frac{1}{2} \Sigma : \frac{\partial}{\partial \mu_c} (3k^{hom} \mathbb{J} + 2\mu^{hom} \mathbb{K})^{(-1)} : \Sigma$$

soit :

$$\frac{\partial \psi}{\partial \mu_c} = -\left( \frac{1}{2} \frac{\partial}{\partial \mu_c} (k^{hom})^{-1} \Sigma_m^2 + \frac{1}{2} \frac{\partial}{\partial \mu_c} (\mu^{hom})^{-1} \Sigma_d^2 \right) \quad (6.15)$$

avec  $\Sigma_m = \frac{1}{3} \text{tr}(\Sigma)$  et  $\Sigma_d = \sqrt{\frac{1}{2} \Sigma_d : \Sigma_d}$ .

En combinant (6.13) et (6.15), on obtient :

$$4f_c \overline{\epsilon_d^{(c)}} = -\left( \frac{\partial}{\partial \mu_c} (k^{hom})^{-1} \Sigma_m^2 + \frac{\partial}{\partial \mu_c} (\mu^{hom})^{-1} \Sigma_d^2 \right) \quad (6.16)$$

En procédant de la même manière, la relation entre la moyenne quadratique de la déformation sphérique et le chargement macroscopique possède la forme :

$$f_c \overline{\epsilon_v^{(c)}} = -\left( \frac{\partial}{\partial k_c} (k^{hom})^{-1} \Sigma_m^2 + \frac{\partial}{\partial k_c} (\mu^{hom})^{-1} \Sigma_d^2 \right) \quad (6.17)$$

### 6.1.2 Dérivation des modules homogénéisés par rapport à $\mu_c$ et $k_c$

On cherche dans cette partie à déterminer les dérivées de  $\mu_{ac}$  et  $k_{ac}$  par rapport à  $\mu_c$  et  $k_c$ . Pour simplifier, on note  $\partial_\mu \Delta = \partial \Delta / \partial \mu_c$  et  $\partial_k \Delta = \partial \Delta / \partial k_c$ . La dérivation de l'équation (6.3) par rapport à  $\mu_c$  s'écrit :

$$\partial_\mu \mu_{ac}^0 \left( 1152(\mu_{ac}^0)^2 + 2B\mu_{ac}^0 + C \right) + \left( \partial_\mu B(\mu_{ac}^0)^2 + \partial_\mu C\mu_{ac}^0 + \partial_\mu D \right) = 0 \quad (6.18)$$

Alors :

$$\partial_\mu \mu_{ac}^0 = -\frac{\partial_\mu B(\mu_{ac}^0)^2 + \partial_\mu C\mu_{ac}^0 + \partial_\mu D}{1152(\mu_{ac}^0)^2 + 2B\mu_{ac}^0 + C} \quad (6.19)$$

où

$$\begin{aligned} \partial_\mu B &= 480f + 32 \\ \partial_\mu C &= 36k_c(-3 + 8f) + 32\mu_c(-7 + 18f) \\ \partial_\mu D &= -(1 - 2f)3(k_c + 4\mu_c)(3k_c + 4\mu_c) \end{aligned} \quad (6.20)$$

On obtient donc :

$$\partial_\mu \mu_{ac} = \frac{\partial_\mu \mu_{ac}^0}{\rho} = -\frac{1}{\rho} \left( \frac{\partial_\mu B(\mu_{ac}^0)^2 + \partial_\mu C\mu_{ac}^0 + \partial_\mu D}{1152(\mu_{ac}^0)^2 + 2B\mu_{ac}^0 + C} \right) \quad (6.21)$$

En dérivant l'équation (6.1) par rapport à  $\mu_c$ , on obtient  $\partial_\mu k_{ac}$  :

$$\partial_\mu k_{ac} = (1 - f) \frac{4}{3} \frac{f \mathcal{F}^2 \partial_\mu \mu_{ac} + 16\kappa(\mu_{ac})^2}{(4\kappa\mu_{ac} + f \mathcal{F})^2} \quad (6.22)$$

où  $\mathcal{F} = 3k_c(\rho + 1)^3 + 4\mu_c$  et  $\kappa = \rho(3 + 3\rho + \rho^2)$ .

Pour déterminer  $\partial_\mu \mu_{ac}$  et  $\partial_\mu k_{ac}$ , il convient maintenant de chercher la solution  $\mu_{ac}^0$  du problème (6.3). Introduisant  $k_c = \chi\mu_c$  dans (6.3) on obtient :

$$384\left(\frac{\mu_{ac}^0}{\mu_c}\right)^3 + B_1\left(\frac{\mu_{ac}^0}{\mu_c}\right)^2 + C_1\left(\frac{\mu_{ac}^0}{\mu_c}\right) + D_1 = 0 \quad (6.23)$$

où

$$\begin{aligned} B_1 &= 32(15f + 1) + 48\chi(2 + 3f) \\ C_1 &= 2(3\chi + 4)(3\chi(-1 + 3f) + 2(-7 + 18f)) \\ D_1 &= (2f - 1)(3\chi + 4)^2 \end{aligned} \quad (6.24)$$

Quelque soit la valeur de  $\chi$ , l'équation (6.23) n'a qu'une solution positive lorsque  $f < 1/2$ . La solution positive  $A(\chi, f)$  de (6.23) dépend de deux paramètres  $f$  et  $\chi$ . Dans lesquels  $f$  est la propriété géométrique du matériau. Le module  $\mu_{ac}^0$  est donc égal à  $A(\chi, f)\mu_c$ . Alors :

$$\mu_{ac} = \frac{A(\chi, f)\mu_c}{\rho} \quad (6.25)$$

Dans (6.25), une expression analytique de  $A(\chi, f)$  est théoriquement envisageable mais dans la pratique son expression est extrêmement lourde.

Lorsque  $\chi$  est connu, on peut déterminer la solution  $A(\chi, f)$  donnant  $\mu_{ac}^0 = A(\chi, f)\mu_c$ , ainsi que les dérivées de  $\mu_{ac}$  et  $k_{ac}$  par rapport à  $\mu_c$ . Introduisant  $\mu_{ac}^0 = A(\chi, f)\mu_c$ ,  $\mu_{ac} = \mu_{ac}^0/\rho$  et  $k_c = \chi\mu_c$  dans (6.1), (6.21) et (6.22), on obtient  $k_{ac}$ ,  $\partial_\mu \mu_{ac}$ ,  $\partial_\mu k_{ac}$  :

$$k_{ac} = \frac{4}{3}(1 - f) \frac{(3\chi(1 + \rho)^3 + 4)A(\chi, f)\mu_c/\rho}{4\kappa A(\chi, f)/\rho + f(3\chi(1 + \rho)^3 + 4)} \quad (6.26)$$

$\partial_\mu \mu_{ac}$ ,  $\partial_\mu k_{ac}$  sont des fonctions sans dimension qui dépendent uniquement de  $\chi$ ,  $f$  et  $\rho$ . Elles sont données dans l'annexe B, (B.4, B.7).

Lorsque  $\partial_\mu \mu_{ac}$ ,  $\partial_\mu k_{ac}$ ,  $k_{ac}$  et  $\mu_{ac}$  sont définis, on peut calculer  $\partial_\mu(1/\mu_{ac})$  et  $\partial_\mu(1/k_{ac})$  sous la forme :

$$\partial_\mu(1/\mu_{ac}) = -\frac{\partial_\mu \mu_{ac}}{(\mu_{ac})^2} = -\frac{\mathcal{B}_\mu}{(\mu_c)^2} \quad (6.27)$$

$$\partial_\mu(1/k_{ac}) = -\frac{\partial_\mu k_{ac}}{(k_{ac})^2} = -\frac{\mathcal{A}_\mu}{(\mu_c)^2} \quad (6.28)$$

Dans lesquelles  $\mathcal{B}_\mu$  et  $\mathcal{A}_\mu$  sont des fonctions sans dimension qui dépendent uniquement de  $\chi$ ,  $f$  et  $\rho$ . Ses expressions sont également données dans l'annexe B, (B.6, B.9).

En procédant de la même manière, on peut déterminer les dérivées de  $\mu_{ac}$  et  $k_{ac}$  par rapport à  $k_c$  ( $\partial_k \mu_{ac}$  et  $\partial_k k_{ac}$ ) sous la forme :

$$\partial_k \mu_{ac} = \frac{\partial_k \mu_{ac}^0}{\rho} = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial_k B(\mu_{ac}^0)^2 + \partial_k C \mu_{ac}^0 + \partial_k D}{1152(\mu_{ac}^0)^2 + 2B\mu_{ac}^0 + C} \quad (6.29)$$

$$\partial_k k_{ac} = (1 - f) \frac{4}{3} \frac{f \mathcal{F}^2 \partial_k \mu_{ac} + 12\kappa(1 + \rho)^3 (\mu_{ac})^2}{(4\kappa \mu_{ac} + f \mathcal{F})^2} \quad (6.30)$$

$\partial_k \mu_{ac}$  et  $\partial_k k_{ac}$  sont également des fonctions sans dimension qui dépendent uniquement de  $\chi$ ,  $f$  et  $\rho$  (cf. B.10, B.13). De manière similaire, on détermine  $\partial_k(1/\mu_{ac})$  et  $\partial_k(1/k_{ac})$  :

$$\partial_k(1/\mu_{ac}) = -\frac{\mathcal{B}_k}{(k_c)^2} \quad (6.31)$$

$$\partial_k(1/k_{ac}) = -\frac{\mathcal{A}_k}{(k_c)^2} \quad (6.32)$$

Dans lesquelles  $\mathcal{B}_k$  et  $\mathcal{A}_k$  sont des fonctions sans dimension de  $\chi$ ,  $f$  et  $\rho$ . On peut retrouver ses expressions dans l'annexe B, (B.12, B.14).

## 6.2 Critère de von Mises

Dans cette partie, on cherche à modéliser la résistance macroscopique du calcaire d'Euville dans le cas où le solide de la couche microporeuse est de type von Mises. On commence par déterminer le critère de résistance de la couche microporeuse. Son critère de rupture 'homogénéisé' dépend de sa porosité  $\phi$ . On donne ensuite une expression approchée du critère de rupture macroscopique. On compare enfin les résultats du modèle aux données expérimentales obtenues. On utilise les notations  $\tilde{\sigma}$ ,  $\sigma$  et  $\Sigma$  pour les contraintes aux échelles microscopique, mésoscopique et macroscopique.

### 6.2.1 Homogénéisation à l'échelle microscopique

Il s'agit de résoudre un problème d'homogénéisation non linéaire relatif à un milieu poreux dont le critère de la phase solide est celui de von Mises :

$$f(\tilde{\sigma}) = \tilde{J}_2 - C^2 \leq 0 \quad (6.33)$$

où  $C$  est la constante caractéristique de la résistance de la phase solide.

La résolution du problème met en place la technique d'homogénéisation non linéaire faisant appel à l'utilisation de la fonction d'appui  $\pi^s(\mathbf{d})$  (Leblond et al., 1994). La phase solide possède un comportement fictif visqueux et le schéma auto-cohérent a été utilisé. Le détail de cette technique a été présenté dans la section 4.4.6. Ce matériau fictif visqueux se comporte de manière incompressible. On rappelle ici le critère de résistance obtenu pour la couche microporeuse :

$$\frac{\phi(3-\phi)}{4(1-\phi)}(\sigma_m)^2 + (1-\frac{1}{3}\phi)(\sigma_d)^2 = C^2(1-\phi)(1-2\phi) \quad (6.34)$$

où  $\phi$  est la porosité de la couche microporeuse,

$$\sigma_m = \frac{1}{\Omega_c} \int_{\Omega_c} \frac{1}{3} \text{tr}(\tilde{\sigma}) dV, \quad \sigma_d = \sqrt{\frac{1}{2} \boldsymbol{\sigma}_d : \boldsymbol{\sigma}_d}, \quad \text{avec } \boldsymbol{\sigma}_d = \frac{1}{\Omega_c} \int_{\Omega_c} \tilde{\boldsymbol{\sigma}}_d dV \quad (6.35)$$

$\Omega_c$  représente le VER de la couche microporeuse à l'échelle microscopique.

A l'échelle de la couche microporeuse, ce critère est une ellipse dans le plan  $(\sigma_m, \sigma_d)$  dont le rapport d'aspect et la taille dépendent de la porosité de la couche ( $\phi$ ) et de la constante caractéristique  $C$ . La figure 6.2 présente l'évolution du domaine des contraintes admissibles de la couche microporeuse en fonction de la porosité de la couche. On observe que le domaine de résistance diminue avec l'augmentation de la porosité ( $\phi$ ). La résistance de la couche est réduite à zéro lorsque  $\phi = 0,5$ .

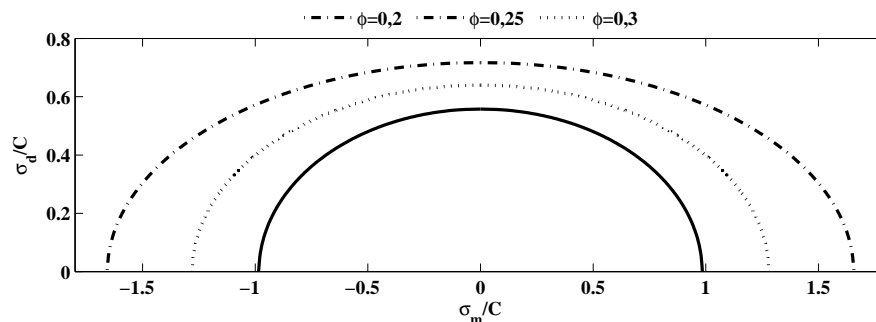


Figure 6.2 – Domaines de résistance de la couche microporeuse pour  $\phi=0,2, 0,25$  et  $0,3$

## 6.2.2 Homogénéisation à l'échelle mésoscopique

A l'échelle mésoscopique, la couche microporeuse est regardée de façon homogénéisée. Son critère de résistance est donné par (6.34). L'expression (6.34) peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\left(\frac{I_1}{L}\right)^2 + J_2 - T^2 \leq 0 \quad (6.36)$$

où

$$T = C\sqrt{\frac{(1-\phi)(1-2\phi)}{(3-\phi)/3}}, \quad L = \sqrt{\frac{12(1-\phi)}{\phi}} \quad (6.37)$$

La fonction d'appui de ce critère possède donc la forme suivante (Dormieux et al., 2006) :

$$\pi_c(\mathbf{d}) = 2T\sqrt{\frac{L^2}{36}I_1'^2 + J_2'} \quad (6.38)$$

On rappelle que l'indice  $c$  se rapporte à la couche microporeuse décrite à l'échelle mésoscopique. Le comportement visqueux fictif homogénéisé de la couche microporeuse est caractérisé par un tenseur sécant  $\mathbb{C}_c(I_1', J_2') = 3k_c(I_1', J_2')\mathbb{J} + 2\mu_c(I_1', J_2')\mathbb{K}$ , où :

$$k_c(I_1', J_2') = \frac{1}{I_1'} \frac{\partial \pi_c}{\partial I_1'}(I_1', J_2') \quad (6.39)$$

$$2\mu_c(I_1', J_2') = \frac{\partial \pi_c}{\partial J_2'}(I_1', J_2') \quad (6.40)$$

Soit

$$k_c(I'_1, J'_2) = T \frac{L^2/18}{\sqrt{J'_2 + L^2 I_1'^2/36}}, \quad 2\mu_c(I'_1, J'_2) = T \frac{1}{\sqrt{J'_2 + L^2 I_1'^2/36}} \quad (6.41)$$

Dans lesquels  $I'_1 = \text{tr}(\mathbf{d})$  et  $J'_2 = \frac{1}{2}\mathbf{d}_d : \mathbf{d}_d$  sont des première et deuxième invariants du tenseur taux de déformation  $\mathbf{d}$ .

Le rapport  $\chi$  est égal à :

$$\chi = \frac{k_c}{\mu_c} = \frac{L^2}{9} = \frac{4(1-\phi)}{3\phi} \quad (6.42)$$

Le problème à résoudre à l'échelle mésoscopique est formé par le système d'équations suivant :

$$\begin{aligned} \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}) &= \underline{\mathbf{0}} & (\Omega) & \quad (a) \\ \boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) &= \mathbb{C}(\underline{z}) : \mathbf{d}(\underline{z}) \begin{cases} \mathbb{C}(\underline{z}) = 0 & \Omega_f \\ \mathbb{C}(\underline{z}) = \infty & \Omega_{noy} \\ \mathbb{C}(\underline{z}) = \mathbb{C}_c(\mathbf{d}(\underline{z})) & \Omega_c \end{cases} & (\Omega) & \quad (b) \\ \underline{v} &= \mathbf{D} \cdot \underline{z} & (\partial\Omega) & \quad (c) \end{aligned} \quad (6.43)$$

Ce problème est formellement similaire à celui d'homogénéisation linéaire sauf que le tenseur de raideur  $\mathbb{C}_c(\mathbf{d})$  n'est pas uniforme. Il est une fonction explicite de taux de déformation  $\mathbf{d}(\underline{z})$  qui est hétérogène et dépend de taux de déformation macroscopique  $\mathbf{D}$ .

Pour résoudre ce problème, l'idée est de se ramener à un problème linéaire en remplaçant les champs hétérogènes  $\mathbb{C}_c(\mathbf{d}(\underline{z}))$  à l'intérieur de la couche microporeuse par des champs uniformes. On applique la méthode sécante modifiée (Suquet, 1997) qui consiste à introduire un taux de déformation effectif ou de *référence* défini comme une moyenne quadratique de  $\mathbf{d}(\underline{z})$  dans la couche microporeuse. Les déformations volumique et déviatorique de référence sont donc données par :

$$I_1^{r'2} = \overline{\text{tr}(\mathbf{d})^2}^{(c)} \quad \text{et} \quad J_2^{r'} = \overline{\frac{1}{2}\mathbf{d}_d : \mathbf{d}_d}^{(c)} \quad (6.44)$$

Le tenseur  $\mathbb{C}_c(\mathbf{d})$  dépend de nouveau de cet état de référence :  $\forall \underline{z} \in \Omega_c, \mathbb{C}_c(\mathbf{d}(\underline{z})) \approx \mathbb{C}_c(I_1^{r'}, J_2^{r'})$ .

Le problème à résoudre devient donc :

$$\begin{aligned} \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}) &= \underline{\mathbf{0}} & (\Omega) & \quad (a) \\ \boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) &= \mathbb{C}(\underline{z}) : \mathbf{d}(\underline{z}) \begin{cases} \mathbb{C}(\underline{z}) = 0 & \Omega_f \\ \mathbb{C}(\underline{z}) = \infty & \Omega_{noy} \\ \mathbb{C}(\underline{z}) = \mathbb{C}_c(I_1^{r'}, J_2^{r'}) \text{ uniforme} & \Omega_c \end{cases} & (\Omega) & \quad (b) \\ \underline{v} &= \mathbf{D} \cdot \underline{z} & (\partial\Omega) & \quad (c) \end{aligned} \quad (6.45)$$

La contrainte macroscopique  $\boldsymbol{\Sigma} = \overline{\boldsymbol{\sigma}}$  est déterminée sous la forme :

$$\boldsymbol{\Sigma} = \mathbb{C}_{ac}(\mathbf{D}) : \mathbf{D} \quad \text{avec} \quad \mathbb{C}_{ac} = 3k_{ac}\mathbb{J} + 2\mu_{ac}\mathbb{K} \quad (6.46)$$

$\mathbb{C}_{ac}$  dépend directement des propriétés effectives de la couche microporeuse ( $k_c$  et  $\mu_c$ ). Il s'agit d'une première étape de résolution d'un problème d'homogénéisation non linéaire.

La deuxième étape consiste à déterminer la relation entre les déformations de référence et le chargement macroscopique en utilisant les expressions (6.16) et (6.17) :

$$4f_c J_2^{r'} = - \left( \frac{\partial}{\partial \mu_c} (k_{ac})^{-1} \Sigma_m^2 + \frac{\partial}{\partial \mu_c} (\mu_{ac})^{-1} \Sigma_d^2 \right) \quad (6.47)$$

$$f_c I_1^{r'2} = - \left( \frac{\partial}{\partial k_c} (k_{ac})^{-1} \Sigma_m^2 + \frac{\partial}{\partial k_c} (\mu_{ac})^{-1} \Sigma_d^2 \right) \quad (6.48)$$

La dernière étape consiste à résoudre la non-linéarité du problème posé par (6.46), (6.47) et (6.48). La non-linéarité provient du fait que  $\mathbb{C}_{ac}$  dépend de  $I_1^{r'}$  et  $J_2^{r'}$  qui sont des fonctions du chargement macroscopique  $\mathbf{D}$ . La résolution de (6.46), (6.47) et (6.48) permet d'obtenir l'équation donnant l'estimation de la frontière de  $G^{hom}$ .

En remplaçant (6.27), (6.28), (6.31) et (6.32) dans (6.47) et (6.48) on aboutit à :

$$4f_c J_2^{r'} (\mu_c)^2 = \mathcal{A}_\mu \Sigma_m^2 + \mathcal{B}_\mu \Sigma_d^2 \quad (6.49)$$

$$f_c I_1^{r'2} (k_c)^2 = \mathcal{A}_k \Sigma_m^2 + \mathcal{B}_k \Sigma_d^2 \quad (6.50)$$

Alors :

$$\frac{I_1^{r'2}}{J_2^{r'}} \frac{1}{4} \left( \frac{k_c}{\mu_c} \right)^2 = \frac{\mathcal{A}_k \Sigma_m^2 + \mathcal{B}_k \Sigma_d^2}{\mathcal{A}_\mu \Sigma_m^2 + \mathcal{B}_\mu \Sigma_d^2} \quad (6.51)$$

Utilisant (6.41) conduit à :

$$\frac{I_1^{r'2}}{J_2^{r'}} \left( \frac{L^2}{18} \right)^2 = \frac{\mathcal{A}_k \Sigma_m^2 + \mathcal{B}_k \Sigma_d^2}{\mathcal{A}_\mu \Sigma_m^2 + \mathcal{B}_\mu \Sigma_d^2} \quad (6.52)$$

En remplaçant l'expression de  $\mu_c$  (6.41) dans l'expression (6.49), obtient :

$$f_c T^2 \frac{1}{1 + L^2/36(I_1^{r'2}/J_2^{r'})} = \mathcal{A}_\mu \Sigma_m^2 + \mathcal{B}_\mu \Sigma_d^2 \quad (6.53)$$

En remplaçant (6.52) dans (6.53), on aboutit au critère macroscopique sous la forme

$$\frac{(\Sigma_m)^2}{\mathcal{M}} + \frac{(\Sigma_d)^2}{\mathcal{N}} = f_c T^2 \quad (6.54)$$

où

$$\frac{1}{\mathcal{M}} = \left( \mathcal{A}_\mu + \frac{9\mathcal{A}_k}{L^2} \right) \text{ et } \frac{1}{\mathcal{N}} = \left( \mathcal{B}_\mu + \frac{9\mathcal{B}_k}{L^2} \right) \quad (6.55)$$

$$T = C \sqrt{\frac{(1-\phi)(1-2\phi)}{(1-\phi)/3}}, \quad L = \sqrt{\frac{12(1-\phi)}{\phi}} \quad (6.56)$$

Et  $\mathcal{M}$  et  $\mathcal{N}$  sont des fonctions de  $\phi$ ,  $f$  et  $\rho$ .

Ce critère est une ellipse dans le plan  $(\Sigma_m, \Sigma_d)$ , dont la taille dépend de la fraction volumique de chacune des phases dans le milieu et est proportionnelle à la résistance de la couche microporeuse. La figure 6.3 donne un exemple du domaine de résistance macroscopique en fonction

de la porosité par pesée  $\Phi$ . Cette dernière intervient dans le modèle via le paramètre  $f$  et  $\phi$  par les expressions suivantes :

$$f = \eta_f \Phi, \phi = \frac{(1 - \eta_f)\Phi}{f_c} \quad (6.57)$$

où  $f_c$  et  $\eta_f$  sont les paramètres géométriques intrinsèques du matériau qui sont déterminés dans la section 5.6. On rappelle également que :

$$(1 + \rho)^3 - 1 = f_c / (1 - f - f_c) \quad (6.58)$$

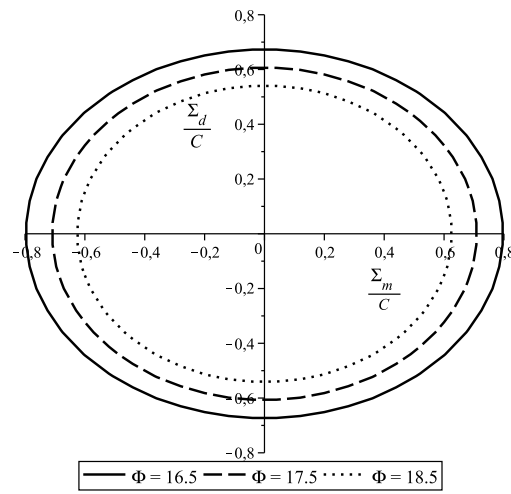


Figure 6.3 – Domaine de résistance macroscopique en fonction de la porosité par pesée ( $\Phi$ )

### 6.2.3 Application

L'approche a pour objectif de définir le domaine de résistance du calcaire d'Euville. L'analyse proposée est en théorie mieux adaptée à la description d'une rupture de type ductile. Cependant, les résultats expérimentaux montrent une évolution du comportement à la rupture des échantillons : d'une rupture fragile pour les faibles confinements à une rupture ductile pour les niveaux de confinement plus élevés. Dans cette partie, on présente tout d'abord en détail les résultats de la modélisation pour les échantillons testés à la pression de confinement effective la plus élevée (20 MPa). L'application du modèle dans le cas d'une pression de confinement plus faible sera ensuite étudiée.

Les paramètres géométriques intervenant explicitement dans (6.54) sont  $\rho$ ,  $f$  et  $\phi$ . Ils dépendent de la fraction volumique de chacune des phases dans le milieu. Ils sont calculés via les trois paramètres  $\Phi$ ,  $f_c$  et  $\eta_f$  (cf. 6.57). Dans lesquels  $f_c$ ,  $\eta_f$  (cf. Tableau 6.1) sont les propriétés géométriques intrinsèques du matériau et  $\Phi$  est la porosité par pesée de l'échantillon étudié. On rappelle que l'expression (6.57) n'est valable que pour calculer les propriétés géométriques des échantillons à l'état initial.

La résistance des échantillons à l'état intact est obtenue en introduisant  $C$ ,  $\rho$ ,  $f$  et  $\phi$  dans l'expression (6.54). Dans lesquels  $C$  est la propriété mécanique du matériau. On ne peut malheureusement pas la déterminer par notre dispositif expérimental qui n'accède qu'à l'échelle macroscopique. Une analyse inverse a été utilisée pour déterminer ce paramètre.

Échantillon	$\Phi$	$\Sigma_m$ (MPa)	$\Sigma_d$ (MPa)	$p'_c$ (MPa)	$C$ (MPa)
H15	0,181	36,2	48,2	20	99,5
H19	0,183	35,6	46,6	20	99

Tableau 6.2 – Données à la rupture des échantillons testés à 20 MPa de pression de confinement effective avec les valeurs de  $C$  obtenues par analyse inverse

Le tableau 6.2 synthétise les données à la rupture des échantillons testés à 20 MPa de pression de confinement effective à l'état intact ainsi que les valeurs de la constante  $C$  obtenues par analyse inverse. La rupture observée est typiquement de type ductile. Les paramètres géométriques intrinsèques du modèle sont ceux validés dans le chapitre précédent ( $f_c=0,27$  et  $\eta_f=0,45$ ). On peut trouver un rappel de ses définitions dans le tableau 6.1. La constante  $C$  de la phase solide de chaque échantillon a été déduite par l'expression (6.54). On souligne que les valeurs de  $C$  obtenues par analyse inverse sont très proches (cf. Tableau 6.2). On considère dans la suite la valeur 99 MPa comme la valeur de la constante  $C$  de la phase solide de la couche microporeuse pour l'ensemble des échantillons du calcaire d'Euville testés à ce niveau de confinement.

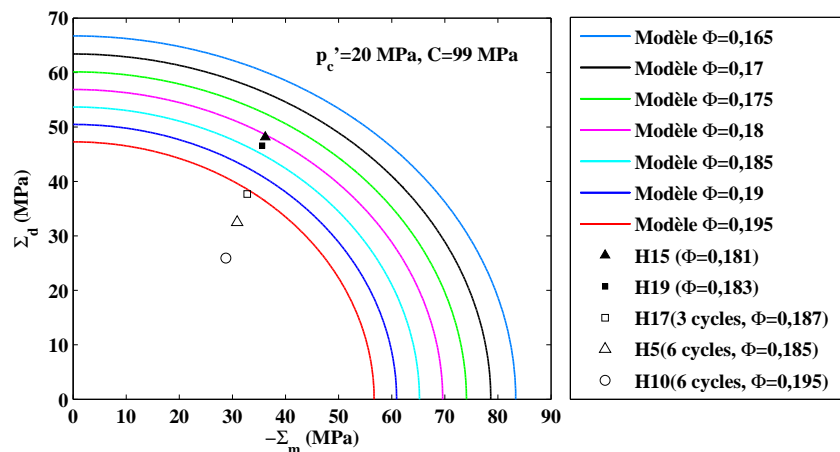


Figure 6.4 – Évolution du domaine de résistance en fonction de la porosité finale

La figure 6.4 présente l'évolution du domaine de résistance en fonction de la porosité par pesée ( $\Phi$ ) comprise entre 0,165 et 0,195. On applique l'expression (6.57) pour calculer la répartition des espaces mésoporeux et microporeux dans le milieu. Le tableau 6.3 donne les valeurs numériques de  $\rho$ ,  $\phi$  et  $f$  calculées pour  $\Phi$  variant entre 0,165 et 0,195. Les domaines de résistance sont obtenus en introduisant  $f$ ,  $\rho$ ,  $\phi$  et  $C$  dans l'expression (6.54). On constate

comme prévue que le domaine de résistance diminue avec l'augmentation de la porosité par pesée ( $\Phi$ ).

$\Phi$	$\eta_f$	$f_c$	$f$	$\phi$	$\rho$
0,165	0,450	0,270	0,074	0,336	0,122
0,17	0,450	0,270	0,077	0,346	0,122
0,175	0,450	0,270	0,079	0,356	0,123
0,18	0,450	0,270	0,081	0,367	0,123
0,185	0,450	0,270	0,083	0,377	0,123
0,19	0,450	0,270	0,086	0,387	0,124
0,195	0,450	0,270	0,088	0,397	0,124

Tableau 6.3 – Valeurs de  $\rho$ ,  $\phi$  et  $f$  calculées pour  $\Phi$  comprise entre 0,165 et 0,195

On place également, dans la figure 6.4, les données à la rupture de l'ensemble des échantillons intacts et altérés testés à 20 MPa de pression de confinement effective. On remarque que la résistance expérimentale des échantillons altérés est nettement plus faible que la résistance modélisée des échantillons de même niveau de porosité finale lorsqu'on applique la règle (6.57). Nous allons montrer à présent que les résultats expérimentaux peuvent être interprétés si l'intégration de la variation de  $\Phi$  est imputée à la couche microporeuse sans variation de  $f$ ,  $\rho$ .

Dans notre approche, la diminution de la résistance à la rupture des échantillons altérés est captée par la diminution de celle de la couche d'interphase microporeuse, qui est à l'origine de l'augmentation de la microporosité due à la dissolution chimique. L'étude de l'évolution de la microstructure sous l'effet de l'altération (cf. §3.2) a suggéré que l'altération chimique n'a pas induit un effet significatif sur l'espace mésoporeux intergranulaire dont la paroi est principalement constituée de zones microporeuses sur lesquelles agit l'altération. C'est-à-dire que  $f$  et  $\rho$  sont inchangés par rapport au matériau intact après l'altération chimique et la porosité dans la couche après l'altération  $\phi_a$  est égale à  $\phi + \Delta\Phi/f_c$ .

Pour modéliser le domaine de résistance des échantillons altérés, il suffit d'introduire les valeurs de  $\rho$ ,  $f$ ,  $C$ , et de remplacer  $\phi$  par  $\phi_a$  dans l'expression (6.54).

Le tableau 6.4 synthétise les données à la rupture des échantillons altérés testés à 20 MPa de pression de confinement effective avec leurs porosités avant et après l'altération.

Échantillon	$\Phi$	$f$	$\phi$	$\Delta\Phi$	$\phi_a$	$\Sigma_m$ (MPa)	$\Sigma_d$ (MPa)
H17	0,177	0,079	0,361	0,009	0,394	32,8	37,7
H5	0,166	0,075	0,338	0,019	0,409	30,9	32,5
H10	0,176	0,079	0,358	0,019	0,429	28,8	25,9

Tableau 6.4 – Données à la rupture des échantillons altérés testés à 20 MPa de pression de confinement effective

On compare, dans la figure 6.5, les données à la rupture des échantillons altérés aux résultats du modèle. On constate un accord satisfaisant entre les données expérimentales et les résultats de la modélisation.

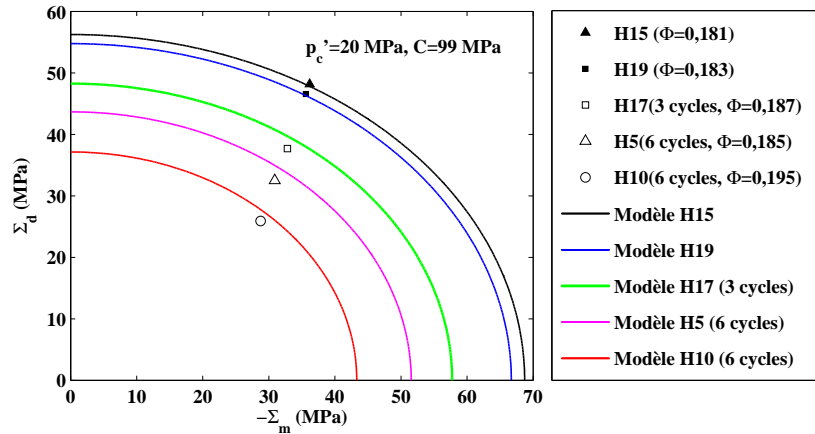


Figure 6.5 – Évolution du domaine de résistance macroscopique en fonction de la porosité  $\Phi$

On poursuit dans l'application du modèle proposé à la modélisation du domaine de résistance des échantillons testés aux niveaux de confinement effectifs plus faibles (16 MPa, 12,5 MPa et 5 MPa). Le tableau 6.5 synthétise les données à la rupture de l'ensemble des échantillons intacts testés à 16 MPa, 12,5 MPa et 5 MPa de pression de confinement effective ainsi que les valeurs de  $C$  obtenues par analyse inverse. On constate que  $C$  évolue avec l'augmentation de confinement, mais ses valeurs restent proches pour un niveau de confinement donné. Le fait que  $C$  ne soit pas une grandeur intrinsèque, mais qu'elle varie en fonction du confinement sera une motivation pour étudier l'hypothèse que la phase solide de la couche microporeuse est un matériau de type Drucker-Prager. On garde pour l'instant la valeur moyenne de  $C$  comme le paramètre mécanique pour le modèle pour chaque niveau de confinement étudié.

Échantillon	$\Phi$	$\Sigma_m$ (MPa)	$\Sigma_d$ (MPa)	$p'_c$ (MPa)	$C$ (MPa)
B35	0,169	33,8	53,1	16,0	93
B26	0,179	31,6	46,6	16,0	93
B6	0,172	28,3	47,4	12,5	86,5
B12	0,180	27,4	44,2	12,5	85,5
B18	0,172	18,7	40,9	5,0	70
H1	0,179	17,1	36,3	5,0	68

Tableau 6.5 – Données à la rupture des échantillons intacts testés à 16 MPa, 12,5 MPa et 5 MPa de pression de confinement effective

Le domaine de résistance des échantillons altérés est déduit en introduisant les valeurs de  $\rho$ ,  $f$ ,  $C$ , et  $\phi_a$  dans l'expression (6.54). Le tableau 6.6 donne les données à la rupture des échantillons altérés avec leurs porosités intactes et altérées. La figure 6.6 présente les résistances modélisées des échantillons intacts et altérés testés à trois niveaux de confinement effectifs différents : 16 MPa, 12,5 MPa et 5 MPa. Par construction, les résultats de la modélisation à l'état intact sont cohérents avec les données expérimentales. Pour les échantillons altérés, les résistances modélisées à 16 MPa de pression de confinement effective restent en très bon accord

avec les données obtenues. Cependant les résistances modélisées aux niveaux de confinement effectifs plus faibles (12,5 et 5 MPa) sont un peu plus faibles que les résultats expérimentaux. On remarque que plus la pression de confinement diminue, plus l'écart entre les résultats du modèle et les résultats expérimentaux augmente. L'analyse proposée semble moins pertinente pour décrire le critère de rupture des échantillons altérés dans le cas de faibles pressions de confinement.

Échantillon	$\Phi$	$f$	$\phi$	$\Delta\Phi$	$\phi_a$	$\Sigma_m$	$\Sigma_d$	$p'_c$
B34	0,174	0,078	0,354	0,01	0,393	28,5	37,5	16
B32	0,173	0,078	0,351	0,019	0,422	26,5	31,1	16
B16	0,176	0,079	0,359	0,01	0,396	25,5	38,6	12,5
B1	0,175	0,079	0,356	0,017	0,419	23,1	31,1	12,5
B13	0,178	0,080	0,363	0,009	0,396	16,0	32,5	5
H9	0,175	0,079	0,356	0,02	0,431	14,1	26,7	5

Tableau 6.6 – Données à la rupture des échantillons altérés testés à 16 MPa, 12,5 MPa et 5 MPa de pression de confinement effective

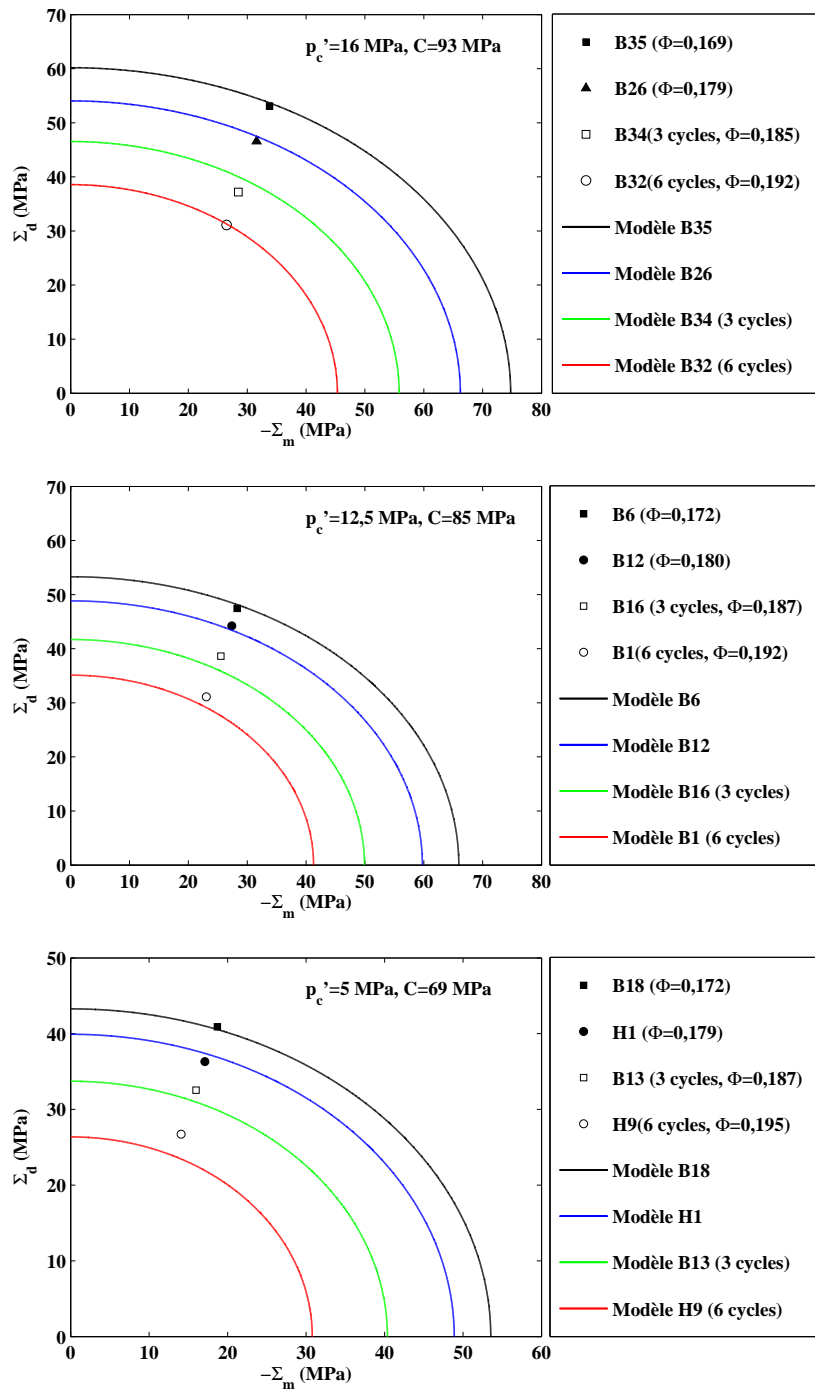


Figure 6.6 – Évolution du domaine de résistance des échantillons altérés testés à 16 MPa, 12,5 MPa et 5 MPa de pression de confinement effective

## 6.2.4 Conclusion

On dispose d'un modèle obtenu par homogénéisation non linéaire permettant d'estimer le critère de résistance macroscopique des calcaires d'Euville. Le critère proposé est donc en théorie

adapté à la modélisation de la rupture de type ductile du géomatériau. La constante  $C$  est le seul paramètre mécanique d'entrée du modèle. Cela rend plus facile le déroulement de l'analyse inverse.

L'accord entre les résultats du modèle et les données expérimentales obtenues crédite l'application du modèle à la modélisation de la résistance et de l'influence de l'altération chimique sur la rupture macroscopique de type ductile du calcaire d'Euville.

Il est important de rappeler que le critère de rupture macroscopique obtenu comporte plusieurs simplifications. A côté des approximations inhérentes à la méthode sécante modifiée, il faut ajouter le fait qu'on a utilisé un développement limité par rapport à l'épaisseur de la couche d'interphase et les incertitudes associées à l'estimation des propriétés géométriques intrinsèques du matériau ( $\eta_f$  et  $f_c$ ).

Le fait que la constante  $C$  dépend en fait du niveau de confinement (de façon croissante) va maintenant nous conduire à modifier le critère de la phase solide de la couche microporeuse.

## 6.3 Critère de Drucker Prager

Dans cette section, on cherche à modéliser la résistance macroscopique dans le cas où le solide de la couche microporeuse est de type Drucker-Prager.

### 6.3.1 Homogénéisation à l'échelle microscopique

Le critère de résistance de la phase solide de la couche microporeuse est un critère frottant Drucker-Prager. Contrairement à von Mises (6.33),  $f^s$  dépend de la pression de confinement :

$$f^s(\tilde{\boldsymbol{\sigma}}) = \alpha \left( \frac{1}{3} \text{tr}(\tilde{\boldsymbol{\sigma}}) - h \right) + \sqrt{\tilde{J}_2} \leq 0 \quad (6.59)$$

où  $\alpha$  et  $h$  désignent respectivement le coefficient de frottement et la résistance en traction isotrope. Le critère homogénéisé de la couche microporeuse possède la structure suivante (Dormieux et al., 2006) :

$$\frac{\alpha^2 h^2 (1 - \phi)^2}{1 - \phi - \alpha^2 K} = (\sigma_m - \beta)^2 \left( \frac{1}{K} - \frac{\alpha^2}{1 - \phi} \right) + (\sigma_d)^2 \frac{1}{M} \quad (6.60)$$

où

$$\beta = -\frac{\alpha^2 h}{1/K - \alpha^2(1 - \phi)} \quad (6.61)$$

$$K = 4 \frac{(1 - 2\phi)(1 - \phi)}{\phi(3 - \phi)}; \quad M = 3 \frac{(1 - 2\phi)}{(3 - \phi)} \quad (6.62)$$

La forme du critère dépend de la relation entre  $\alpha$ ,  $h$  et  $\phi$ , (6.60) est une ellipse lorsque

$$\alpha < \sqrt{(1 - \phi)/K} = \sqrt{\frac{\phi(3 - \phi)}{4(1 - 2\phi)}} \quad (6.63)$$

L'expression (6.63) définit le coefficient de frottement critique  $\alpha_{cr}$  de la phase solide de la couche microporeuse (Dormieux et al., 2009).

$$\alpha_{cr} = \sqrt{\frac{\phi(3 - \phi)}{4(1 - 2\phi)}} \quad (6.64)$$

### 6.3.2 Homogénéisation à l'échelle mésoscopique

A l'échelle mésoscopique, la couche microporeuse est regardée de façon homogénéisée. Son critère de résistance est donné par (6.60). On s'intéresse à la détermination du critère de résistance macroscopique à partir du critère de résistance de la couche microporeuse. On cherche maintenant à définir la fonction d'appui du critère (6.60). La fonction d'appui d'un critère elliptique centré à l'origine de forme :

$$f_0^s = (I_1/L)^2 + (\sqrt{J_2})^2 - C^2 \leq 0 \quad (6.65)$$

a déjà été utilisée (cf. 6.36).

$$\pi(\mathbf{d}) = 2C\sqrt{\frac{L^2}{36}I_1'^2 + J_2'} \quad (6.66)$$

On cherche maintenant à définir la fonction d'appui d'un critère de forme :

$$f^s = \left(\frac{I_1 - \gamma}{L}\right)^2 + (\sqrt{J_2})^2 - C^2 \leq 0 \quad (6.67)$$

La fonction d'appui  $\pi$  du critère (6.65) est donnée selon sa définition :

$$\pi(\mathbf{d}) = \sup(\boldsymbol{\sigma} : \mathbf{d}, f_0^s \leq 0) \quad (6.68)$$

Pour le critère de forme (6.67), la fonction d'appui  $\pi'$  peut s'écrire :

$$\begin{aligned} \pi'(\mathbf{d}) &= \sup(\boldsymbol{\sigma}' : \mathbf{d}, f^s(\boldsymbol{\sigma}') \leq 0) = \sup((\boldsymbol{\sigma} + \frac{\gamma}{3}\mathbf{1}) : \mathbf{d}, f_0^s(\boldsymbol{\sigma}) \leq 0) \\ &= \sup(\boldsymbol{\sigma} : \mathbf{d}, f_0^s(\boldsymbol{\sigma}) \leq 0) + \frac{\gamma}{3}\text{tr}(\mathbf{d}) \end{aligned} \quad (6.69)$$

$$\pi'(\mathbf{d}) = \pi(\mathbf{d}) + \frac{\gamma}{3}\text{tr}(\mathbf{d}) \quad (6.70)$$

Ainsi, la fonction d'appui du critère (6.60) de la couche microporeuse possède la structure suivante :

$$\pi_c(\mathbf{d}) = 2C\sqrt{\frac{L^2}{36}I_1'^2 + J_2'} + \frac{\gamma}{3}I_1' \quad (6.71)$$

où

$$C = \alpha h(1 - \phi)\sqrt{\frac{M}{1 - \phi - \alpha^2 K}}; \quad L = \sqrt{\frac{9}{M(\frac{1}{K} - \frac{\alpha^2}{1 - \phi})}} \quad \text{et} \quad \gamma = -3\frac{\alpha^2 h}{1/K - \alpha^2(1 - \phi)} \quad (6.72)$$

En remplaçant (6.62) dans (6.72), on obtient :

$$C = \alpha h(1 - \phi)\sqrt{\frac{3\phi(1 - 2\phi)}{(\phi - 1)(4(1 - 2\phi)\alpha^2 + \phi - 3\phi)}} \quad (6.73)$$

$$L = \sqrt{-\frac{(1 - \phi)(3 - \phi)}{4(1 - 2\phi)\alpha^2 + \phi^2 - 3\phi}}, \quad \gamma = -\frac{\alpha^2 h(1 - 2\phi)(1 - \phi)}{4(1 - 2\phi)(1 - \phi)^2\alpha^2 - \phi^2 + 3\phi} \quad (6.74)$$

On cherche ensuite à exprimer  $\boldsymbol{\sigma} = \partial\pi_c/\partial\mathbf{d}$  comme un comportement local de la couche microporeuse sous la forme :

$$\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{d}) = \mathbb{C}_c(\mathbf{d}) : \mathbf{d} + \boldsymbol{\sigma}_c^p \quad (6.75)$$

de façon à ce que  $\mathbb{C}_c(\mathbf{d})$  soit un tenseur défini positif.  $\boldsymbol{\sigma}_c^p = \frac{\gamma}{3}\mathbf{1} = p\mathbf{1}$  est défini comme un état de précontrainte sphérique uniforme dans la couche, avec  $p > 0$ .

Le problème à résoudre à l'échelle mésoscopique est formé par le système d'équations suivant :

$$\left\{ \begin{array}{ll} \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}) = \underline{\mathbf{0}} & (\Omega) \quad (a) \\ \boldsymbol{\sigma}(\underline{\mathbf{z}}) = \mathbf{0} & (\Omega_f) \quad (b) \\ \boldsymbol{\sigma}(\underline{\mathbf{z}}) = \mathbb{C}_{noy}(\underline{\mathbf{z}}) : \mathbf{d}(\underline{\mathbf{z}}) & (\Omega_{noy}) \quad (c) \\ \boldsymbol{\sigma}(\underline{\mathbf{z}}) = \mathbb{C}_c(\underline{\mathbf{z}}) : \mathbf{d}(\underline{\mathbf{z}}) + p\mathbf{1} & (\Omega_c) \quad (d) \\ \underline{\mathbf{v}} = \mathbf{D}.\underline{\mathbf{z}} & (\partial\Omega) \quad (e) \end{array} \right. \quad (6.76)$$

Dans lesquels,  $\mathbb{C}_{noy} \rightarrow \infty$ . Le comportement visqueux fictif de la couche microporeuse à l'échelle mésoscopique est caractérisé par un tenseur sécant  $\mathbb{C}_c(\mathbf{d}) = 3k_c(I'_1, J'_2)\mathbb{J} + 2\mu_c(I'_1, J'_2)\mathbb{K}$  avec :

$$k_c(I'_1, J'_2) = C \frac{L^2/18}{\sqrt{J'_2 + L^2 I_1'^2/36}}, \quad 2\mu_c(I'_1, J'_2) = C \frac{1}{\sqrt{J'_2 + L^2 I_1'^2/36}} \quad (6.77)$$

On introduit comme précédemment  $\chi$  défini par :

$$\chi = \frac{k_c}{\mu_c} = \frac{L^2}{9} = -\frac{1}{9} \frac{(1-\phi)(3-\phi)}{4(1-2\phi)\alpha^2 + \phi^2 - 3\phi} \quad (6.78)$$

Pour résoudre le problème (6.76), il faut déterminer la solution d'un problème élastique linéaire avec une précontrainte sphérique uniforme dans la couche microporeuse.

### 6.3.2.1 Problème élastique linéaire avec précontrainte à l'échelle mésoscopique

On cherche la solution du problème élastique linéaire avec une précontrainte sphérique uniforme dans la couche d'interphase. L'idée est de décomposer linéairement le problème complet P en deux élémentaires (P') et (P'').

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{P} \\ \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}) = \underline{\mathbf{0}} \\ \boldsymbol{\sigma} = \mathbf{0} \quad (\Omega_f) \\ \mathbf{d} = \mathbf{0} \quad (\Omega_{noy}) \\ \boldsymbol{\sigma} = \mathbb{C}_c : \mathbf{d} + p\mathbf{1} \quad (\Omega_c) \\ \underline{v} = \mathbf{D} \cdot \underline{z} \quad \partial\Omega \end{array} \right. = \left\{ \begin{array}{l} \text{P}' \\ \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}') = \underline{\mathbf{0}} \\ \boldsymbol{\sigma}' = p\mathbf{1} \quad (\Omega_f) \\ \mathbf{d}' = \mathbf{0} \quad (\Omega_{noy}) \\ \boldsymbol{\sigma}' = p\mathbf{1} \quad (\Omega_c) \\ \underline{v}' = \underline{\mathbf{0}} \quad \partial\Omega \end{array} \right. + \left\{ \begin{array}{l} \text{P}'' \\ \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}'') = \underline{\mathbf{0}} \\ \boldsymbol{\sigma}'' = -p\mathbf{1} \quad (\Omega_f) \\ \mathbf{d}'' = \mathbf{0} \quad (\Omega_{noy}) \\ \boldsymbol{\sigma}'' = \mathbb{C}_c : \mathbf{d}'' \quad (\Omega_c) \\ \underline{v}'' = \mathbf{D} \cdot \underline{z} \quad \partial\Omega \end{array} \right.$$

dans la limite  $\mathbb{C}_{noy} \rightarrow \infty$ .

Pour obtenir la solution du problème total  $(\boldsymbol{\sigma}, \mathbf{d})$ , il s'agit d'additionner la solution de P' soit  $(\boldsymbol{\sigma}', \mathbf{d}')$  et celle de (P'') soit  $(\boldsymbol{\sigma}'', \mathbf{d}'')$ . On note d'une part que la solution de P' est uniforme dans la limite  $\mathbb{C}_{noy} \rightarrow \infty$  :  $\underline{v}' = \underline{\mathbf{0}}$ ,  $\mathbf{d}' = \mathbf{0}$  et  $\boldsymbol{\sigma}' = p\mathbf{1}$  et d'autre part que P'' se présente formellement comme un problème de poro-élasticité qui a été étudié par plusieurs auteurs (Dormieux et al., 2002).

Dans la pratique, pour résoudre le problème (P''), on décompose également (P'') en deux sous-problèmes (P''(1)) et (P''(2)) :

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{P}'' \\ \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}'') = \underline{\mathbf{0}} \\ \boldsymbol{\sigma}''(\underline{z}) = -p\mathbf{1} \quad (\Omega_f) \\ \boldsymbol{\sigma}''(\underline{z}) = \mathbb{C}_{noy} : \mathbf{d}'' \quad (\Omega_{noy}) \\ \boldsymbol{\sigma}''(\underline{z}) = \mathbb{C}_c : \mathbf{d}'' \quad (\Omega_c) \\ \underline{v}'' = \mathbf{D} \cdot \underline{z} \end{array} \right. = \left\{ \begin{array}{l} \text{P}''(1) \\ \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}''(1)) = \underline{\mathbf{0}} \\ \boldsymbol{\sigma}''(1) = \mathbf{0} \quad (\Omega_f) \\ \boldsymbol{\sigma}''(1) = \mathbb{C}_{noy} : \mathbf{d}''(1) \quad (\Omega_{noy}) \\ \boldsymbol{\sigma}''(1) = \mathbb{C}_c : \mathbf{d}''(1) \quad (\Omega_c) \\ \underline{v}''(1) = \mathbf{D} \cdot \underline{z} \quad \partial\Omega \end{array} \right. + \left\{ \begin{array}{l} \text{P}''(2) \\ \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}''(2)) = \underline{\mathbf{0}} \\ \boldsymbol{\sigma}''(2) = -p\mathbf{1} \quad (\Omega_f) \\ \boldsymbol{\sigma}''(2) = \mathbb{C}_{noy} : \mathbf{d}''(2) \\ \boldsymbol{\sigma}''(2) = \mathbb{C}_c : \mathbf{d}''(2) \\ \underline{v}''(2) = \underline{\mathbf{0}} \quad \partial\Omega \end{array} \right.$$

On obtient ainsi :

$$\boldsymbol{\Sigma} = \overline{\boldsymbol{\sigma}'} + \overline{\boldsymbol{\sigma}''} = \boldsymbol{\Sigma}' + \boldsymbol{\Sigma}'' \quad (6.79)$$

où

$$\overline{\boldsymbol{\sigma}'} = p\mathbf{1} \quad \text{avec} \quad p = \frac{\gamma}{3} \quad (6.80)$$

$$\overline{\boldsymbol{\sigma}''} = \overline{\boldsymbol{\sigma}''(1)} + \overline{\boldsymbol{\sigma}''(2)} = \mathbb{C}^{hom} : \mathbf{D} - p\mathbf{B} \quad (6.81)$$

Le comportement macroscopique s'écrit donc :

$$\boldsymbol{\Sigma} = \mathbb{C}^{hom} : \mathbf{D} - p\mathbf{B} + p\mathbf{1} \quad (6.82)$$

$\mathbb{C}^{hom}$  est le tenseur d'élasticité dans la condition drainée ( $p = 0$ ),  $\mathbf{B}$  est le tenseur de Biot défini par :

$$\mathbf{B} = f\mathbf{1} : \overline{\mathbb{A}}^P \quad (6.83)$$

où on note  $\overline{a}^P$  est une moyenne d'une quantité  $a$  sur l'espace mésoporeux. On rappelle dans (Dormieux et al., 2002) que :

$$\overline{\mathbf{d}''(1)}^P = \overline{\mathbb{A}}^P : \mathbf{D} \quad (6.84)$$

$$f\mathbf{1} : \overline{\mathbf{d}''(2)}^P = \frac{p}{N} \quad (6.85)$$

La variation de la mésoporosité est donnée par l'expression :

$$\Delta f = f\mathbf{1} : \overline{\mathbf{d}''}^P = \mathbf{B} : \mathbf{D} + \frac{p}{N} \quad (6.86)$$

La détermination de  $\mathbf{B}$  et  $N$  nécessite l'utilisation de la solution d'un problème d'Eshelby généralisé car la phase solide à l'échelle mésoscopique n'est pas homogène. Comme dans la section précédente (cf. §5.3.1), deux problèmes auxiliaires sont étudiés (cf. Figure 6.7).

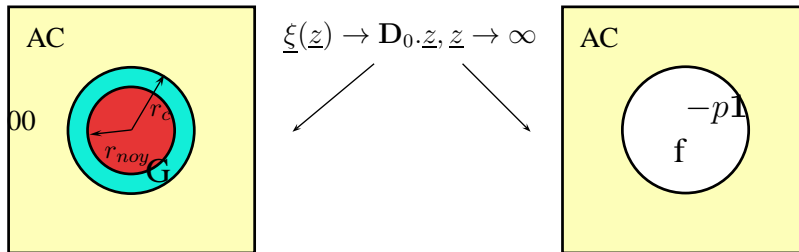


Figure 6.7 – Problèmes auxiliaires d'élasticité à résoudre pour déterminer  $\mathbf{B}$  et  $N$

Dans le premier, l'inclusion est un pore sphérique pressurisé plongé dans un milieu élastique homogène  $\mathbb{C}_{ac}$ , soumise à une condition aux limites à l'infini sous forme :

$$\underline{z} \rightarrow \infty; \quad \underline{\xi}(\underline{z}) = \mathbf{D}_0 \cdot \underline{z} \quad (6.87)$$

La déformation moyenne dans le pore est donnée par (Dormieux et al., 2006) :

$$\overline{\mathbf{d}}^{P} = (\mathbb{I} - \mathbb{S}_{ac}^{sph})^{-1} : (\mathbf{D}_0 + p\mathbb{P}_{ac} : \mathbf{1}) \quad (6.88)$$

soit

$$\overline{\mathbf{d}}^{P} = (\mathbb{I} - \mathbb{S}_{ac}^{sph})^{-1} : \mathbf{D}_0 + p((\mathbb{I} - \mathbb{S}_{ac}^{sph})^{-1} : \mathbb{P}_{ac} : \mathbf{1}) \quad (6.89)$$

avec

$$\mathbb{S}_{ac}^{sph} = \alpha_{ac}\mathbb{J} + \beta_{ac}\mathbb{K} \text{ et } \mathbb{P}_{ac} = \frac{\alpha_{ac}}{3k_{ac}}\mathbb{J} + \frac{\beta_{ac}}{2\mu_{ac}}\mathbb{K} \quad (6.90)$$

$$\alpha_{ac} = \frac{3k_{ac}}{3k_{ac} + 4\mu_{ac}}, \beta_{ac} = \frac{6(k_{ac} + 2\mu_{ac})}{5(3k_{ac} + 4\mu_{ac})} \quad (6.91)$$

Dans le deuxième problème, l'inclusion est une sphère composite constituée d'un noyau ( $\mathbb{C}_{noy}$ ) entouré par une couche ( $\mathbb{C}_c$ ). Elle est également plongée dans le milieu infini élastique ( $\mathbb{C}_{ac}$ ), soumise à la condition aux limites uniforme en déformation (cf. 6.87). L'estimation de la moyenne de la déformation dans l'inclusion solide a été présentée dans la section 5.3.1 (cf. 5.16).

Elle peut s'écrire sous la forme :

$$\overline{\mathbf{d}}^{inc} = \overline{\mathbb{A}}_{aux}^{inc} : \mathbf{D}_0 \quad (6.92)$$

On note que l'indice *aux* se rapporte à la solution des problèmes auxiliaires.

Le taux de déformation macroscopique s'écrit :

$$\mathbf{D} = f\overline{\mathbf{d}}^{P} + (1-f)\overline{\mathbb{A}}_{aux}^{inc} : \mathbf{D}_0 \quad (6.93)$$

$$\mathbf{D} = \left( f(\mathbb{I} - \mathbb{S}_{ac}^{sph})^{-1} + (1-f)\overline{\mathbb{A}}_{aux}^{inc} \right) : \mathbf{D}_0 + pf((\mathbb{I} - \mathbb{S}_{ac}^{sph})^{-1} : \mathbb{P}_{ac} : \mathbf{1}) \quad (6.94)$$

de sorte que :

$$\mathbf{D}_0 = \left( f(\mathbb{I} - \mathbb{S}_{ac}^{sph})^{-1} + (1-f)\overline{\mathbb{A}}_{aux}^{inc} \right)^{-1} : \left( \mathbf{D} - pf((\mathbb{I} - \mathbb{S}_{ac}^{sph})^{-1} : \mathbb{P}_{ac} : \mathbf{1}) \right) \quad (6.95)$$

En remplaçant (6.95) dans (6.88), on obtient donc :

$$\overline{\mathbf{d}}^{P} = \mathbb{H} : \mathbf{D} + p\mathbf{M} \quad (6.96)$$

où

$$\mathbb{H} = (\mathbb{I} - \mathbb{S}_{ac}^{sph})^{-1} : \left( f(\mathbb{I} - \mathbb{S}_{ac}^{sph})^{-1} + (1-f)\overline{\mathbb{A}}_{aux}^{inc} \right)^{-1} \quad (6.97)$$

$$\mathbf{M} = (\mathbb{I} - \mathbb{S}_{ac}^{sph})^{-1} : \mathbb{P}_{ac} : \mathbf{1} - f(\mathbb{I} - \mathbb{S}_{ac}^{sph})^{-1} : \left( f(\mathbb{I} - \mathbb{S}_{ac}^{sph})^{-1} + (1-f)\overline{\mathbb{A}}_{aux}^{inc} \right)^{-1} : (\mathbb{I} - \mathbb{S}_{ac}^{sph})^{-1} : \mathbb{P}_{ac} : \mathbf{1} \quad (6.98)$$

Soit :

$$\mathbf{M} = (\mathbb{I} - f\mathbb{H}) : (\mathbb{I} - \mathbb{S}_{ac}^{sph})^{-1} : \mathbb{P}_{ac} : \mathbf{1} \quad (6.99)$$

L'expression (6.96) conduit à :

$$f\overline{\mathbf{d}}''^P : \mathbf{1} = f\mathbf{1} : \mathbb{H} : \mathbf{D} + fp\mathbf{1} : \mathbf{M} \quad (6.100)$$

En combinant (6.100) avec l'équation (6.86), on obtient :

$$\mathbf{B} = f\mathbf{1} : \overline{\mathbb{A}}^P = f\mathbf{1} : \mathbb{H} \text{ avec } \overline{\mathbb{A}}^P = \mathbb{H} \quad (6.101)$$

$$\frac{1}{N} = f\mathbf{1} : \mathbf{M} \quad (6.102)$$

En utilisant (6.99), on obtient encore :

$$\frac{1}{N} = f(\mathbf{1} - \mathbf{B}) : (\mathbb{I} - \mathbb{S}_{ac}^{sph})^{-1} : \mathbb{P}_{ac} : \mathbf{1} \quad (6.103)$$

Pour déterminer  $\mathbf{B}$  et  $1/N$ , il suffit d'une sollicitation isotrope sur VER sous forme  $\mathbf{D}_0 = D_0\mathbf{1}$ . L'expression de  $\overline{\mathbb{A}}_{aux}^{inc}$  est déterminée en résolvant le deuxième problème auxiliaire (cf. §5.3.1) en tenant compte le fait que  $k_{noy} \rightarrow \infty$  et  $\mu_{noy} \rightarrow \infty$ . On obtient :

$$\mathbf{1} : \overline{\mathbb{A}}_{aux}^{inc} = a\mathbf{1} \text{ avec } a = \frac{\kappa(3k_{ac} + 4\mu_{ac})}{4\kappa\mu_{ac} + \mathcal{F}} \quad (6.104)$$

En utilisant (6.101), on obtient :

$$\mathbf{B} = f\mathbf{1} : \overline{\mathbb{A}}^P = f\frac{1}{1 - \alpha_{ac}} \left( \frac{f}{1 - \alpha_{ac}} + (1 - f)a \right)^{-1} \mathbf{1} = f\frac{1}{f + (1 - f)a(1 - \alpha_{ac})} \mathbf{1} \quad (6.105)$$

Soit

$$\mathbf{B} = b\mathbf{1}, \text{ avec } b = \frac{f}{f + (1 - f)a(1 - \alpha_{ac})} = f\frac{4\kappa\mu_{ac} + \mathcal{F}}{4\kappa\mu_{ac} + f\mathcal{F}} \quad (6.106)$$

En remplaçant (6.106) dans (6.103), on obtient alors :

$$\frac{1}{N} = \frac{3f}{4\mu_{ac}}(1 - b) = \frac{3f(1 - f)\kappa}{4\kappa\mu_{ac} + f\mathcal{F}} \quad (6.107)$$

Dans cas où le noyau est infiniment rigide, la règle de moyenne du tenseur de localisation s'écrit :

$$f\overline{\mathbb{A}}^P + f_c\overline{\mathbb{A}}^{(c)} = \mathbb{I} \quad (6.108)$$

avec  $\overline{\mathbf{d}}''^{(1)(c)} = \overline{\mathbb{A}}^{(c)} : \mathbf{D}$ .

Soit

$$f_c\mathbf{1} : \overline{\mathbb{A}}^{(c)} = \mathbf{1} - f\mathbf{1} : \overline{\mathbb{A}}^P = \mathbf{1} - \mathbf{B} = (1 - b)\mathbf{1} = \frac{4(1 - f)\kappa\mu_{ac}}{4\kappa\mu_{ac} + f\mathcal{F}}\mathbf{1} = \frac{3\kappa k_{ac}}{\mathcal{F}}\mathbf{1} \quad (6.109)$$

En combinant (6.106) et (6.107) avec (6.109), on obtient donc :

$$\mathbf{B} = \left(1 - \frac{3\kappa k_{ac}}{\mathcal{F}}\right)\mathbf{1} \text{ et } \frac{1}{N} = f\frac{9}{4}\frac{\kappa k_{ac}}{\mathcal{F}\mu_{ac}} \quad (6.110)$$

où  $\mathcal{F} = 3k_c(\rho + 1)^3 + 4\mu_c$  et  $\kappa = \rho(3 + 3\rho + \rho^2)$ .

Pour mettre en place les étapes d'homogénéisation non-linéaire, la détermination de la moyenne d'ordre 1 du taux de déformation sphérique et de la moyenne quadratique du taux de déformation déviatorique dans la couche microporeuse est nécessaire. On présente ensuite l'estimation de ces quantités.

### 6.3.2.2 Moyenne quadratique du taux de déformation déviatorique

La moyenne quadratique du taux de déformation déviatorique est définie par l'expression (6.44) :

$$J_2^{r'} = \frac{1}{2} \overline{\mathbf{d}_d : \mathbf{d}_d}^{(c)} = \frac{1}{2} \overline{\mathbf{d}_d'' : \mathbf{d}_d''}^{(c)} \quad (6.111)$$

La dépendance de cette quantité par rapport au chargement macroscopique dans un problème de poro-élasticité ( $P''$ ) a été étudié par (Dormieux et al., 2002). Ce qui est suffisant puisque  $\mathbf{d}' = \mathbf{0}$ . On présente ici brièvement le déroulement du raisonnement. Du point de vue macroscopique l'énergie potentielle s'écrit :

$$\psi^* = \frac{1}{2} \mathbf{D} : \mathbb{C}_{ac} : \mathbf{D} - p \mathbf{B} : \mathbf{D} - \frac{1}{2} \frac{p^2}{N} \quad (6.112)$$

La dérivation de  $\psi^*$  par rapport à  $\mu_c$  est :

$$\frac{\partial \psi^*}{\partial \mu_c} = \frac{1}{2} \mathbf{D} : \frac{\partial \mathbb{C}_{ac}}{\partial \mu_c} : \mathbf{D} - p \frac{\partial \mathbf{B}}{\partial \mu_c} : \mathbf{D} - \frac{1}{2} p^2 \frac{\partial}{\partial \mu_c} (1/N) \quad (6.113)$$

En utilisant (6.110) :

$$\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial \mu_c} = - \left( \frac{3\kappa}{\mathcal{F}} \frac{\partial k_{ac}}{\partial \mu_c} - \frac{12\kappa k_{ac}}{\mathcal{F}^2} \right) \mathbf{1} \quad (6.114)$$

$$\frac{\partial}{\partial \mu_c} \left( \frac{1}{N} \right) = f \kappa \frac{9}{4} \partial_\mu \left( \frac{k_{ac}}{\mathcal{F} \mu_{ac}} \right) = - \frac{12f(1-f)\kappa(\kappa \partial_\mu \mu_{ac} + f)}{(4\kappa \mu_{ac} + f\mathcal{F})^2} \quad (6.115)$$

Alors :

$$\frac{\partial \psi^*}{\partial \mu_c} = \frac{1}{2} \frac{\partial k_{ac}}{\partial \mu_c} \left( D_v + \frac{3\kappa p}{\mathcal{F}} \right)^2 + \mathbf{D}_d : \mathbf{D}_d \frac{\partial \mu_{ac}}{\partial \mu_c} - \frac{12p\kappa k_{ac}}{\mathcal{F}^2} D_v - \frac{1}{2} p^2 \frac{\partial}{\partial \mu_c} \left( \frac{1}{N} \right) - \frac{1}{2} \left( \frac{3\kappa p}{\mathcal{F}} \right)^2 \frac{\partial k_{ac}}{\partial \mu_c} \quad (6.116)$$

L'équation d'état (6.82) peut s'écrire :

$$\Sigma_m = k_{ac} \left( D_v + \frac{3\kappa p}{\mathcal{F}} \right) \quad (6.117)$$

En remplaçant (6.117) dans (6.116), on obtient :

$$2 \frac{\partial \psi^*}{\partial \mu_c} = - \frac{\partial}{\partial \mu_c} \left( \frac{1}{k_{ac}} \right) \Sigma_m^2 - \frac{\partial}{\partial \mu_c} \left( \frac{1}{\mu_{ac}} \right) \Sigma_d^2 - \frac{24p\kappa}{\mathcal{F}^2} \Sigma_m + \mathcal{C} \quad (6.118)$$

où

$$\mathcal{C} = -p^2 \frac{\partial}{\partial \mu_c} \left( \frac{1}{N} \right) - 9p^2 \left( \frac{\kappa}{\mathcal{F}} \right)^2 \frac{\partial k_{ac}}{\partial \mu_c} + 72p^2 \frac{k_{ac}}{\mathcal{F}} \left( \frac{\kappa}{\mathcal{F}} \right)^2 \quad (6.119)$$

En introduisant (6.115), (6.22) et (6.1) dans (6.119), l'expression (6.119) se simplifie comme suit :

$$\mathcal{C} = 12p^2(1-f) \frac{\kappa}{\mathcal{F}^2} \quad (6.120)$$

Le détail de ce calcul est présenté dans l'annexe B (cf. B.19).

Du point de vue microscopique l'énergie potentielle s'écrit :

$$\psi^* = \frac{1}{\Omega} \left( \frac{1}{2} \int_{\Omega_{noy}} \mathbf{d} : \mathbb{C}_{noy} : \mathbf{d} dV + \frac{1}{2} \int_{\Omega_c} \mathbf{d} : \mathbb{C}_c : \mathbf{d} dV - p \int_{\Omega_f} \mathbf{1} : \mathbf{d} dV \right) \quad (6.121)$$

En dérivant cette énergie par rapport à  $\mu_c$  à  $\mathbf{D}_0$  fixé, on obtient :

$$\frac{\partial \psi^*}{\partial \mu_c} = \frac{1}{\Omega} \left( \frac{1}{2} \int_{\Omega_{noy}} \frac{\partial}{\partial \mu_c} (\mathbf{d} : \mathbb{C}_{noy} : \mathbf{d}) dV + \frac{1}{2} \int_{\Omega_c} \frac{\partial}{\partial \mu_c} (\mathbf{d} : \mathbb{C}_c : \mathbf{d}) dV + \int_{\Omega_f} \frac{\partial}{\partial \mu_c} (\boldsymbol{\sigma} : \mathbf{d}) dV \right) \quad (6.122)$$

soit

$$\Omega \frac{\partial \psi^*}{\partial \mu_c} = \int_{\Omega} \boldsymbol{\sigma} : \frac{\partial \mathbf{d}}{\partial \mu_c} dV + \frac{1}{2} \int_{\Omega_c} \mathbf{d} : \frac{\partial}{\partial \mu_c} (\mathbb{C}_c) : \mathbf{d} dV \quad (6.123)$$

Le champ de taux déformation  $\partial \mathbf{d}(\underline{z})/\partial \mu_c$  est cinématiquement admissible avec un taux de déformation macroscopique nulle et  $\boldsymbol{\sigma}(\underline{z})$  est statiquement admissible avec  $\boldsymbol{\Sigma}$ . En appliquant le lemme de Hill, on obtient :

$$\int_{\Omega} \boldsymbol{\sigma} : \frac{\partial \mathbf{d}}{\partial \mu_c} dV = 0 \quad (6.124)$$

L'équation (6.122) devient donc :

$$\frac{\partial \psi^*}{\partial \mu_c} = \frac{1}{2\Omega} \int_{\Omega_c} \mathbf{d} : \frac{\partial}{\partial \mu_c} (\mathbb{C}_c) : \mathbf{d} dV = \frac{1}{\Omega} \int_{\Omega_c} \mathbf{d} : \mathbb{K} : \mathbf{d} dV = f_c \overline{\mathbf{d} : \mathbb{K} : \mathbf{d}}^{(c)} = f_c \overline{\mathbf{d}_d : \mathbf{d}_d}^{(c)} \quad (6.125)$$

En utilisant (6.118), on obtient alors :

$$4f_c J_2' = -\frac{\partial}{\partial \mu_c} \left( \frac{1}{k_{ac}} \right) \Sigma_m^2 - \frac{\partial}{\partial \mu_c} \left( \frac{1}{\mu_{ac}} \right) \Sigma_d^2 - 24p \frac{\kappa}{\mathcal{F}^2} \Sigma_m + 12p^2 (1-f) \frac{\kappa}{\mathcal{F}^2} \quad (6.126)$$

### 6.3.2.3 Moyenne d'ordre 1 du taux de déformation dans la couche microporeuse

On cherche maintenant à déterminer la moyenne d'ordre 1 du taux de déformation sphérique dans la couche. Elle est égale à la moyenne du taux de déformation sphérique dans le problème ( $P''$ ).

$$\overline{d_m}^{(c)} = \overline{d_m''}^{(c)} \quad (6.127)$$

La moyenne du taux de déformation sphérique dans la couche microporeuse du problème ( $P''$ ) est la somme de celle dans les deux sous-problèmes ( $P''^{(1)}$ ) et ( $P''^{(2)}$ ) :

$$\mathbf{1} : \overline{\mathbf{d}}^{(c)} = \mathbf{1} : \overline{\mathbf{d}''^{(1)}}^{(c)} + \mathbf{1} : \overline{\mathbf{d}''^{(2)}}^{(c)} \quad (6.128)$$

Par ailleurs :

$$f_c \mathbf{1} : \overline{\mathbf{d}''^{(1)}}^{(c)} = f_c \mathbf{1} : \overline{\mathbb{A}}^{(c)} : \mathbf{D} = \frac{3\kappa k_{ac}}{\mathcal{F}} \mathbf{1} : \mathbf{D} \quad (6.129)$$

$$f_c \mathbf{1} : \overline{\mathbf{d}''^{(2)}}^{(c)} = -f \mathbf{1} : \overline{\mathbf{d}''^{(2)P}} = -\frac{p}{N} \quad (6.130)$$

En introduisant (6.129) et (6.130) dans (6.128) :

$$f_c \mathbf{1} : \bar{\mathbf{d}}^{(c)} = \frac{3\kappa k_{ac}}{\mathcal{F}} D_v - \frac{p}{N} \quad (6.131)$$

En remplaçant (6.117) dans (6.131), on obtient :

$$f_c \mathbf{1} : \bar{\mathbf{d}}^{(c)} = \frac{3\kappa}{\mathcal{F}} \Sigma_m - p \left( 9k_{ac} \left( \frac{\kappa}{\mathcal{F}} \right)^2 + \frac{1}{N} \right) \quad (6.132)$$

Introduisant (6.1) et (6.107) dans (6.132), on aboutit à :

$$f_c I_1' = \frac{3\kappa}{\mathcal{F}} \Sigma_m - p(1-f) \frac{3\kappa}{\mathcal{F}} = \frac{3\kappa}{\mathcal{F}} (\Sigma_m - p(1-f)) \quad (6.133)$$

Avant de mettre en place l'homogénéisation non-linéaire, comme dans la section précédente, il est nécessaire de déterminer tous les termes dans les expressions (6.126) et (6.133). On commence par traiter les termes  $\partial_\mu(1/\mu_{ac})$  et  $\partial_\mu(1/k_{ac})$  exactement comme à la section 6.1.2 (cf. 6.27 et 6.28) :

$$\partial_\mu(1/\mu_{ac}) = -\frac{\mathcal{B}_\mu}{(\mu_c)^2} \quad (6.134)$$

$$\partial_\mu(1/k_{ac}) = -\frac{\mathcal{A}_\mu}{(\mu_c)^2} \quad (6.135)$$

Dans lesquelles  $\mathcal{B}_\mu$  et  $\mathcal{A}_\mu$  sont des fonctions sans dimension qui dépendent uniquement de  $\chi$ ,  $f$  et  $\rho$ . Ses expressions sont également données dans l'annexe B, (B.6, B.9). On rappelle que :

$$\chi = -\frac{1}{9} \frac{(1-\phi)(3-\phi)}{4(1-2\phi)\alpha^2 + \phi^2 - 3\phi} \quad (6.136)$$

Avec le même raisonnement, on calcule ensuite :

$$\frac{24p\kappa}{\mathcal{F}^2} = p \frac{\mathcal{D}_\mu}{(\mu_c)^2} \quad (6.137)$$

Puis

$$\mathcal{C} = p^2 \frac{\mathcal{C}_\mu}{(\mu_c)^2} \quad (6.138)$$

Dans lesquelles  $\mathcal{D}_\mu$  et  $\mathcal{C}_\mu$  sont des fonctions sans dimension qui dépendent uniquement de  $\chi$ ,  $f$  et  $\rho$ . Les expressions de  $\mathcal{D}_\mu$  et  $\mathcal{C}_\mu$  sont présentées dans l'annexe B, (B.16, B.21).

L'expression (6.126) devient

$$4f_c J_2' (\mu_c)^2 = \mathcal{A}_\mu \Sigma_m^2 + \mathcal{B}_\mu \Sigma_d^2 - p \mathcal{D}_\mu \Sigma_m + p^2 \mathcal{C}_\mu \quad (6.139)$$

De la même façon, l'équation (6.133) se simplifie :

$$f_c I_1' k_c = \mathcal{A}_k \Sigma_m + p \mathcal{C}_k \quad (6.140)$$

où  $\mathcal{A}_k$  et  $\mathcal{C}_k$  sont des fonctions sans dimension qui dépendent uniquement de  $\chi$ ,  $f$  et  $\rho$ . Les expressions de  $\mathcal{A}_k$  et  $\mathcal{C}_k$  sont données dans l'annexe B, (B.24, B.25).

### 6.3.3 Critère macroscopique

La première étape pour résoudre le problème d'homogénéisation non-linéaire est de ramener le problème (6.76) à un problème linéaire en remplaçant les champs hétérogènes  $\mathbb{C}_c(\mathbf{d}(\underline{z}))$  à l'intérieur de la couche microporeuse par des champs uniformes. On applique la méthode sécante modifiée (Suquet, 1997) qui consiste à introduire un taux de déformation effectif ou de "référence" défini comme une moyenne quadratique de  $\mathbf{d}(\underline{z})$  dans la couche microporeuse. Les déformations volumique et déviatorique de référence sont donc données par :

$$I_1^{r'} = \overline{\text{tr}(\mathbf{d})}^{(c)} \quad \text{et} \quad J_2^{r'} = \overline{\frac{1}{2} \mathbf{d}_d : \mathbf{d}_d}^{(c)} \quad (6.141)$$

Le problème à résoudre de nouveau possède la forme suivante :

$$\left\{ \begin{array}{ll} \underline{\text{div}}(\boldsymbol{\sigma}) = \underline{0} & (\Omega) \quad (a) \\ \boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) = 0 & (\Omega_f) \quad (b) \\ \boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) = \mathbb{C}_{noy}(\underline{z}) : \mathbf{d}(\underline{z}) & (\Omega_{noy}) \quad (c) \\ \boldsymbol{\sigma}(\underline{z}) = \mathbb{C}_c(I_1^{r'}, J_2^{r'}) : \mathbf{d}(\underline{z}) + p\mathbf{1} & (\Omega_c) \quad (d) \\ \underline{v} = \mathbf{D} \cdot \underline{z} & (\partial\Omega) \quad (e) \end{array} \right. \quad (6.142)$$

avec  $\mathbb{C}_{noy} \rightarrow \infty$

L'équation d'état possède la forme :

$$\boldsymbol{\Sigma} = \mathbb{C}_{ac}(\mathbf{D}) : \mathbf{D} + p(\mathbf{1} - \mathbf{B}(\mathbf{D})) \quad (6.143)$$

Avec

$$\mathbb{C}_{ac} = 3k_{ac}\mathbb{J} + 2\mu_{ac}\mathbb{K}; \quad \mathbf{B} = f \frac{4\kappa\mu_{ac} + \mathcal{F}}{4\kappa\mu_{ac} + f\mathcal{F}} \mathbf{1} \quad (6.144)$$

La relation entre les déformations de référence et le chargement macroscopique est donnée par (6.139) et (6.140).

$$4f_c J_2^{r'}(\mu_c)^2 = \mathcal{A}_\mu \Sigma_m^2 + \mathcal{B}_\mu \Sigma_d^2 - p\mathcal{D}_\mu \Sigma_m + p^2 \mathcal{C}_\mu \quad (6.145)$$

$$f_c I_1^{r'} k_c = \mathcal{A}_k \Sigma_m + p\mathcal{C}_k \quad (6.146)$$

La résolution consiste à traiter la non-linéarité du problème posé par (6.143), (6.145) et (6.146). Ce qui permet d'obtenir l'équation donnant l'estimation de la frontière de  $G^{hom}$ .

A partir de (6.145) et (6.146), on obtient :

$$\frac{I_1^{r'2} f_c}{J_2^{r'}} \left( \frac{k_c}{\mu_c} \right)^2 = \frac{(\mathcal{A}_k \Sigma_m + p\mathcal{C}_k)^2}{\mathcal{A}_\mu \Sigma_m^2 + \mathcal{B}_\mu \Sigma_d^2 - p\mathcal{D}_\mu \Sigma_m + p^2 \mathcal{C}_\mu} \quad (6.147)$$

En utilisant (6.77), on aboutit à :

$$\frac{I_1^{r'2} f_c}{J_2^{r'}} \left( \frac{L^2}{18} \right)^2 = \frac{(\mathcal{A}_k \Sigma_m + p\mathcal{C}_k)^2}{\mathcal{A}_\mu \Sigma_m^2 + \mathcal{B}_\mu \Sigma_d^2 - p\mathcal{D}_\mu \Sigma_m + p^2 \mathcal{C}_\mu} \quad (6.148)$$

En remplaçant  $\mu_c$  dans (6.77) dans l'expression (6.145), obtient :

$$f_c C^2 \frac{1}{1 + L^2/36(I_1'^2/J_2')} = \mathcal{A}_\mu \Sigma_m^2 + \mathcal{B}_\mu \Sigma_d^2 - p \mathcal{D}_\mu \Sigma_m + p^2 \mathcal{C}_\mu \quad (6.149)$$

En remplaçant (6.148) dans (6.149), on aboutit à :

$$\mathcal{A}_\mu \Sigma_m^2 + \mathcal{B}_\mu \Sigma_d^2 - p \mathcal{D}_\mu \Sigma_m + p^2 \mathcal{C}_\mu + \frac{9}{f_c L^2} (\mathcal{A}_k \Sigma_m + p \mathcal{C}_k)^2 = f_c C^2 \quad (6.150)$$

Dans lesquelles  $\mathcal{A}_\mu$ ,  $\mathcal{B}_\mu$ ,  $\mathcal{D}_\mu$ ,  $\mathcal{C}_\mu$ ,  $\mathcal{A}_k$  et  $\mathcal{C}_k$  sont des fonctions sans dimension qui dépendent uniquement de  $\chi$ ,  $\rho$  et  $f$ . On rappelle que :

$$\chi = \frac{k_c}{\mu_c} = \frac{L^2}{9} = -\frac{1}{9} \frac{(1-\phi)(3-\phi)}{4(1-2\phi)\alpha^2 + \phi^2 - 3\phi} \quad (6.151)$$

et

$$p = \frac{\gamma}{3} = -\frac{\alpha^2 h}{1/K - \alpha^2(1-\phi)} \text{ et } K = 4 \frac{(1-2\phi)(1-\phi)}{\phi(3-\phi)} \quad (6.152)$$

Dans le plan  $(\Sigma_m, \Sigma_d)$ , ce critère est une ellipse de forme :

$$\frac{(\Sigma_m - \Sigma)^2}{\mathcal{N}} + \frac{\Sigma_d^2}{\mathcal{M}} = Q \quad (6.153)$$

où  $\mathcal{M} = \mathcal{M}(\rho, \alpha, h, f, \phi)$ ,  $\mathcal{N} = \mathcal{N}(\rho, \alpha, h, f, \phi)$ ,  $\Sigma = \Sigma(\rho, \alpha, h, f, \phi)$  et  $Q = Q(\rho, \alpha, h, f, \phi)$ , dont la taille et le centre dépendent de  $\alpha$ ,  $h$ ,  $\rho$ ,  $f$ ,  $\phi$ . Les trois derniers sont les paramètres caractérisant des propriétés géométriques alors que  $\alpha$ ,  $h$  représentent les propriétés géomécaniques intrinsèques de la phase solide de la couche microporeuse.

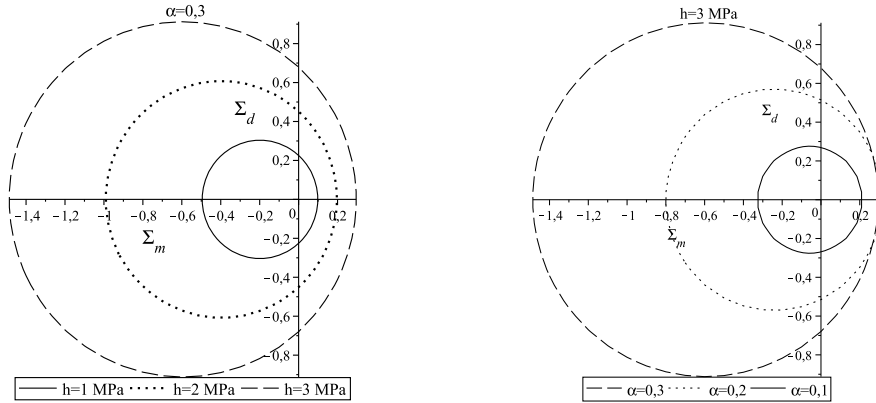


Figure 6.8 – Domaine de résistance macroscopique pour différents paramètres  $\alpha$  et  $h$  correspondant à  $\Phi = 0,16$

La figure 6.8 donne le domaine de résistance macroscopique en fonction des paramètres  $\alpha$  et  $h$  pour la valeur de  $\Phi=0,16$ . Cette dernière intervient dans le modèle via le paramètre  $f$  et  $\phi$  par les expressions suivantes :

$$f = \eta_f \Phi, \phi = \frac{(1 - \eta_f) \Phi}{f_c} \quad (6.154)$$

où  $f_c$  et  $\eta_f$  sont les paramètres géométriques intrinsèques qui sont déterminés dans la section 5.6. Ils sont respectivement de 0,45 pour  $\eta_f$  et 0,27 pour  $f_c$ . On rappelle également que :

$$(1 + \rho)^3 - 1 = f_c / (1 - f - f_c) \quad (6.155)$$

### 6.3.4 Application

Les paramètres géométriques intervenant explicitement dans le modèle sont  $\rho$ ,  $f$  et  $\phi$ . Ils dépendent des trois paramètres  $\Phi$ ,  $f_c$  et  $\eta_f$  (cf. 6.154). On rappelle que  $f_c$ ,  $\eta_f$  (cf. Tableau 6.1) sont des propriétés géométriques intrinsèques du matériau, respectivement la fraction volumique de la couche microporeuse et la fraction de l'espace mésoporeux dans la porosité totale ( $\Phi$ ). La résistance des échantillons à l'état intact est obtenue en introduisant  $\alpha$ ,  $h$ ,  $\rho$ ,  $f$  et  $\phi$  dans l'expression (6.153).  $\alpha$  et  $h$  sont des propriétés mécaniques intrinsèques du matériau.

Dans notre approche, la diminution de la résistance à la rupture des échantillons altérés est captée par la diminution de celle de la couche d'interphase microporeuse, dont l'origine est l'augmentation de la microporosité due à la dissolution chimique. L'étude de l'évolution de la microstructure sous l'effet de l'altération (cf. §3.2) a suggéré que l'altération chimique n'a pas induit un effet significatif sur l'espace mésoporeux intergranulaire dont la paroi est principalement constituée de zones microporeuses sur lesquelles agit l'altération. C'est-à-dire que  $f$  et  $\rho$  sont inchangés par rapport au matériau intact après l'altération chimique et la porosité dans la couche après l'altération  $\phi_a$  est égale à  $\phi + \Delta\Phi/f_c$ . Pour modéliser le domaine de résistance des échantillons altérés, il suffit d'introduire les valeurs de  $\rho$ ,  $f$ ,  $\alpha$ ,  $h$  et de remplacer  $\phi$  par  $\phi_a$  dans l'expression (6.153).

Comme dans le cas de von Mises, l'analyse proposée est mieux adaptée à la description de la rupture de type ductile du calcaire d'Euville. Cependant, les résultats expérimentaux à l'échelle macroscopique montrent une évolution du comportement à la rupture des échantillons : d'une rupture fragile pour les faibles confinements à une rupture ductile pour les niveaux de confinement plus élevés. On observe la rupture typiquement fragile correspondant à 1 MPa et la rupture ductile à 20 MPa de pression de confinement effective. Les niveaux de confinement intermédiaires pourraient se situer dans la zone de transition ou approcher la rupture ductile pour la pression de confinement effective de 16 MPa ou approcher la rupture fragile pour la pression de confinement effective de 5 MPa.

Dans le modèle, les propriétés mécaniques intrinsèques  $\alpha$  et  $h$  sont encore les inconnues. La détermination des deux paramètres est faite par analyse inverse en calant les résultats du modèle par rapport aux données expérimentales des échantillons intacts. Manifestement, le critère Drucker Prager permet de capturer l'évolution de la résistance à la rupture en fonction de la pression de confinement. On cherche donc par analyse inverse des propriétés intrinsèques  $\alpha$  et  $h$  permettant de modéliser la résistance à la rupture de l'ensemble des échantillons intacts testés à différents niveaux de confinement. La question est de savoir si les niveaux de confinement étudiés induisent effectivement une rupture de type ductile du calcaire d'Euville.

Dans un premier temps, on va déterminer  $\alpha$  et  $h$  en calant les résistances modélisées par rapport aux données expérimentales des échantillons intacts testés à trois niveaux de confinement différents (20 MPa, 16 MPa et 12,5 MPa). Pour ce faire, on sélectionne trois échantillons H15, B26 et B12 de même niveau de porosité initial (autour de 18%), respectivement testés à 20 MPa, 16 MPa et 12,5 MPa de pression de confinement effective. Les valeurs de  $\alpha$  et  $h$  déduites de calcul inverse doivent permettre de construire un critère macroscopique compatible avec les données à la rupture de H15, B26, B12 dans le plan  $(\Sigma_m, \Sigma_d)$ . Idéalement, les trois points expérimentaux doivent se trouver sur un même critère. On teste successivement les valeurs de  $\alpha$  comprises entre 0 et  $\alpha_{cr}$  défini par l'expression (6.63). Pour une valeur de  $\alpha$  donnée, on cherche  $h$  permettant d'obtenir le critère cohérent avec les données à la rupture de H15, B26, B12.

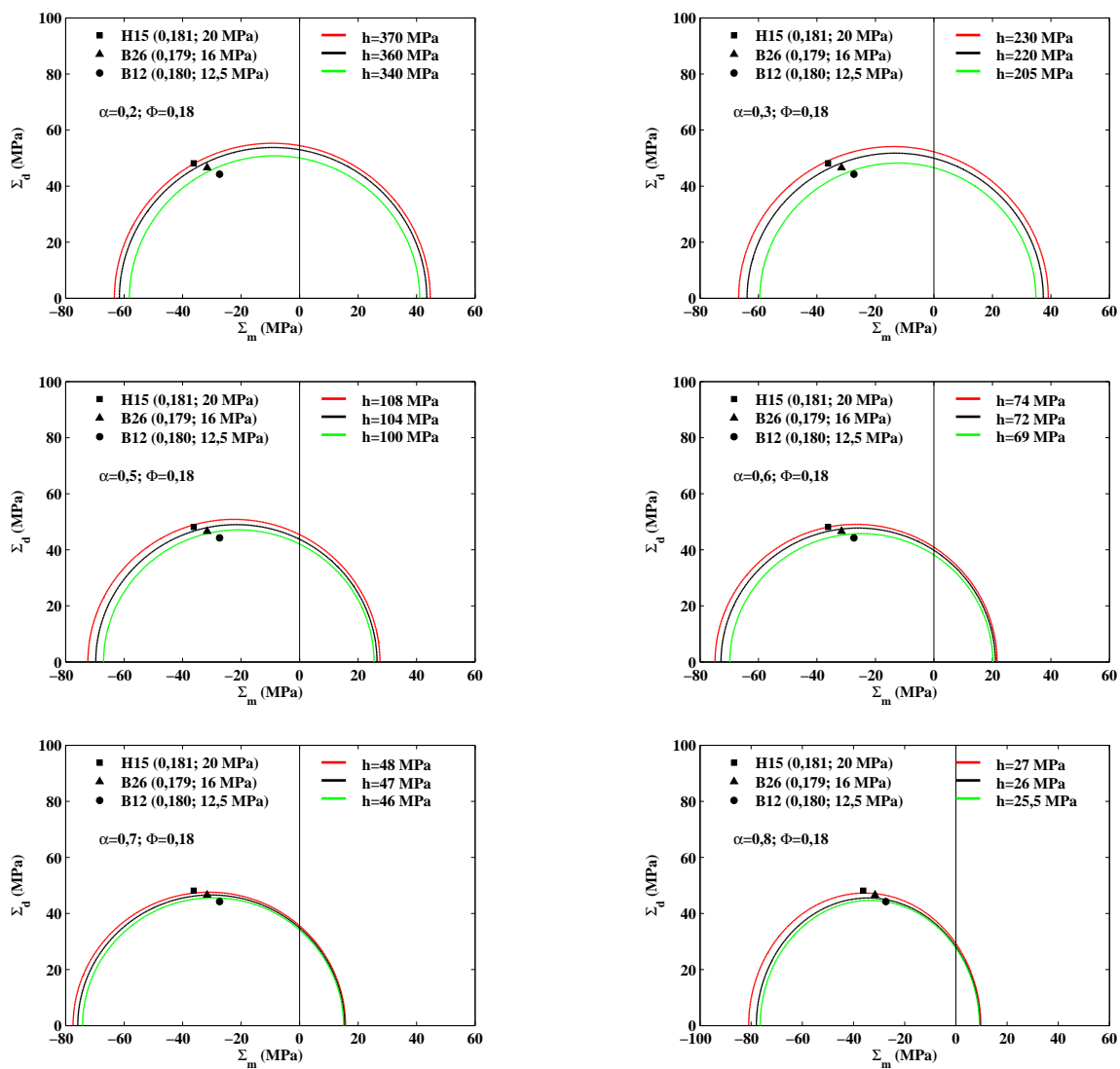


Figure 6.9 – Résultats des simulations pour déterminer les paramètres  $\alpha$  et  $h$  pour  $\eta_f=0,45$  et  $f_c=0,27$

La figure 6.9 présente les résultats des simulations pour diverses valeurs de  $\alpha$  et  $h$ . Pour une valeur de  $\alpha$ , on donne quelques valeurs de  $h$  pour s'approcher au mieux des données expérimentales. Notons que les calculs sont faits pour les propriétés géométriques intrinsèques ( $f_c=0,27$ ,  $\eta_f = 0,45$ ) et pour une valeur de  $\Phi=0,18$ . Quand  $\alpha$  augmente,  $h$  doit diminuer pour capter les données expérimentales. Pour les valeurs de  $\alpha$  inférieures à 0,7, il n'y a pas de valeur de  $h$  satisfaisante. Lorsque  $\alpha$  est supérieur à 0,7, on constate que le critère est plus proche des données expérimentale. Les valeurs de  $h$  optimales diminuent quand  $\alpha$  augmente. Les valeurs de  $\alpha$  semblent proches de  $\alpha_{cr}$  (cf. Tableau 6.7). La question est savoir si ces valeurs pourraient représenter physiquement les propriétés mécaniques intrinsèques de la phase solide de la couche microporeuse. De plus, en présence de plusieurs solutions ( $\alpha$  et  $h$ ) possibles, le critère de choix n'est pas évident.

On rappelle que ces calculs ont été faits pour les propriétés géométriques intrinsèques  $f_c=0,27$  et  $\eta_f=0,45$ . On note que ces propriétés contiennent elles-mêmes des incertitudes et sont généralement comprises dans un intervalle (cf. §5.6). Dans la suite, pour étudier l'impact des propriétés géométriques sur la détermination de  $\alpha$  et  $h$ , nous allons refaire les calculs ci-dessus pour différentes valeurs de  $f_c$  et  $\eta_f$ . Notons que l'on doit recalculer la valeur de  $\alpha_{cr}$  pour chaque choix de  $f_c$  et  $\eta_f$ . Le tableau 6.7 donne les valeurs de  $\alpha_{cr}$  pour différents paramètres géométriques du modèle.  $\Phi_{min}$  est la valeur minimale de la porosité par pesée de l'ensemble des échantillons disponibles.

$\eta_f$	$f_c$	$\Phi_{min}$	$f$	$\phi$	$\alpha_{cr}$
0,45	0,27	0,162	0,073	0,330	0,81
0,55	0,27	0,162	0,089	0,270	0,63
0,70	0,27	0,162	0,113	0,21	0,48
0,45	0,32	0,162	0,073	0,278	0,65
0,55	0,32	0,162	0,089	0,228	0,54
0,70	0,32	0,162	0,113	0,151	0,39

Tableau 6.7 – Valeurs de  $\alpha_{cr}$  pour les différents choix de  $f_c$  et  $\eta_f$

La figure 6.10 présente les résultats des simulations pour l'estimation des valeurs de  $\alpha$  et  $h$  correspondant aux valeurs différentes de  $\eta_f$  et  $f_c$ . On constate que dans certain configurations géométriques ( $\eta_f=0,45$  et  $f_c=0,32$ ), ( $\eta_f=0,55$  et  $f_c=0,32$ ) et ( $\eta_f=0,7$  et  $f_c=0,32$ ), on peut déduire, par analyse inverse, les valeurs de  $\alpha$  et  $h$  permettant d'obtenir un critère proche des données expérimentales.

En conclusion, nous avons gardé quelques séries de données géométriques et mécaniques ( $\eta_f$ ,  $f_c$ ,  $\alpha$  et  $h$ ) parmi celles qui semblent le plus approprié comme les propriétés intrinsèques du calcaire d'Euville pour modéliser la résistance à la rupture des échantillons altérés ( $\eta_f=0,45$ ,  $f_c=0,32$ ,  $\alpha=0,64$ ,  $h=23$  MPa), ( $\eta_f=0,55$ ,  $f_c=0,32$ ,  $\alpha=0,5$ ,  $h=26$  MPa) et ( $\eta_f=0,7$ ,  $f_c=0,32$ ,  $\alpha=0,38$ ,  $h=15$  MPa).

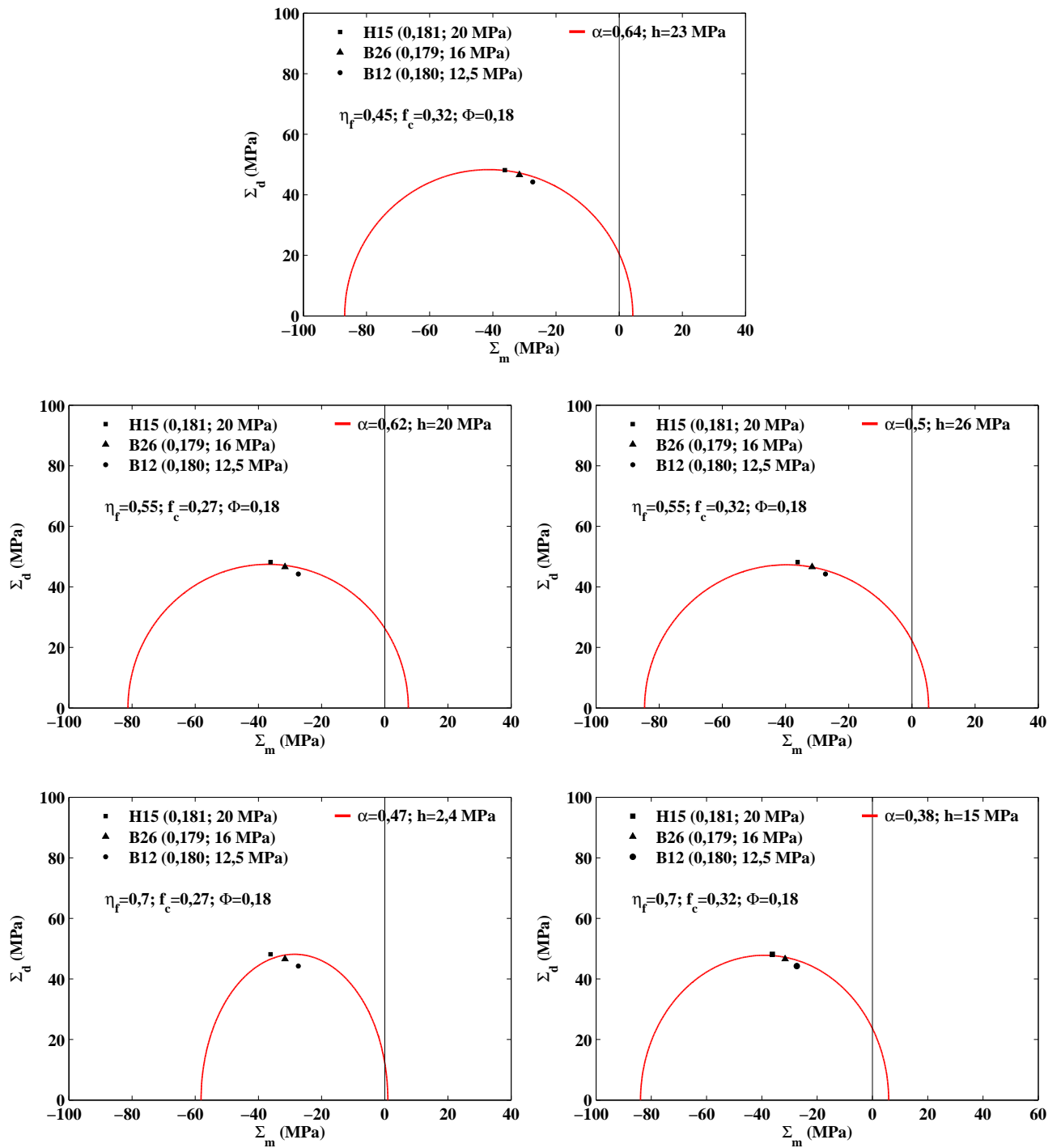


Figure 6.10 – Résultats de la modélisation pour déterminer les paramètres  $\alpha$  et  $h$  pour différents choix de  $\eta_f$  et  $f_c$

La figure 6.11 présente les résultats de la modélisation de la résistance des échantillons altérés testés à 20 MPa de pression de confinement effective à partir de trois séries de données géométriques et mécaniques les plus appropriées. On remarque que les propriétés mécaniques intrinsèques ( $\alpha$  et  $h$ ) déduites en calant les résultats du modèle par rapport aux données

expérimentales issues à trois niveaux de confinement différents sur des échantillons intacts ne permettent pas de modéliser la résistance à la rupture des échantillons altérés. On peut remettre en question l'hypothèse d'un comportement à la rupture de type ductile du calcaire d'Euville à 12,5 MPa de pression de confinement effective. La rupture observée à l'échelle macroscopique des échantillons testés à 12,5 MPa de pression de confinement effective semble rester dans la zone de transition fragile-ductile.

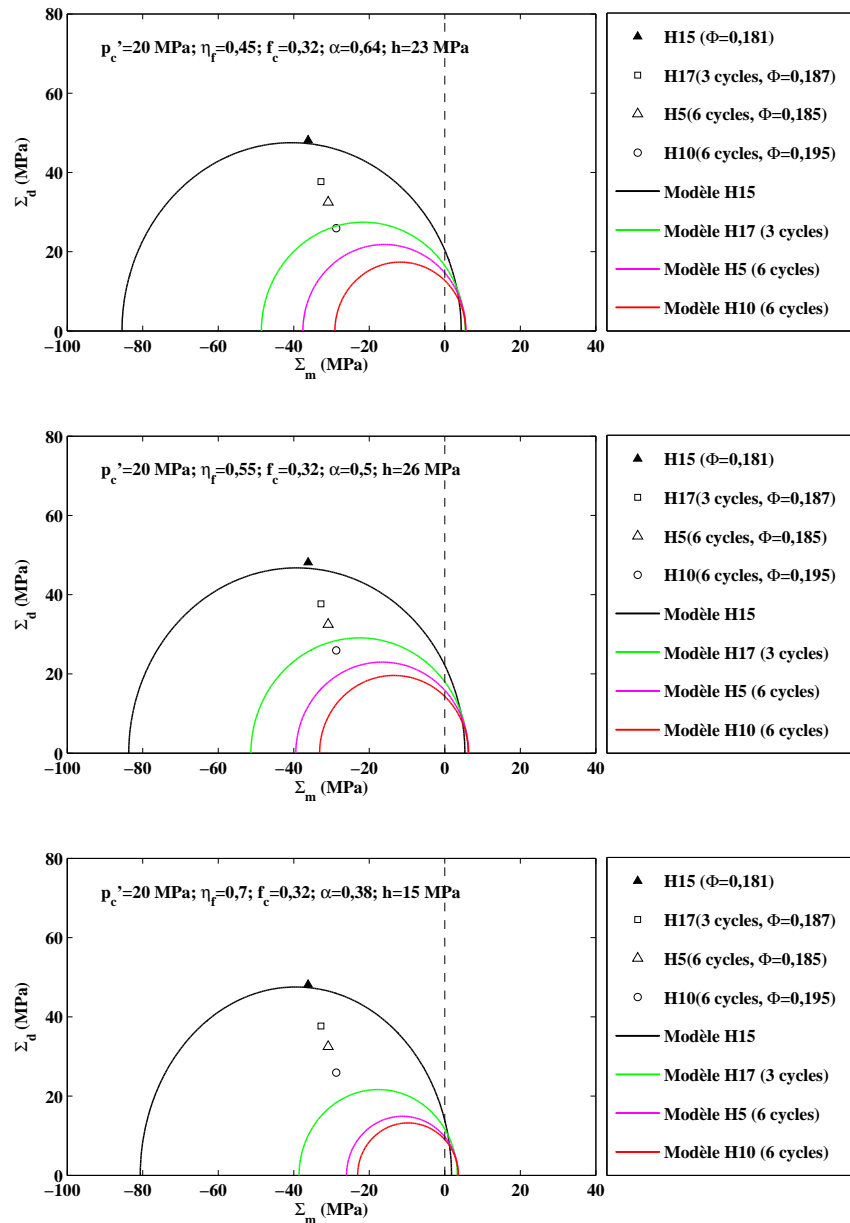


Figure 6.11 – Résultats de la modélisation de la résistance à la rupture des échantillons intacts et altérés testés à 20 MPa de pression de confinement effective pour les valeurs différentes de  $\alpha$ ,  $h$ ,  $\eta_f$  et  $f_c$

On refait ensuite les mêmes calculs pour déterminer les propriétés intrinsèques du calcaire d'Euville à partir des données expérimentales des échantillons testés à 20 MPa et 16 MPa

de pression de confinement effective. On obtient quelques séries de paramètres de  $\eta_f$ ,  $f_c$ ,  $\alpha$  et  $h$  permettant d'obtenir un bon accord entre théorie et expériences pour l'état intact, par exemple ( $\eta_f=0,45$ ,  $f_c=0,27$ ,  $\alpha=0,2$ ,  $h=360$  MPa), ( $\eta_f=0,45$ ,  $f_c=0,27$ ,  $\alpha=0,215$ ,  $h=335$  MPa), ( $\eta_f=0,55$ ,  $f_c=0,32$ ,  $\alpha=0,5$ ,  $h=26$  MPa) et ( $\eta_f=0,7$ ,  $f_c=0,32$ ,  $\alpha=0,38$ ,  $h=15$  MPa)... L'objectif est d'examiner si certains jeux de paramètres permettent d'obtenir un critère de résistance satisfaisant simultanément les données à la rupture des échantillons intacts et altérés. Cette analyse nous donne les valeurs de  $\alpha=0,215$ ,  $h=335$  MPa,  $\eta_f = 0,45$  et  $f_c=0,27$  qui semblent les plus appropriées pour rendre compte aussi bien des données B26 et H15 d'une part et B34-B32-H17-H5-H10 d'autre part.

On compare dans la figure 6.12 les données expérimentales aux résistances prédites par le modèle à partir de ces propriétés intrinsèques. Les résultats montrent un bon accord entre les résultats de la modélisation et les données à la rupture des échantillons testés à 20 MPa de pression de confinement effective à deux états intact et altéré. La confrontation à 16 MPa de pression de confinement effective reste acceptable. Il est possible que la rupture sous un confinement effectif de 16 MPa soit encore dans la zone de transition fragile-ductile. Des données expérimentales à la rupture complémentaires à des niveaux de confinement plus élevés seraient nécessaires pour la validation du modèle.

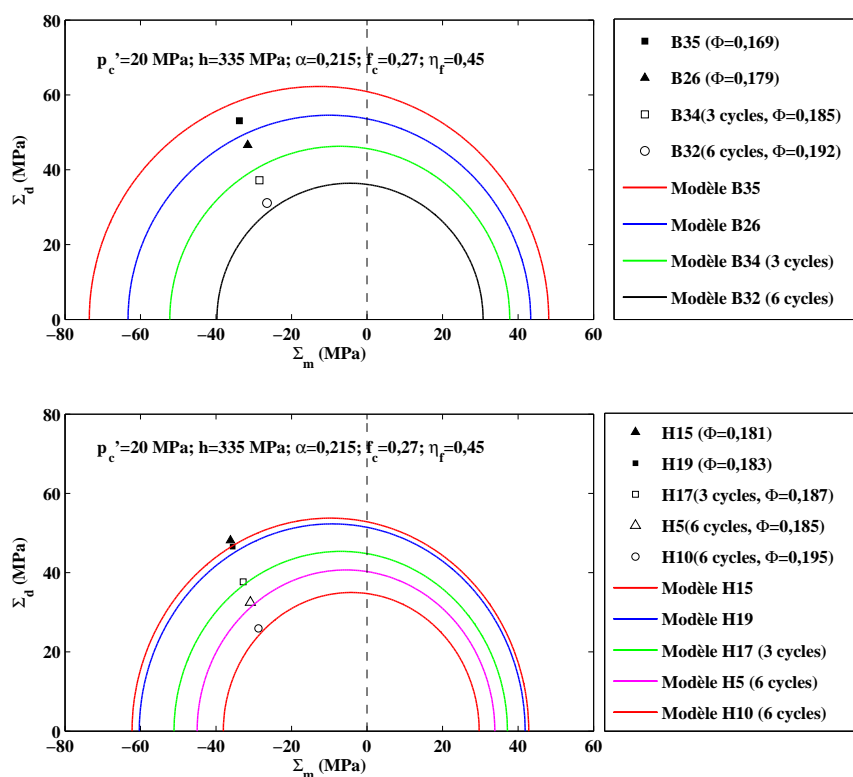


Figure 6.12 – Résultats de la modélisation de la résistance à la rupture des échantillons intacts et altérés testés respectivement à 20 MPa et 16 MPa de pression de confinement effective

### 6.3.5 Conclusion

On dispose d'un modèle obtenu par homogénéisation non linéaire permettant d'estimer le critère de résistance macroscopique des calcaires d'Euville. Le critère proposé est en théorie adapté à la modélisation de la rupture de type ductile du géomatériau. En théorie, il est destiné à être utilisé aussi bien pour les échantillons à l'état intact que pour les échantillons à l'état altéré.

Les données pour alimenter le modèle ont une double nature : géométrique et mécanique. Les données géométriques ( $\eta_f$  et  $f_c$ ) sont obtenues à l'aide d'analyse d'image qui permet de fournir un ordre de grandeur de ces paramètres. Les données mécaniques ( $\alpha$  et  $h$ ) difficiles à obtenir par les moyens expérimentaux à notre disposition qui n'accèdent qu'à l'échelle macroscopique sont estimées par l'analyse inverse. La difficulté vient du fait que l'analyse inverse dépend d'une part des données à la rupture à l'échelle macroscopique et d'autre part des paramètres géométriques intrinsèques du matériau. Les deux types de données contiennent elles-mêmes des incertitudes associées. Quant aux données à la rupture macroscopique, les ruptures des échantillons à 16 MPa et 12,5 MPa semblent plus situées dans la zone de transition fragile-ductile que dans la zone de la rupture ductile. Ceci rend incertain l'utilisation des données macroscopiques à la rupture des échantillons testés à ces deux niveaux de confinement pour le calcul inverse. Les incertitudes sur les données géométriques intrinsèques contribuent en plus aux incertitudes sur la détermination de  $\alpha$  et  $h$ . Des données expérimentales supplémentaires et les analyses plus approfondies de la microstructure sont sans doute nécessaires pour compléter la validation du modèle.

D'un autre côté, on remarque un bon accord entre les résultats de la modélisation et les données expérimentales des échantillons testés à 20 MPa de pression de confinement effective pour un jeu de données géométriques et mécaniques intrinsèques. Ce résultat crédite l'application du modèle à la modélisation de l'influence de l'altération chimique sur la résistance à la rupture du calcaire d'Euville sous un confinement élevé.

Il est important de rappeler que le critère de rupture macroscopique obtenu comporte plusieurs simplifications. A côté des approximations inhérentes à la méthode sécante modifiée, il faut ajouter le fait qu'on a utilisé un développement limité par rapport à l'épaisseur de la couche microporeuse.

# Chapitre 7

## Limite d'élasticité du calcaire d'Euville

### Sommaire

---

<b>7.1</b>	<b>Critère de von Mises</b>	<b>198</b>
7.1.1	Homogénéisation à l'échelle microscopique	198
7.1.2	Homogénéisation à l'échelle mésoscopique	201
7.1.3	Application	203
<b>7.2</b>	<b>Critère Drucker-Prager</b>	<b>205</b>
7.2.1	Homogénéisation à l'échelle microscopique	205
7.2.2	Moyenne de la contrainte sphérique	207
7.2.3	Homogénéisation à l'échelle mésoscopique	207
7.2.4	Application	209
<b>7.3</b>	<b>Conclusion</b>	<b>210</b>

---



On vient de présenter dans le chapitre précédent l'estimation du domaine de résistance du calcaire d'Euville dans l'hypothèse d'une rupture ductile. Dans cette partie, on se propose de déterminer la limite d'élasticité dans le but de simuler la rupture fragile du calcaire d'Euville. Dans cette analyse, le critère macroscopique est atteint alors que ses constituants sont encore dans la phase de comportement élastique linéaire. On conserve l'hypothèse d'un noyau infiniment résistant et on envisage deux critères de limite d'élasticité à l'échelle des minéraux (phase solide de la couche microporeuse) :

- le critère de von Mises  $f^s(\tilde{\sigma}) = \tilde{J}_2 - C^2$  ;
- le critère de Drucker-Prager  $f^s(\tilde{\sigma}) = \alpha(\frac{1}{3}\text{tr}(\tilde{\sigma}) - h) + \sqrt{\tilde{J}_2}$  ;

La description de deux échelles d'homogénéisation est présentée dans la figure 7.1.

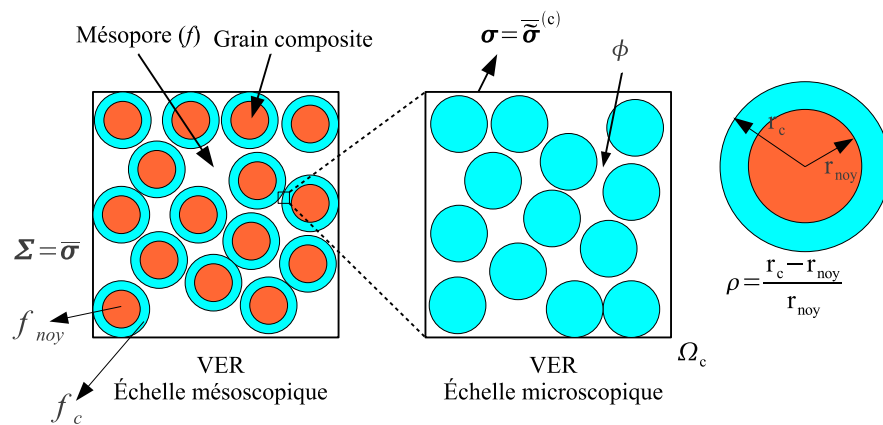


Figure 7.1 – Description multi-échelle d'homogénéisation

Échelle mésoscopique	
Notation	Définition
$f_{noy}$	fraction volumique du noyau de calcite
$f_c$	fraction volumique de la couche microporeuse
$f$	fraction volumique de l'espace mésoporeux
$f_{noy} + f_c + f = 1$	
$f_{cp}$	fraction volumique de l'espace microporeux
$\Phi$	porosité par pesée, $\Phi = f_{cp} + f$
$\eta_c$	$f_{cp}/\Phi$ : pourcentage de l'espace microporeux
$\eta_f$	$f/\Phi$ : pourcentage de l'espace mésoporeux
$\rho$	$(r_c - r_{noy})/r_{noy}$ , $(1 + \rho)^3 - 1 = f_c/(1 - f - f_c)$
Échelle microscopique	
$\phi$	porosité de la couche microporeuse, $\phi = f_{cp}/f_c = (1 - \eta_f)/f_c$

Tableau 7.1 – Définition des paramètres géométriques

## 7.1 Critère de von Mises

Dans ce chapitre, on cherche à modéliser la limite d'élasticité du calcaire d'Euville dans le cas où le solide de la couche microporeuse est de type von Mises. L'homogénéisation est menée en deux étapes. On commence par déterminer la limite d'élasticité de la couche microporeuse en considérant que celle-ci est atteinte dès lors que la phase solide a rejoint son critère. La phase solide de la couche présente un comportement élastique linéaire isotrope. La deuxième étape consiste à définir la limite d'élasticité macroscopique à partir du critère d'élasticité de la couche. On compare, à chaque étape, le domaine d'élasticité obtenu par l'analyse fragile au domaine de résistance obtenu par l'analyse ductile. On utilise les notations  $\tilde{\sigma}$ ,  $\sigma$  et  $\Sigma$  pour les contraintes aux échelles microscopique, mésoscopique et macroscopique.

### 7.1.1 Homogénéisation à l'échelle microscopique

A l'échelle microscopique, le critère de von Mises de la phase solide s'écrit :

$$f^s(\tilde{\sigma}) = \tilde{J}_2 - C^2 \leq 0 \text{ avec } \tilde{J}_2 = \frac{1}{2}\tilde{\sigma}_d : \tilde{\sigma}_d \quad (7.1)$$

La relation entre la contrainte à l'échelle mésoscopique et la moyenne quadratique de la déformation déviatorique dans la phase solide (**s**) de la couche microporeuse s'écrit (4.53) :

$$-(\sigma_m)^2 \frac{\partial(1/k_c)}{\partial\mu_s} - (\sigma_d)^2 \frac{\partial(1/\mu_c)}{\partial\mu_s} = 4(1-\phi)\epsilon_d^{s2} \quad (7.2)$$

où

$$\sigma_m = \frac{1}{\Omega_c} \int_{\Omega_c} \frac{1}{3} \text{tr}(\tilde{\sigma}) dV, \quad \sigma_d = \sqrt{\frac{1}{2}\boldsymbol{\sigma}_d : \boldsymbol{\sigma}_d}, \text{ avec } \boldsymbol{\sigma}_d = \frac{1}{\Omega_c} \int_{\Omega_c} \tilde{\sigma}_d dV \quad (7.3)$$

$$\epsilon_d^{s2} = \frac{1}{\Omega_c^s} \int_{\Omega_c^s} \tilde{\epsilon}_d^2 dV \text{ avec } \tilde{\epsilon}_d^2 = \frac{1}{2}\tilde{\epsilon}_d : \tilde{\epsilon}_d \quad (7.4)$$

$\Omega_c$  représente le VER de la couche microporeuse à l'échelle microscopique. Le comportement de la phase solide est élastique linéaire isotrope, caractérisé par :

$$\tilde{\sigma} = \mathbb{C}_s : \tilde{\epsilon} \text{ avec } \mathbb{C}_s = 3k_s\mathbb{J} + 2\mu_s\mathbb{K} \quad (7.5)$$

Soit :

$$\tilde{\sigma}_d = 2\mu_s\tilde{\epsilon}_d \text{ avec } \tilde{\epsilon}_d = \mathbb{K} : \epsilon \quad (7.6)$$

La contrainte déviatorique et la déformation déviatorique équivalentes dans la phase solide de la couche s'écrivent :

$$\tilde{\sigma}_d = \sqrt{\frac{1}{2}\tilde{\sigma}_d : \tilde{\sigma}_d} \text{ et } \tilde{\epsilon}_d = \sqrt{\frac{1}{2}\tilde{\epsilon}_d : \tilde{\epsilon}_d} \quad (7.7)$$

En combinant (7.6) et (7.7), on obtient :

$$\tilde{\sigma}_d^2 = 4(\mu_s)^2\tilde{\epsilon}_d^2 \quad (7.8)$$

Prenant la moyenne de (7.8) sur la phase solide, on aboutit à :

$$\overline{\epsilon_d^2}^{(s)} = \frac{1}{4(\mu_s)^2} \overline{\sigma_d^2}^{(s)} \quad (7.9)$$

La détermination du critère d'élasticité de la couche microporeuse nécessite la solution du problème d'homogénéisation linéaire d'une microstructure de type polycristallin constituée par une phase solide et une phase microporeuse. Les modules homogénéisés de ce milieu ( $k_c$ ,  $\mu_c$ ) sont obtenus en résolvant les équations suivantes (schéma auto-cohérent) :

$$k_c = \frac{4(1-\phi)k_s\mu_c}{3\phi k_s + 4\mu_c} \quad (7.10)$$

$$8(\mu_c)^2 + (3(3-\phi)k_s + 4(5\phi-2)\mu_s)\mu_c + 9(2\phi-1)k_s\mu_s = 0 \quad (7.11)$$

La solution positive de (7.11) possède la forme :

$$\mu_c = b + \frac{1}{16}\sqrt{a} \quad (7.12)$$

Avec

$$b = \frac{3}{16}(\phi-3)k_s - \frac{1}{4}(5\phi-2)\mu_s \quad (7.13)$$

$$a = 9(\phi-3)^2(k_s)^2 - 24(\phi+2)(5\phi-3)\mu_s k_s + 16(5\phi-2)^2(\mu_s)^2 \quad (7.14)$$

Introduisant (7.12) dans (7.10), on obtient  $k_c$  qui est une fonction de  $k_s$ ,  $\mu_s$  et  $\phi$  sous la forme :

$$k_c = F(k_s, \mu_s, \phi) \quad (7.15)$$

Les modules élastiques de la phase solide  $k_s$  et  $\mu_s$  ont été déterminés par l'analyse inverse, présentée dans la section 5.6. Dans le cas d'une phase solide incompressible, on obtient le résultat classique :

$$\mu_c = \frac{3(1-2\phi)}{(3-\phi)}\mu_s \quad (7.16)$$

$$k_c = 4\frac{(1-2\phi)(1-\phi)}{\phi(3-\phi)}\mu_s \quad (7.17)$$

On cherche maintenant à calculer les dérivées de  $\mu_c$  et  $k_c$  par rapport à  $\mu_s$  et  $k_s$ . Pour simplifier on note que  $\partial_{\mu_s}\Delta = \partial\Delta/\partial\mu_s$  et  $\partial_{k_s}\Delta = \partial\Delta/\partial k_s$ . On a :

$$\partial_{\mu_s}\mu_c = -\frac{5}{4}\phi + \frac{1}{2} + \frac{1}{32} \frac{-24(\phi+2)(5\phi-3)k_s + 32(5\phi-2)^2\mu_s}{\sqrt{a}} \quad (7.18)$$

$$\partial_{\mu_s}k_c = \frac{12(1-\phi)\phi(k_s)^2\partial_{\mu_s}\mu_c}{(3\phi k_s + 4\mu_c)^2} \quad (7.19)$$

On a également :

$$\partial_{\mu_s}(1/\mu_c) = -\frac{\partial_{\mu_s}\mu_c}{(\mu_c)^2} \text{ et } \partial_{\mu_s}(1/k_c) = -\frac{\partial_{\mu_s}k_c}{(k_c)^2} \quad (7.20)$$

Introduisant  $k_s = \frac{2}{3} \frac{1 + \nu}{1 - 2\nu} \mu_s$  dans (7.20), on obtient :

$$\partial_{\mu_s}(1/\mu_c) = -\frac{\mathcal{B}'_{\mu}}{(\mu_s)^2} \text{ et } \partial_{\mu_s}(1/k_c) = -\frac{\mathcal{A}'_{\mu}}{(\mu_s)^2} \quad (7.21)$$

Dans lesquelles  $\mathcal{B}'_{\mu}$  et  $\mathcal{A}'_{\mu}$  sont des fonctions sans dimension qui dépendent uniquement du coefficient de Poisson  $\nu$  et de la porosité de la couche  $\phi$ . Les expressions analytiques de  $\mathcal{B}'_{\mu}$  et  $\mathcal{A}'_{\mu}$  sont dans la pratique extrêmement lourdes.

Lorsque la phase solide de la couche microporeuse atteint le critère, la moyenne de la contrainte dans la phase solide satisfait la condition :

$$\overline{J_2}^{(s)} = \overline{\sigma_d^2}^{(s)} = C^2 \quad (7.22)$$

En remplaçant (7.22) dans (7.2) et en utilisant (7.9), on aboutit à un critère de la couche microporeuse de forme :

$$-\partial_{k_s}(1/k_c)(\sigma_m)^2 - \partial_{\mu_s}(1/\mu_c)(\sigma_d)^2 = (1 - \phi) \frac{1}{(\mu_s)^2} C^2 \quad (7.23)$$

En introduisant (7.21) dans (7.23), on obtient donc :

$$\mathcal{A}'_{\mu}(\sigma_m)^2 + \mathcal{B}'_{\mu}(\sigma_d)^2 = (1 - \phi) C^2 \quad (7.24)$$

Il s'agit d'un critère elliptique dont la taille dépend de la porosité ( $\phi$ ) et du coefficient du Poisson de la phase solide de la couche microporeuse ( $\nu$ ).

Dans le cas d'une phase solide incompressible ( $\nu=0,5$ ) :

$$\nu = 0,5 \quad \mathcal{A}'_{\mu} = \frac{\phi(3 - \phi)}{4(1 - 2\phi)(1 - \phi)} \text{ et } \mathcal{B}'_{\mu} = \frac{(3 - \phi)}{3(1 - 2\phi)} \quad (7.25)$$

Le critère (7.24) prend donc la forme suivante ( $\nu=0,5$ ) :

$$\frac{\phi(3 - \phi)}{4(1 - \phi)}(\sigma_m)^2 + (1 - \frac{1}{3}\phi)(\sigma_d)^2 = C^2(1 - \phi)(1 - 2\phi) \quad (7.26)$$

Il est intéressant de noter que, dans le cas d'une phase solide incompressible, le critère d'élasticité est identique à celui obtenu par homogénéisation non-linéaire (cf. 6.34).

On compare, à la figure 7.2, le domaine de résistance de la couche microporeuse obtenu par l'analyse ductile (cf. 6.34) au domaine d'élasticité obtenu par l'analyse fragile pour différentes valeurs de  $\nu$  et pour les valeurs  $\phi = 0,35$  et  $C=100$  MPa. Les paramètres géométriques intrinsèques  $\eta_f$  et  $f_c$  sont respectivement de 0,45 et 0,27. On remarque que l'analyse fragile donne un critère très approché au critère obtenu par analyse ductile et le coefficient de Poisson du solide a un effet très faible sur le critère d'élasticité de la couche microporeuse.

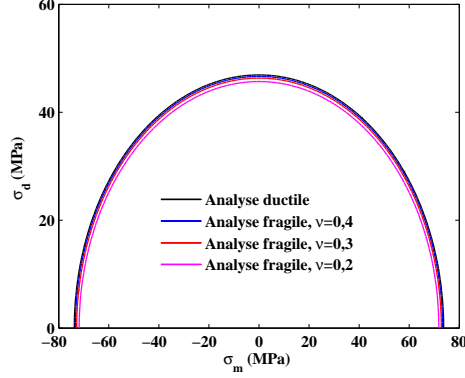


Figure 7.2 – Comparaison des critères

### 7.1.2 Homogénéisation à l'échelle mésoscopique

A l'échelle mésoscopique, la couche microporeuse est regardée de façon homogénéisée. Son comportement est alors élastique linéaire isotrope, caractérisé par :

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbb{C}_c : \boldsymbol{\epsilon} \text{ avec } \mathbb{C}_c = 3k_c\mathbb{J} + 2\mu_c\mathbb{K} \quad (7.27)$$

Pour obtenir le critère macroscopique, on utilise les expressions (6.16) et (6.17) qui relient la contrainte macroscopique à la moyenne des déformations dans la couche microporeuse .

$$4f_c \overline{\epsilon_d^2}^{(c)} = -\partial_\mu(1/k_{ac})\Sigma_m^2 - \partial_\mu(1/\mu_{ac})\Sigma_d^2 \quad (7.28)$$

$$f_c \overline{\epsilon_v^2}^{(c)} = -\partial_k(1/k_{ac})\Sigma_m^2 - \partial_k(1/\mu_{ac})\Sigma_d^2 \quad (7.29)$$

On rappelle ici les notations  $\partial_\mu \Delta = \partial \Delta / \partial \mu_c$  et  $\partial_k \Delta = \partial \Delta / \partial k_c$ .

Comme le matériau est dans la phase d'un comportement élastique linéaire, la moyenne des déformations dans la couche est reliée à celle des contraintes par les expressions suivantes :

$$\overline{\epsilon_d^2}^{(c)} = \frac{1}{2} \overline{(\boldsymbol{\sigma}_d : \boldsymbol{\sigma}_d)}^{(c)} \frac{1}{(2\mu_c)^2} \quad (7.30)$$

$$\overline{\epsilon_v^2}^{(c)} = \overline{\sigma_m^2}^{(c)} \frac{1}{(k_c)^2} \quad (7.31)$$

Prenant la moyenne de (7.24) sur la couche microporeuse à l'échelle mésoscopique, on obtient :

$$\overline{\sigma_m^2}^{(c)} \mathcal{A}'_\mu + \overline{\sigma_d^2}^{(c)} \mathcal{B}'_\mu = (1 - \phi) C^2 \quad (7.32)$$

En remplaçant (7.30) et (7.31) dans (7.28) et (7.29), on obtient :

$$\overline{\sigma_d^2}^{(c)} = -(\partial_\mu(1/k_{ac})\Sigma_m^2 + \partial_\mu(1/\mu_{ac})\Sigma_d^2) \frac{(\mu_c)^2}{f_c} \quad (7.33)$$

$$\overline{\sigma_m^2}^{(c)} = -(\partial_k(1/k_{ac})\Sigma_m^2 + \partial_k(1/\mu_{ac})\Sigma_d^2) \frac{(k_c)^2}{f_c} \quad (7.34)$$

La détermination des quantités  $\partial_\mu(1/k_{ac})$ ,  $\partial_\mu(1/\mu_{ac})$ ,  $\partial_k(1/k_{ac})$  et  $\partial_k(1/\mu_{ac})$  a été présentée dans la section 6.1.2. On rappelle ici ses expressions simplifiées :

$$\partial_\mu(1/k_{ac}) = -\frac{\mathcal{A}_\mu}{(\mu_c)^2} \text{ et } \partial_\mu(1/\mu_{ac}) = -\frac{\mathcal{B}_\mu}{(\mu_c)^2} \quad (7.35)$$

$$\partial_k(1/k_{ac}) = -\frac{\mathcal{A}_k}{(k_c)^2} \text{ et } \partial_k(1/\mu_{ac}) = -\frac{\mathcal{B}_k}{(k_c)^2} \quad (7.36)$$

Dans lesquelles,  $\mathcal{A}_\mu$ ,  $\mathcal{B}_\mu$ ,  $\mathcal{A}_k$  et  $\mathcal{B}_k$  sont des fonctions sans dimension qui dépendent du paramètre  $\rho$  (cf. Tableau 7.1), de la fraction volumique de l'espace mésoporeux  $f$  et du paramètre  $\chi$ . Où  $\chi = k_c/\mu_c$  est une fonction sans dimension de  $k_s$ ,  $\mu_s$  et  $\phi$ . Notons que les valeurs de  $k_s$  et  $\mu_s$  ont été estimées dans la section 5.6 ( $k_s=58,5$  GPa;  $\mu_s=13,8$  GPa). Les expressions de  $\mathcal{A}_\mu$ ,  $\mathcal{B}_\mu$ ,  $\mathcal{A}_k$  et  $\mathcal{B}_k$  sont données dans l'annexe B (cf. B.6, B.9, B.12, B.14).

En introduisant (7.35) et (7.36) dans (7.33) et (7.34), on obtient :

$$\overline{(\sigma_d^2)^{(c)}} = (\mathcal{A}_\mu \Sigma_m^2 + \mathcal{B}_\mu \Sigma_d^2) \frac{1}{f_c} \quad (7.37)$$

$$\overline{(\sigma_m^2)^{(c)}} = (\mathcal{A}_k \Sigma_m^2 + \mathcal{B}_k \Sigma_d^2) \frac{1}{f_c} \quad (7.38)$$

En introduisant (7.37) et (7.38) dans (7.32), on aboutit à un critère macroscopique sous la forme :

$$\frac{(\Sigma_m)^2}{\mathcal{M}} + \frac{(\Sigma_d)^2}{\mathcal{N}} = Q \quad (7.39)$$

où  $\mathcal{M} = \mathcal{M}(k_s, \mu_s, C, \rho, f, \phi)$ ,  $\mathcal{N} = \mathcal{N}(k_s, \mu_s, C, \rho, f, \phi)$  et  $Q = Q(k_s, \mu_s, C, \rho, f, \phi)$ . Il s'agit d'un critère elliptique dont la taille dépend de la constante  $C$  et des propriétés élastiques de la phase solide de la couche microporeuse ( $k_s$  et  $\mu_s$ ) ainsi que des propriétés géométriques du matériau ( $\rho, f, \phi$ ).

On compare, pour les mêmes propriétés géométriques, à la figure 7.3 le domaine de résistance obtenu par l'analyse ductile aux domaines d'élasticité obtenus par l'analyse fragile correspondant à deux cas : phase solide de la couche microporeuse incompressible et  $k_s=58,5$  GPa;  $\mu_s=13,8$  GPa.

On constate que le domaine de résistance obtenu par l'analyse ductile est sensiblement plus grand que le domaine d'élasticité obtenu par l'analyse fragile. Pour un critère de type von Mises, le module de compressibilité ( $k_s$ ) n'a pas d'effet significatif sur la limite d'élasticité macroscopique du matériau dans la gamme explorée (entre 58,5 GPa et  $\infty$ ). L'hypothèse d'une phase solide de la couche microporeuse incompressible permet de modéliser la limite d'élasticité macroscopique de façon beaucoup plus simple sur le plan analytique.

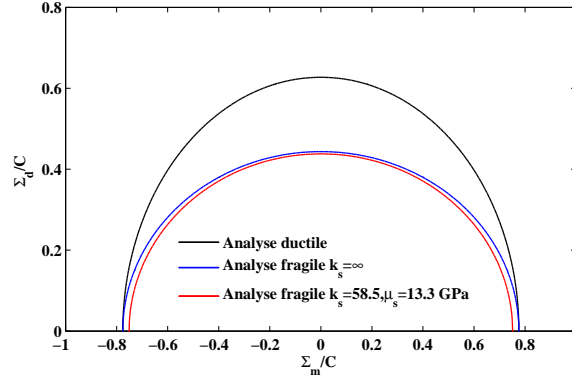


Figure 7.3 – Comparaison des critères macroscopiques  $\Phi=0,175$

### 7.1.3 Application

On présente maintenant l'application du modèle à l'étude de la rupture fragile du calcaire d'Euville. Les données expérimentales à l'échelle macroscopique montrent une rupture nettement fragile pour une pression de confinement effective de 1 MPa. Le mode de rupture fragile se traduit par un comportement élastique linéaire de l'échantillon jusqu'à la rupture. Notre modèle est adapté pour modéliser ce type de rupture.

Lorsque les propriétés géométriques intrinsèques ( $\eta_f$  et  $f_c$ ) sont définies (cf. Tableau 7.1), le critère d'élasticité macroscopique dépend de la constante  $C$ , des propriétés élastiques de la phase solide de la couche microporeuse ( $k_s$  et  $\mu_s$ ) et de la porosité  $\Phi$ . Cette dernière intervient dans le modèle via la fraction volumique de l'espace mésoporeux ( $f$ ) et la porosité dans la couche microporeuse ( $\phi$ ) (cf. 6.57). On rappelle que l'expression (6.57) n'est valable que pour calculer les propriétés géométriques des échantillons à l'état initial.

L'estimation des propriétés élastiques de la phase solide de la couche a été présentée dans la section 5.6 ( $k_s=58,5$  GPa et  $\mu_s=13,8$  GPa). Seule la constante  $C$  de sa phase solide reste à définir. Pour ce fait, on détermine  $C$  par analyse inverse en calant les résultats du modèle par rapport aux données expérimentales à l'état intact.

Le tableau 7.2 présente les données à la rupture des échantillons intacts testés à 1 MPa de pression de confinement effective ainsi que les valeurs de la constante  $C$  déduites par l'analyse inverse. On remarque que les valeurs de  $C$  obtenues sont très proches. Cela permet de garder la valeur 72 MPa comme la valeur de la constante  $C$  du matériau pour alimenter le modèle. Le domaine d'élasticité est obtenu en introduisant  $k_s$ ,  $\mu_s$ ,  $C$ ,  $\rho$ ,  $f$  et  $\phi$  dans l'expression (7.39).

Échantillon	$\Phi$	$\phi$	$\Sigma_m$ (MPa)	$\Sigma_d$ (MPa)	$p'_c$ (MPa)	$C$ (MPa)
B29	0,169	0,365	11,6	31,7	1	72
H12	0,181	0,369	10,4	28,7	1	72,2

Tableau 7.2 – Données à la rupture des échantillons testés à 1 MPa de pression de confinement effective et les valeurs de  $C$  obtenues par l'analyse inverse

Dans notre approche, la diminution de la résistance à la rupture des échantillons altérés est captée par la diminution de celle de la couche d'interphase microporeuse, qui trouve son origine dans l'augmentation de la microporosité due à la dissolution chimique. Rappelons que l'étude de l'évolution de la microstructure sous l'effet de l'altération (cf. §3.2) a suggéré que l'altération chimique n'a pas induit un effet significatif sur l'espace mésoporeux intergranulaire dont la paroi est principalement constituée de zones microporeuses sur lesquelles agit l'altération. Cela implique que  $f$  et  $\rho$  sont inchangés par rapport au matériau intact après l'altération chimique et la porosité de la couche après l'altération  $\phi_a$  est égale à  $\phi + \Delta\Phi/f_c$ .

Pour modéliser le domaine de résistance des échantillons altérés, il suffit d'introduire les valeurs de  $k_s$ ,  $\mu_s$ ,  $\rho$ ,  $C$  et  $f$ , et de remplacer  $\phi$  par  $\phi_a$  dans l'expression (7.39).

Le tableau 7.3 donne les données à la rupture des échantillons altérés avec leurs porosités intactes et altérées. La figure 7.4 compare les limites d'élasticité modélisées aux résistances mesurées sur les échantillons intacts et altérés testés à 1 MPa de pression de confinement effective. On remarque que les résultats du modèle sont en accord avec les données expérimentales obtenues. Le modèle reproduit très bien la rupture fragile sur les séries des données disponibles. Compte tenu de la limite des données expérimentales, il faut cependant rester prudent sur la validation du modèle. Les données expérimentales supplémentaires à ce niveau de confinement sont à compléter.

Échantillon	$\Phi$	$f$	$\phi$	$\Delta\Phi$	$\phi_a$	$\Sigma_m$	$\Sigma_d$	$p'_c$
H20	0,176	0,079	0,359	0,01	0,396	8,9	23,4	1
B31	0,173	0,078	0,352	0,017	0,415	8,1	21,2	1

Tableau 7.3 – Données à la rupture des échantillons altérés testés à 1 MPa de pression de confinement effective

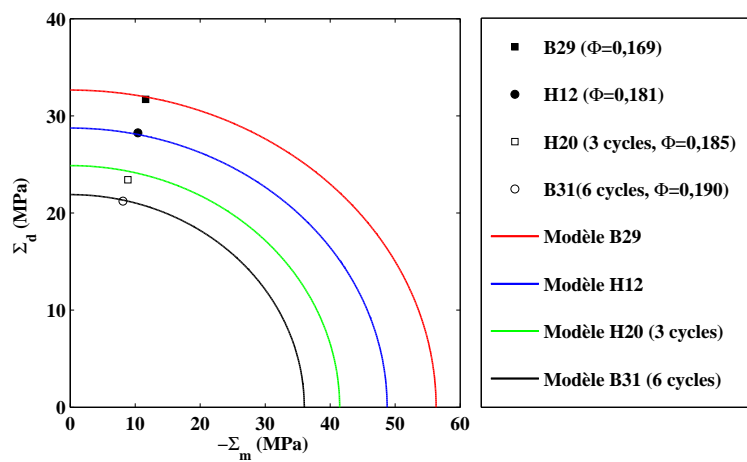


Figure 7.4 – Comparaison entre les données expérimentales et les résultats de la modélisation

## 7.2 Critère Drucker-Prager

Dans cette partie, on s'intéresse à modéliser la limite d'élasticité macroscopique dans le cas où le solide de la couche microporeuse est de type Drucker-Prager. L'hypothèse utilisée dans la partie précédente reste valable dans cette partie. On cherche tout d'abord à définir la limite d'élasticité de la couche microporeuse. Le critère macroscopique est déduit en basant sur le dernier.

### 7.2.1 Homogénéisation à l'échelle microscopique

Le critère de la phase solide de la couche microporeuse est un critère frottant Drucker-Prager. Contrairement à von Mises,  $f^s$  dépend de la pression de confinement :

$$f^s(\tilde{\boldsymbol{\sigma}}) = \alpha \left( \frac{1}{3} \text{tr}(\tilde{\boldsymbol{\sigma}}) - h \right) + \sqrt{\tilde{J}_2} \leq 0 \quad (7.40)$$

où  $\alpha$  et  $h$  désignent respectivement le coefficient de frottement et la résistance en traction isotrope. Les relations entre la contrainte mésoscopique et la moyenne des déformations dans la phase solide s'écrivent :

$$(1 - \phi) \epsilon_v^s = \frac{\sigma_m}{k_s} \quad (7.41)$$

$$4(1 - \phi) \epsilon_d^{s2} = -(\sigma_m)^2 \frac{\partial}{\partial \mu_s} \left( \frac{1}{k_c} \right) - (\sigma_d)^2 \frac{\partial}{\partial \mu_s} \left( \frac{1}{\mu_c} \right) \quad (7.42)$$

où

$$\sigma_m = \frac{1}{\Omega_c} \int_{\Omega_c} \frac{1}{3} \text{tr}(\tilde{\boldsymbol{\sigma}}) dV \text{ et } \sigma_d = \sqrt{\frac{1}{2} \boldsymbol{\sigma}_d : \boldsymbol{\sigma}_d}, \text{ avec } \boldsymbol{\sigma}_d = \frac{1}{\Omega_c} \int_{\Omega_c} \tilde{\boldsymbol{\sigma}}_d dV \quad (7.43)$$

$$\epsilon_v^s = \frac{1}{\Omega_c^s} \int_{\Omega_c^s} \text{tr}(\tilde{\boldsymbol{\epsilon}}) dV \text{ et } \epsilon_d^{s2} = \frac{1}{\Omega_c^s} \int_{\Omega_c^s} \tilde{\epsilon}_d^2 dV \text{ avec } \tilde{\epsilon}_d^2 = \frac{1}{2} \tilde{\boldsymbol{\epsilon}}_d : \tilde{\boldsymbol{\epsilon}}_d \quad (7.44)$$

On rappelle que l'indice ( $s$ ) désigne la phase solide de la couche microporeuse.

Le comportement de la phase solide est élastique linéaire isotrope, caractérisé par :

$$\tilde{\boldsymbol{\sigma}} = \mathbb{C}_s : \tilde{\boldsymbol{\epsilon}} \text{ avec } \mathbb{C}_s = 3k_s \mathbb{J} + 2\mu_s \mathbb{K} \quad (7.45)$$

alors :

$$\tilde{\sigma}_m = k_s \tilde{\epsilon}_v \text{ et } \tilde{\sigma}_d = 2\mu_s \tilde{\epsilon}_d \quad (7.46)$$

En utilisant (7.7) et (7.46), on obtient :

$$\begin{aligned} \tilde{\epsilon}_d^2 &= \frac{1}{4(\mu_s)^2} \tilde{\sigma}_d^2 \\ \tilde{\epsilon}_v &= \frac{1}{k_s} \tilde{\sigma}_m \end{aligned} \quad (7.47)$$

Prenant la moyenne de (7.47) sur la phase solide, on obtient :

$$\overline{\epsilon_d^2}^{(s)} = \frac{1}{4(\mu_s)^2} \overline{\sigma_d^2}^{(s)} = \epsilon_d^{s2} \quad (7.48)$$

$$\overline{\epsilon_v}^{(s)} = \frac{1}{(k_s)} \overline{\sigma_m}^{(s)} = \epsilon_v^s \quad (7.49)$$

Lorsque la phase solide de la couche microporeuse atteint le critère, les moyennes des contraintes dans la phase solide satisfont la condition suivante :

$$\mu_s = \alpha \frac{h - k_s \overline{\epsilon_v}^{(s)}}{2\sqrt{\overline{\epsilon_d^2}^{(s)}}} = \alpha \frac{h - k_s \epsilon_v^s}{2\sqrt{\epsilon_d^{s2}}} \quad (7.50)$$

Combinant (7.41) avec (7.50), on obtient donc :

$$4(1 - \phi)\epsilon_d^{s2} = \frac{1}{(1 - \phi)(\mu_s)^2} \alpha^2 (h(1 - \phi) - \sigma_m)^2 \quad (7.51)$$

Remplaçant (7.51) dans (7.42), on obtient :

$$-\frac{\partial}{\partial \mu_s} \left( \frac{1}{k_c} \right) (\sigma_m)^2 - \frac{\partial}{\partial \mu_s} \left( \frac{1}{\mu_c} \right) (\sigma_d)^2 - \frac{\alpha^2}{(1 - \phi)(\mu_s)^2} (h(1 - \phi) - \sigma_m)^2 = 0 \quad (7.52)$$

En utilisant l'expression (7.21) pour déterminer  $\partial_{\mu_s}(1/k_c)$  et  $\partial_{\mu_s}(1/\mu_c)$ , on obtient :

$$\mathcal{A}'_{\mu} (\sigma_m)^2 + \mathcal{B}'_{\mu} (\sigma_d)^2 - \frac{\alpha^2}{(1 - \phi)} (\sigma_m - h(1 - \phi))^2 = 0 \quad (7.53)$$

L'expression (7.53) est une ellipse lorsque  $\alpha < \sqrt{(1 - \phi)\mathcal{A}'_{\mu}}$ .

Dans le cas d'une phase solide incompressible ( $\nu=0,5$ ) :

$$\nu = 0,5 \quad \mathcal{A}'_{\mu} = \frac{\phi(3 - \phi)}{4(1 - 2\phi)(1 - \phi)} \quad \text{et} \quad \mathcal{B}'_{\mu} = \frac{(3 - \phi)}{3(1 - 2\phi)} \quad (7.54)$$

Le critère (7.53) devient donc :

$$\frac{\alpha^2 h^2 (1 - \phi)^2}{1 - \phi - \alpha^2 K} = (\sigma_m - \beta)^2 \left( \frac{1}{K} - \frac{\alpha^2}{1 - \phi} \right) + (\sigma_d)^2 \frac{1}{M} \quad (7.55)$$

où

$$\beta = -\frac{\alpha^2 h}{1/K - \alpha^2 (1 - \phi)}, \quad K = 4 \frac{(1 - 2\phi)(1 - \phi)}{\phi(3 - \phi)}; \quad M = 3 \frac{(1 - 2\phi)}{(3 - \phi)} \quad (7.56)$$

On retrouve ici le critère de résistance obtenu par l'analyse ductile (cf. 6.60) lorsque la phase solide de la couche est incompressible (Fritsch et al., 2007).

## 7.2.2 Moyenne de la contrainte sphérique

La démarche d'homogénéisation conduite avec la phase solide de Drucker-Prager nécessite une estimation de la moyenne de la contrainte sphérique dans la couche microporeuse.

Quelle que soit la déformation auxiliaire  $\mathbf{E}_0$ , la moyenne du champ de déformation sur le domaine  $\Omega_c$  à l'échelle mésoscopique s'écrit :

$$\bar{\boldsymbol{\epsilon}}^{(c)} = (A_c^{sph} \mathbb{J} + A_c^{dev} \mathbb{K}) : \mathbf{E}_0 \quad (7.57)$$

Le domaine  $\Omega_c$  étant constitué d'un matériau homogène de rigidité  $\mathbb{C}_c$ , la moyenne du champ de contrainte sur ce domaine est :

$$\bar{\boldsymbol{\sigma}}^{(c)} = \mathbb{C}_c : \bar{\boldsymbol{\epsilon}}^{(c)} = \mathbb{C}_c : (A_c^{sph} \mathbb{J} + A_c^{dev} \mathbb{K}) : \mathbf{E}_0 \quad (7.58)$$

Il ne reste plus qu'à prendre le tiers de la trace de cette expression, pour obtenir :

$$\frac{1}{3} \text{tr}(\bar{\boldsymbol{\sigma}}^{(c)}) = 3k_c A_c^{sph} E_{0m} \quad (7.59)$$

L'expression de  $A_c^{sph}$  a été déduite en résolvant le deuxième problème auxiliaire d'homogénéisation linéaire (5.16) en tenant compte le fait que  $k_{noy} \rightarrow \infty$  et  $\mu_{noy} \rightarrow \infty$ .  $A_c^{sph}$  possède la structure suivante :

$$A_c^{sph} = \frac{(3k_{ac} + 4\mu_{ac})(1 + \rho)^3}{4\kappa\mu_{ac} + \mathcal{F}} \quad (7.60)$$

Par ailleurs, la contrainte moyenne  $\Sigma_m = \bar{\sigma}_m$  sur l'ensemble du VER est reliée à  $E_{0m}$  par :

$$\Sigma_m = (1 - f) \frac{(3k_{ac} + 4\mu_{ac})\mathcal{F}}{4\kappa\mu_{ac} + \mathcal{F}} E_{0m} \quad (7.61)$$

On a ainsi établi :

$$\bar{\sigma}_m^{(c)} = \mathcal{D} \Sigma_m \quad (7.62)$$

où

$$\mathcal{D} = \frac{3k_c(1 + \rho)^3}{(1 - f)\mathcal{F}} \text{ et } \mathcal{F} = 3k_c(\rho + 1)^3 + 4\mu_c \quad (7.63)$$

En remplaçant  $\chi = k_c/\mu_c$  dans l'expression (7.63), on obtient  $\mathcal{D}$  une fonction sans dimension qui dépend de  $\chi$ ,  $f$ ,  $\rho$  et  $\phi$ .

$$\mathcal{D} = \frac{3\chi(1 + \rho)^3}{(1 - f)(3\chi(\rho + 1)^3 + 4)} \quad (7.64)$$

## 7.2.3 Homogénéisation à l'échelle mésoscopique

Il s'agit maintenant de déterminer le critère d'élasticité macroscopique à partir du critère et du comportement de la couche microporeuse. A l'échelle mésoscopique, la couche microporeuse est regardée de façon homogénéisée. Son comportement est élastique linéaire isotrope, caractérisé par :

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbb{C}_c : \boldsymbol{\epsilon} \text{ avec } \mathbb{C}_c = 3k_c \mathbb{J} + 2\mu_c \mathbb{K} \quad (7.65)$$

Les moyennes quadratiques des déformations déviatorique équivalente et sphérique dans la couche microporeuse sont liées au chargement macroscopique par les équations suivantes :

$$4f_c \overline{\epsilon_d^2}^{(c)} = -\partial_\mu(1/k_{ac})\Sigma_m^2 - \partial_\mu(1/\mu_{ac})\Sigma_d^2 \quad (7.66)$$

$$f_c \overline{\epsilon_v^2}^{(c)} = -\partial_k(1/k_{ac})\Sigma_m^2 - \partial_k(1/\mu_{ac})\Sigma_d^2 \quad (7.67)$$

Comme le matériau reste dans la phase d'un comportement élastique linéaire, les moyennes quadratiques des déformations déviatorique et sphérique dans la couche sont reliées à celles de la contrainte par :

$$\overline{\epsilon_d^2}^{(c)} = \frac{1}{(2\mu_c)^2} \overline{\sigma_d^2}^{(c)} \quad (7.68)$$

$$\overline{\epsilon_v^2}^{(c)} = \overline{\sigma_m^2}^{(c)} \frac{1}{(k_c)^2} \quad (7.69)$$

En remplaçant (7.68) et (7.69) dans (7.66) et (7.67), on obtient :

$$(\overline{\sigma_d^2}^{(c)}) = -(\partial_\mu(1/k_{ac})\Sigma_m^2 + \partial_\mu(1/\mu_{ac})\Sigma_d^2) \frac{(\mu_c)^2}{f_c} \quad (7.70)$$

$$(\overline{\sigma_m^2}^{(c)}) = -(\partial_k(1/k_{ac})\Sigma_m^2 + \partial_k(1/\mu_{ac})\Sigma_d^2) \frac{(k_c)^2}{f_c} \quad (7.71)$$

La détermination des quantités  $\partial_\mu(1/k_{ac})$ ,  $\partial_\mu(1/\mu_{ac})$ ,  $\partial_k(1/k_{ac})$  et  $\partial_k(1/\mu_{ac})$  a déjà été présentée dans le cas de von Mises. On rappelle ici ses expressions simplifiées :

$$\partial_\mu(1/k_{ac}) = -\frac{\mathcal{A}_\mu}{(\mu_c)^2} \text{ et } \partial_\mu(1/\mu_{ac}) = -\frac{\mathcal{B}_\mu}{(\mu_c)^2} \quad (7.72)$$

$$\partial_k(1/k_{ac}) = -\frac{\mathcal{A}_k}{(k_c)^2} \text{ et } \partial_k(1/\mu_{ac}) = -\frac{\mathcal{B}_k}{(k_c)^2} \quad (7.73)$$

Dans lesquelles  $\mathcal{B}_\mu$ ,  $\mathcal{A}_\mu$ ,  $\mathcal{A}_k$  et  $\mathcal{B}_k$  sont des fonctions sans dimension qui dépendent uniquement de  $\chi$ ,  $f$  et  $\rho$  avec  $\chi = k_c/\mu_c$  est une fonction de  $(k_s, \mu_s$  et  $\phi)$ . Ses expressions sont données dans l'annexe B (cf. B.6, B.9, B.12, B.14).

En remplaçant (7.72) et (7.73) dans (7.70) et (7.71), on obtient :

$$(\overline{\sigma_d^2}^{(c)}) = (\mathcal{A}_\mu \Sigma_m^2 + \mathcal{B}_\mu \Sigma_d^2) \frac{1}{f_c} \quad (7.74)$$

$$(\overline{\sigma_m^2}^{(c)}) = (\mathcal{A}_k \Sigma_m^2 + \mathcal{B}_k \Sigma_d^2) \frac{1}{f_c} \quad (7.75)$$

Prenant la moyenne de (7.53) sur la couche microporeuse, on obtient :

$$\mathcal{A}'_\mu (\overline{\sigma_m^2}^{(c)}) + \mathcal{B}'_\mu (\overline{\sigma_d^2}^{(c)}) + \frac{\alpha^2}{(1-\phi)} (\overline{\sigma_m}^{(c)} - h(1-\phi))^2 = 0 \quad (7.76)$$

En introduisant (7.74), (7.75) et (7.62) dans (7.76), on aboutit à un critère macroscopique de la forme :

$$\frac{(\Sigma_m - M)^2}{\mathcal{M}} + \frac{(\Sigma_d)^2}{\mathcal{N}} = Q \quad (7.77)$$

où  $\mathcal{M}$ ,  $\mathcal{N}$  et  $M$  sont des fonctions de  $k_s$ ,  $\mu_s$ ,  $f$ ,  $\rho$ ,  $\phi$ ,  $h$  et  $\alpha$ . Il s'agit d'un critère elliptique dont la taille et le centre dépendent de la résistance en traction  $h$ , du coefficient de frottement  $\alpha$  des propriétés élastique de la phase solides de la couche microporeuse ainsi que des propriétés géométriques du matériau ( $\rho$ ,  $f$ ,  $\phi$ ).

On compare, pour les mêmes propriétés géométriques, à la figure 7.5, le domaine de résistance obtenu par l'analyse ductile aux domaines d'élasticité obtenus par l'analyse fragile correspondant à deux cas : phase solide incompressible et  $k_s=58,5$  GPa et  $\mu_s=13,8$  GPa. Les paramètres géométriques intrinsèques  $\eta_f$  et  $f_c$  sont respectivement de 0,45 et 0,27. Contrairement à von Mises, on remarque la différence entre le cas d'une phase solide incompressible et celui de  $k_s=58,5$  GPa et  $\mu_s=13,8$  GPa. Le module de compressibilité ( $k_s$ ) de la phase solide de la couche microporeuse a effet sur le domaine d'élasticité macroscopique.

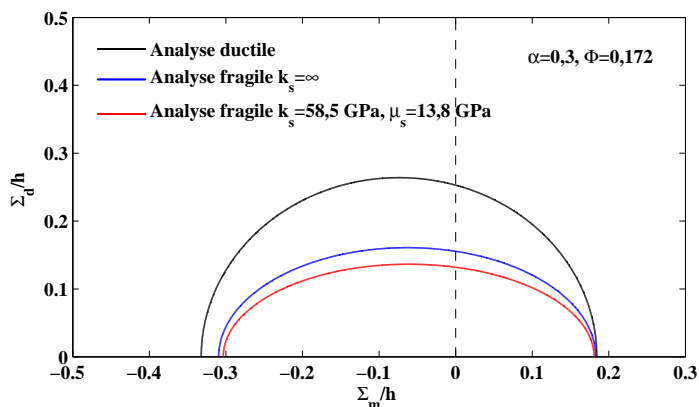


Figure 7.5 – Comparaison des critères macroscopiques pour  $\Phi=0,172$

## 7.2.4 Application

Comme dans la partie précédente, on cherche à modéliser la rupture fragile du calcaire d'Euville. Le coefficient de frottement  $\alpha$  et la résistance en traction  $h$  sont les propriétés restant à définir. Le calage entre les résultats du modèle par rapport aux données expérimentales des échantillons intacts donne une valeur de  $h = 191$  MPa et de  $\alpha=0,35$  pour les propriétés mécaniques de la phase solide de la couche microporeuse. La détermination du domaine d'élasticité des échantillons intacts et altérés a été abordée dans la section 7.1.3.

La figure 7.6 présente le critère d'élasticité macroscopique modélisé de l'ensemble des échantillons intacts et altérés ainsi que leurs données expérimentales. Le modèle reproduit très bien les données à la rupture des échantillons à deux états intact et altéré. Compte tenu de la limite des données expérimentales, il faut cependant rester prudent sur la validation du modèle. Des données expérimentales complémentaires à ce niveau de confinement sont nécessaires.

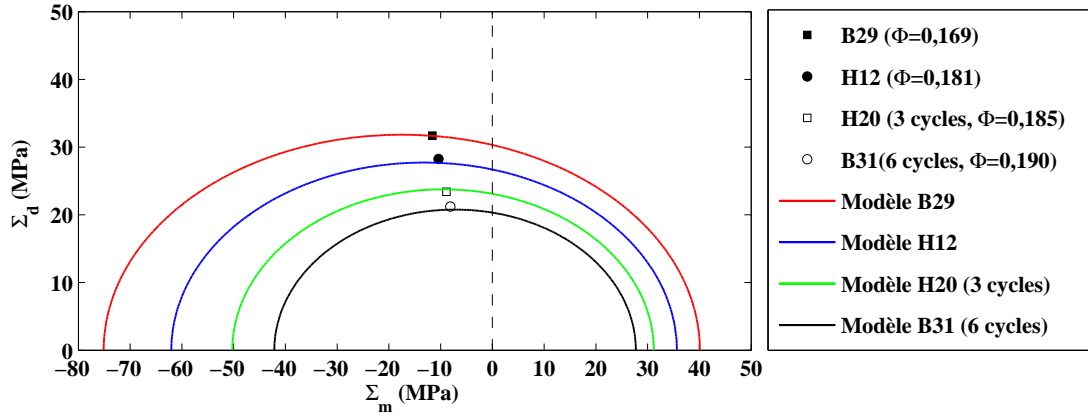


Figure 7.6 – Comparaison entre les données expérimentales et les résultats de la modélisation des échantillons testés à 1 MPa de pression de confinement effective

### 7.3 Conclusion

On a construit un critère de limite d'élasticité à l'échelle macroscopique à partir d'un critère de rupture local de type von Mises et Drucker Prager donné sur les contraintes dans la phase solide de la couche microporeuse. L'intérêt est de donner une comparaison entre le domaine d'élasticité obtenu par cette approche avec le domaine de résistance obtenu par analyse ductile. Il faut rester conscient du fait que ce choix de critère local ne décrit pas précisément les micromécanismes de la rupture intervenant à l'échelle microscopique. La rupture fragile du carbonate semble survenir par le développement local des microfissures autour des pores dans le milieu (Zhu et al., 2010). Il s'agit d'un compromis assurant la faisabilité, du point de vue technique, du développement du modèle.

On obtient un bon accord entre les données expérimentales avec les résultats de la modélisation. Compte tenu de la limite des données expérimentales, il faut cependant rester prudent sur la validation du modèle.

## Conclusions et perspectives



Les études expérimentales et théoriques conduites au cours de ce travail de recherche avaient pour objectif de caractériser et de modéliser le comportement du calcaire d'Euville sous l'effet d'une altération chimique.

Concernant les travaux au laboratoire, la méthode d'altération chimique mettant en œuvre de l'acide retard constitue le cœur de notre étude. Autour de cette technique qui garantit l'homogénéité de l'altération et permet donc de conserver la nature de volume élémentaire représentatif de l'échantillon après altération, une méthodologie expérimentale globale a été développée pour étudier l'impact chimique sur le comportement hydromécanique du calcaire d'Euville. Les résultats obtenus précisent l'influence de l'altération chimique sur les propriétés pétrophysiques et géomécaniques ainsi que la microstructure du calcaire étudié.

Du point de vue des propriétés pétrophysiques, les cycles de traitement acide induisent une augmentation contrôlée de la porosité. L'évolution de la perméabilité montre différentes tendances en fonction du niveau de l'altération. Les échantillons soumis à 6 cycles de traitement d'acide montrent une nette augmentation de la perméabilité. Cette augmentation s'explique par l'accroissement de la taille moyenne des seuils d'accès aux pores due à la dissolution de calcite. Les échantillons soumis à trois cycles de traitement acide ne montrent pas de tendance similaire. La perméabilité présente une augmentation ou une diminution d'amplitude modérée alors qu'un gain d'une unité de porosité (1%) a été obtenu après altération chimique. L'effet combiné d'une faible augmentation des rayons d'accès aux pores et d'un dépôt de fines dans les gorges de pore pourrait être à l'origine des résultats observés.

L'étude mécanique démontre la diminution des propriétés élastiques et de la résistance à la rupture des échantillons altérés sous l'effet de l'altération chimique. Le module de cisaillement est le plus influencé et présente une diminution significative. L'effet chimique sur l'évolution de la résistance à la rupture est plus complexe. Il dépend essentiellement du niveau de confinement et de la porosité de l'échantillon étudié. On observe un effet significatif de l'altération chimique sur la résistance à la rupture pour les échantillons ayant subis une pression de confinement élevée. Au contraire, pour les échantillons testés à une faible pression de confinement, seule la porosité semble gouverner leur niveau de rupture.

L'étude de l'évolution de la microstructure de la roche a permis de mieux comprendre les phénomènes mis en jeu à l'échelle microscopique. La caractérisation de la microstructure a révélé une structure granulaire à double porosité du calcaire d'Euville. On observe la présence de grains crinoïdaux, de ciment syntaxial et de lithoclastes. Ces différentes phases ont été formées à partir de cristaux de calcite par différents processus intervenus pendant la diagénèse. L'étude de l'évolution de la microstructure souligne les différents effets de l'acide sur les deux familles de pores : macropores et micropores. Les résultats indiquent une plus grande sensibilité à l'acide des pores de taille intermédiaire.

Concernant les travaux de modélisation, dans le chapitre 5, on a développé un modèle micromécanique permettant de modéliser l'élasticité du calcaire d'Euville et son évolution sous l'ef-

fet de l'altération chimique. Ce modèle, qui recourt à l'homogénéisation des milieux aléatoires, est basé sur un schéma auto-cohérent avec des grains composites comportant un noyau entouré par une couche d'interphase microporeuse qui modélise l'influence combinée du ciment syntaxial et des lithoclastes microporeux sur le comportement macroscopique. Il s'agit d'une morphologie approchée simple et bien adaptée pour mettre en œuvre la technique d'homogénéisation. On obtient un bon accord entre les résultats de la modélisation et les données expérimentales en déterminant certains paramètres microscopiques par analyse inverse.

Le chapitre 6 cherche à modéliser la résistance à la rupture ductile du calcaire d'Euville en mettant en place une technique d'homogénéisation non-linéaire. Le critère proposé est donc en théorie adapté à la modélisation de la rupture de type ductile du géomatériau. Le bon accord entre les résultats de la modélisation et les données expérimentales crédite l'application de ce modèle pour modéliser la résistance dans les domaines des confinements élevés et son évolution sous l'effet de l'altération chimique.

Le chapitre 7 cherche à modéliser la rupture fragile macroscopique du calcaire étudié à partir de la limite d'élasticité macroscopique calculée par homogénéisation. Les critères locaux portent sur les contraintes dans les cristaux. Dès que le critère est atteint, la phase solide concernée ne prend plus aucun effort. Cette représentation n'est évidemment qu'une modélisation des micromécanismes intervenant à l'échelle microscopique. Il s'agit donc d'une simplification pour permettre le développement d'un modèle analytique.

Les travaux réalisés ont apporté des données expérimentales nouvelles sur le comportement hydromécanique et poromécanique du calcaire d'Euville sous l'effet d'une altération chimique et une approche micromécanique permettant de modéliser ces comportements a été proposée. Différents points requièrent des approfondissements. On donne des perspectives de recherche à la suite de cette thèse.

### **Sur le plan expérimental :**

- Une étude plus approfondie de la rupture de calcaire d'Euville pourraient être réalisée en profitant de la progression des techniques d'analyse d'image pour comprendre l'impact de l'altération sur les mécanismes de rupture à l'échelle microscopique. Les données macroscopiques à la rupture restent à compléter.
- Les modules élastiques ont été mesurés sur échantillons distincts à différents niveaux d'altération introduisant ainsi les problématiques de dispersion intrinsèque de la roche dans l'interprétation des résultats. L'adaptation d'une cellule triaxiale à l'altération chimique à l'acide retard semble une piste très prometteuse pour étudier l'effet chimique sur les modules élastiques.
- La mesure des propriétés élastiques dynamiques du calcaire à partir de mesures acoustiques est une piste à explorer afin de pouvoir les comparer avec les données statiques obtenus par essai triaxial.
- La caractérisation de l'évolution de la microstructure reste limitée dans notre approche.

Des études supplémentaires sont nécessaires pour confirmer la tendance observée.

**Sur le plan théorique :**

- La mise en œuvre de schéma d'homogénéisation numérique pour le problème d'interface
- L'approfondissement de l'étude de la transition fragile-ductile



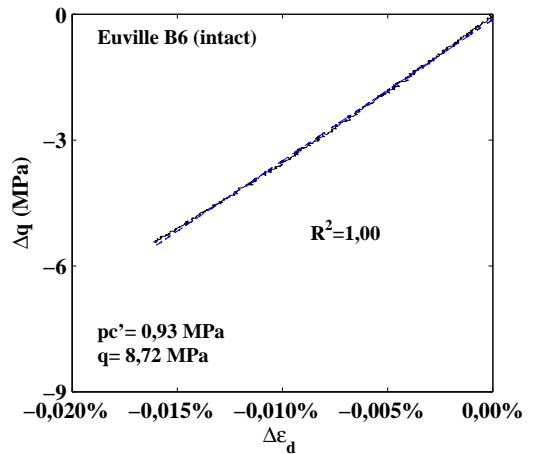
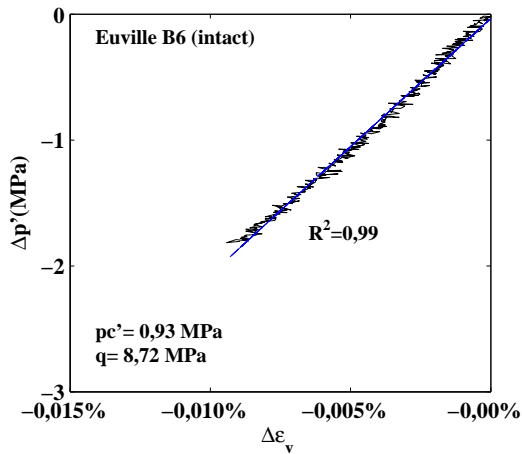
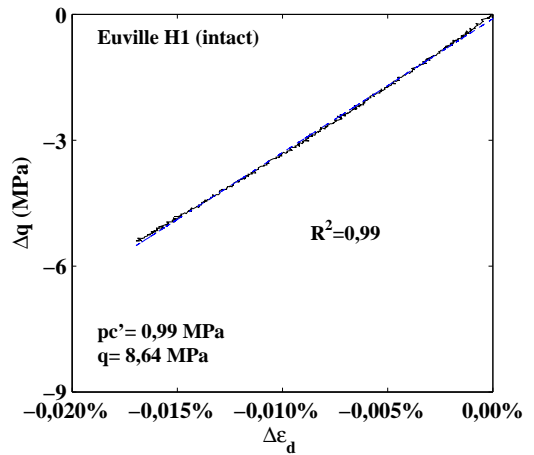
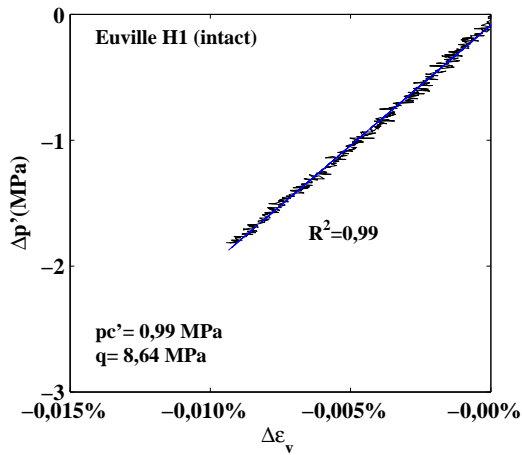
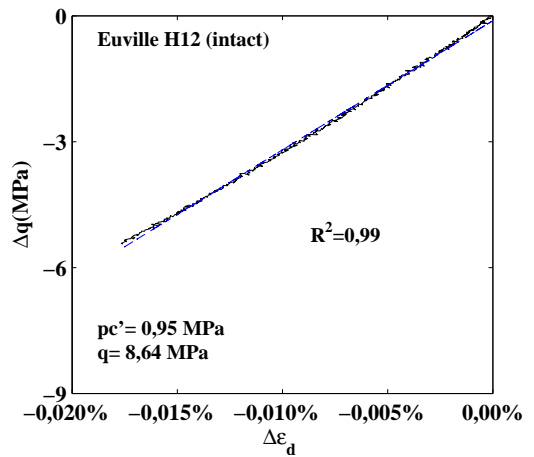
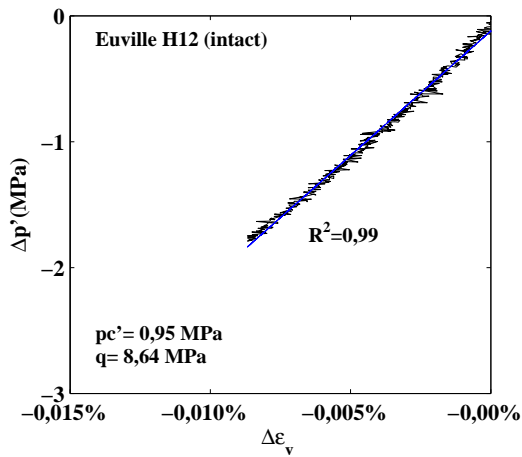
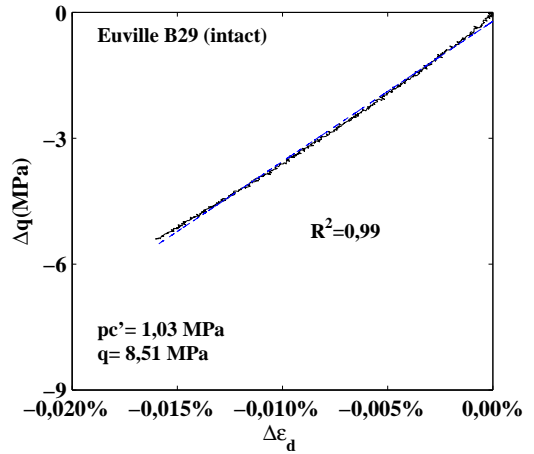
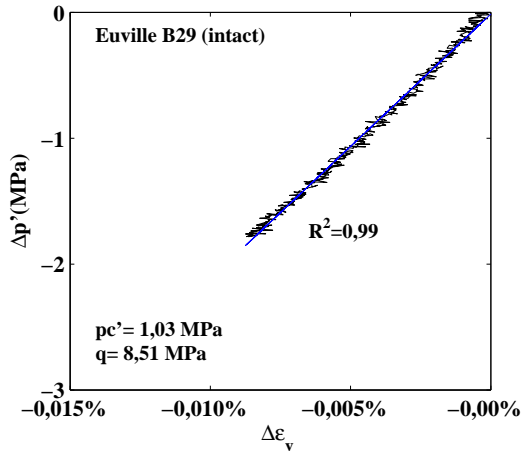
# Annexe A

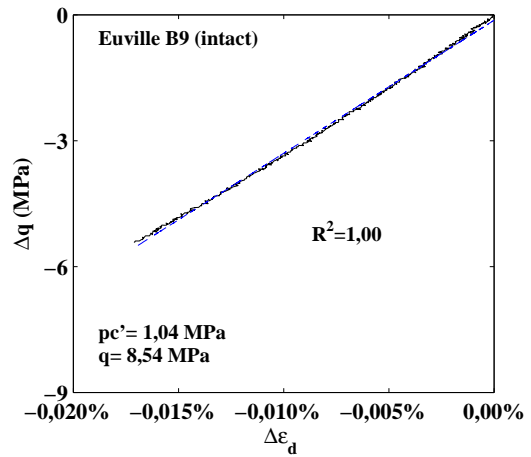
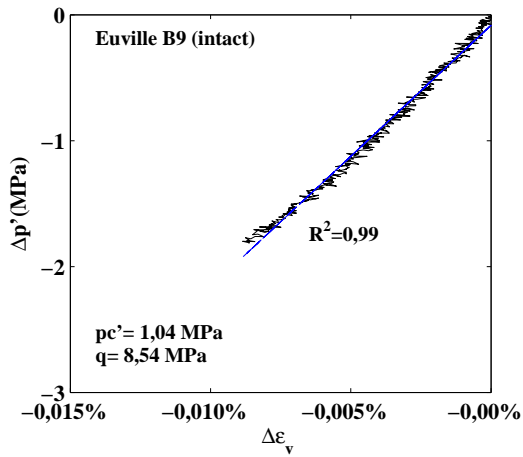
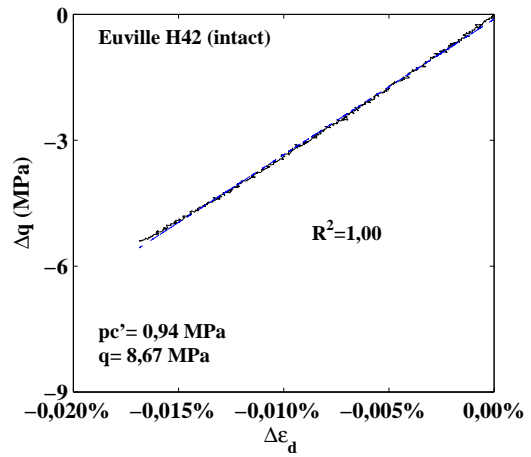
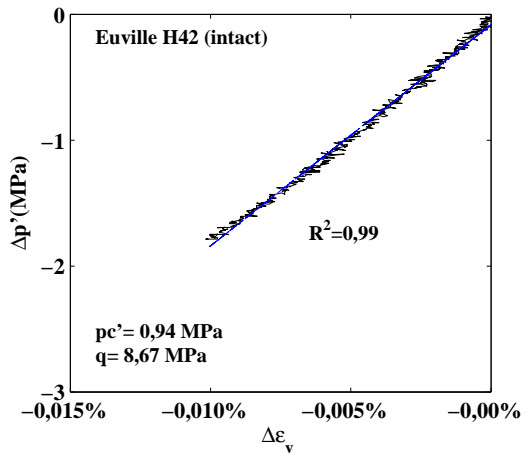
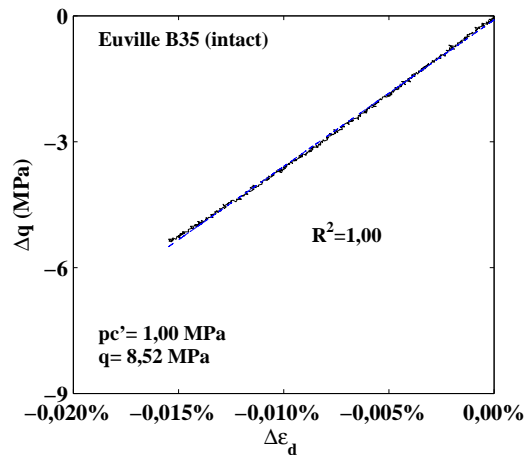
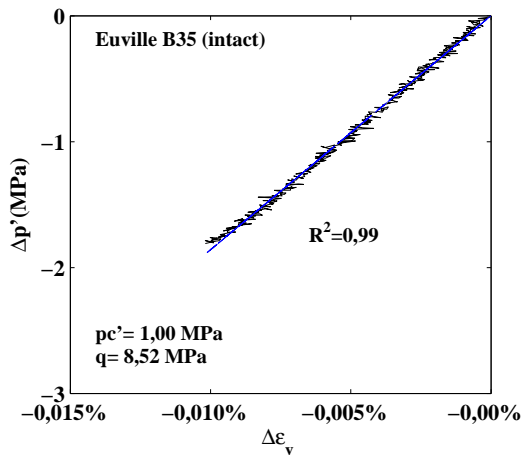
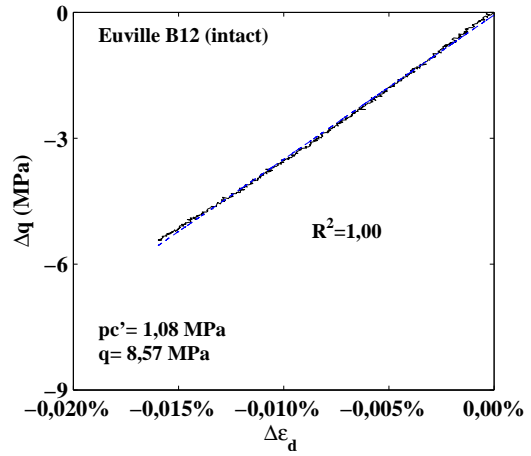
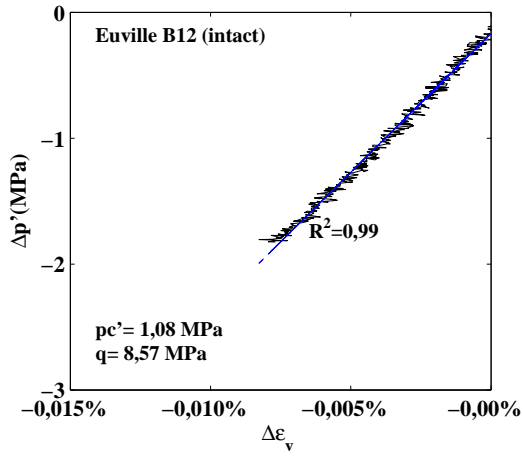
## Mesure des modules élastiques

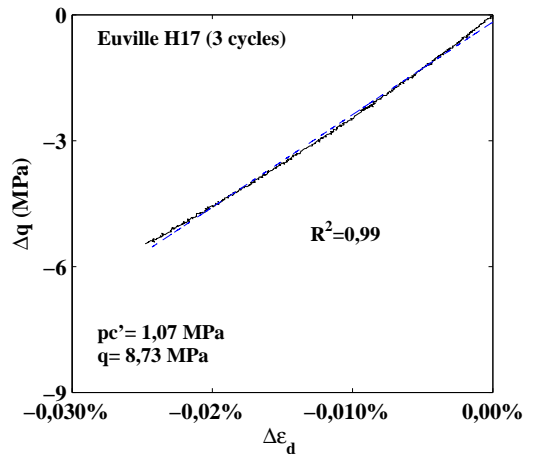
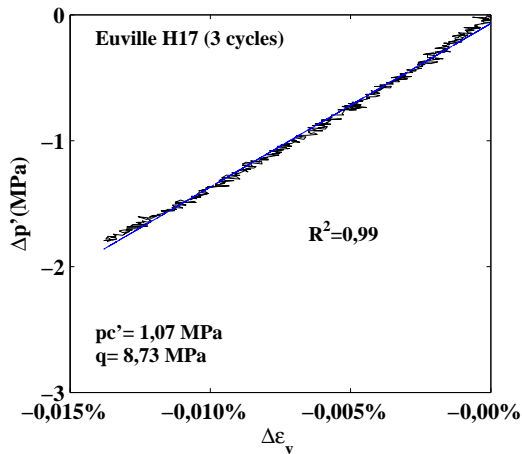
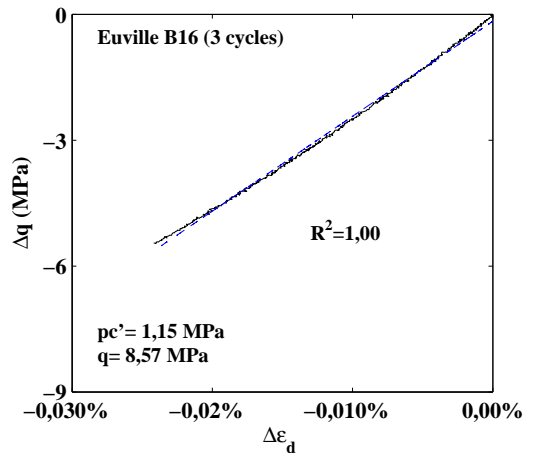
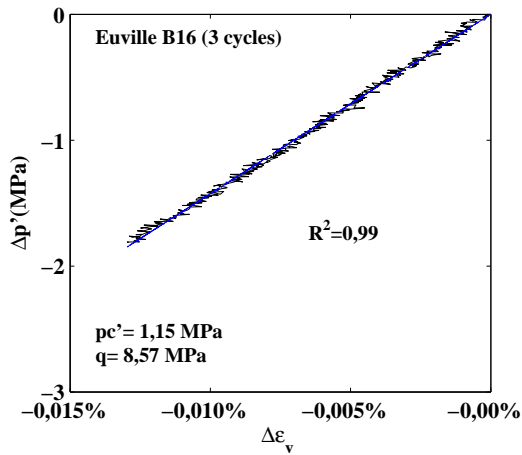
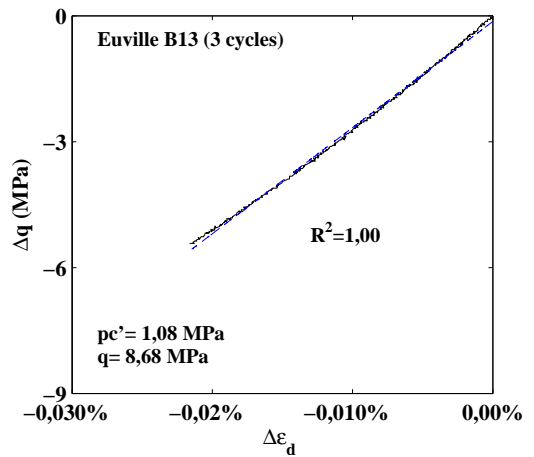
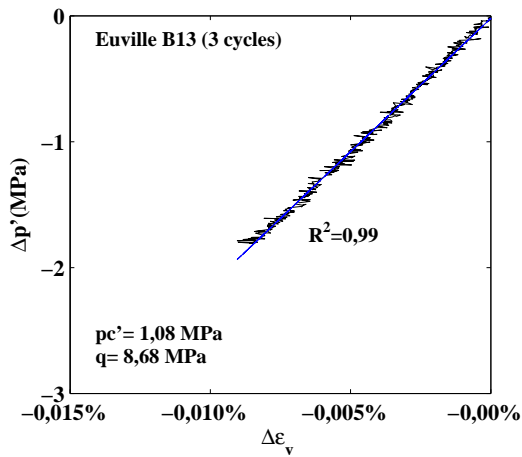
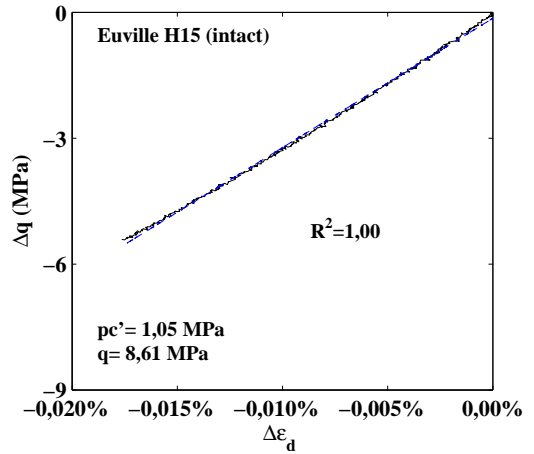
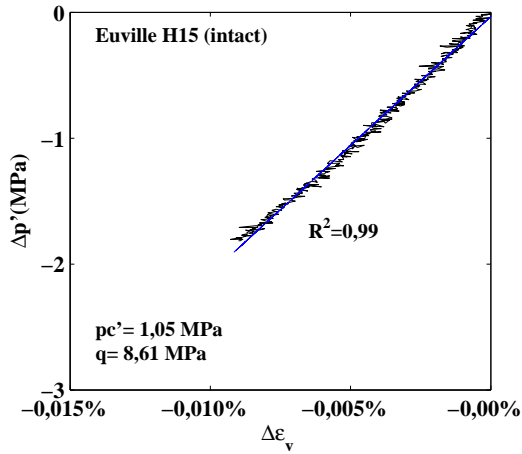
Cette annexe rassemble les données concernant la mesure des modules élastiques drainés de l'ensemble des échantillons d'Euville testés. On indique pour chaque échantillon les niveaux de chargement atteints au moment où la décharge élastique a été réalisée et l'amplitude de la variation de contrainte déviatorique pendant la phase de décharge.

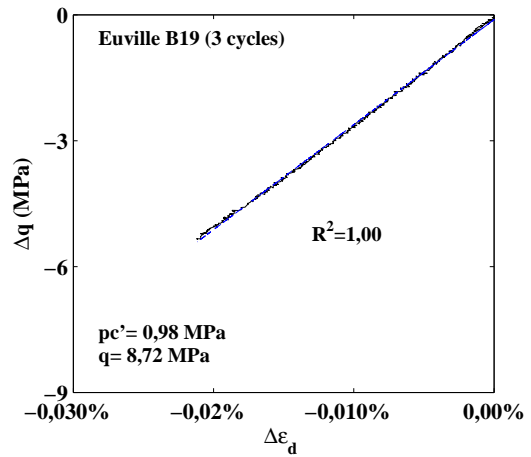
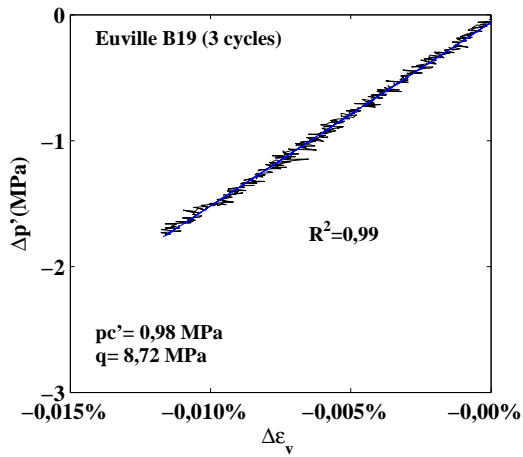
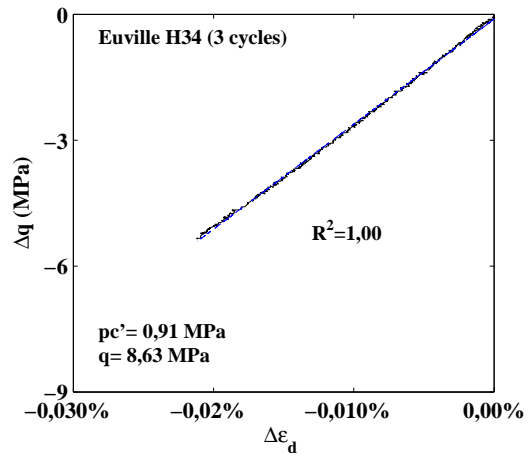
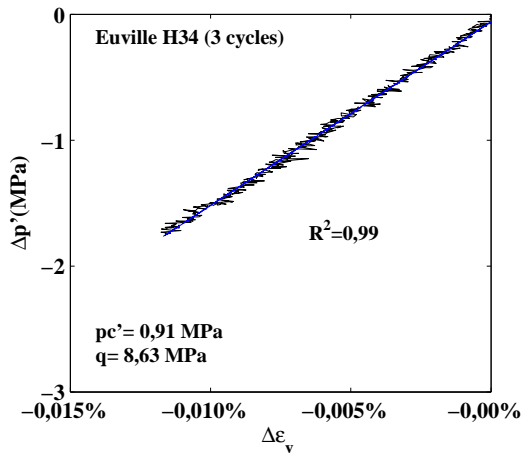
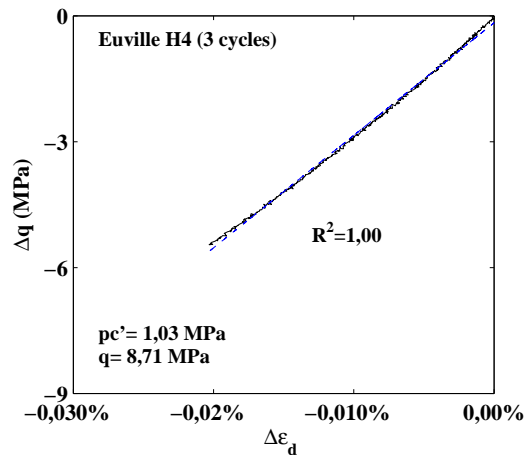
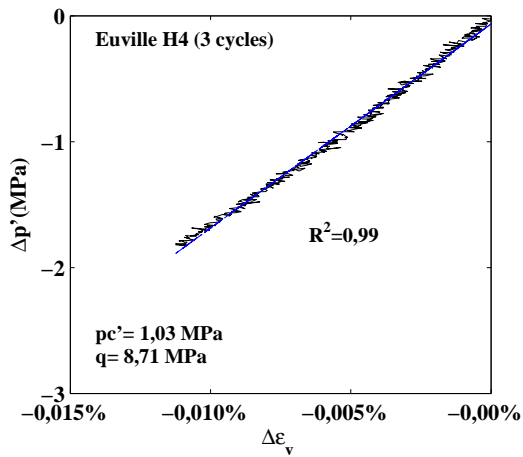
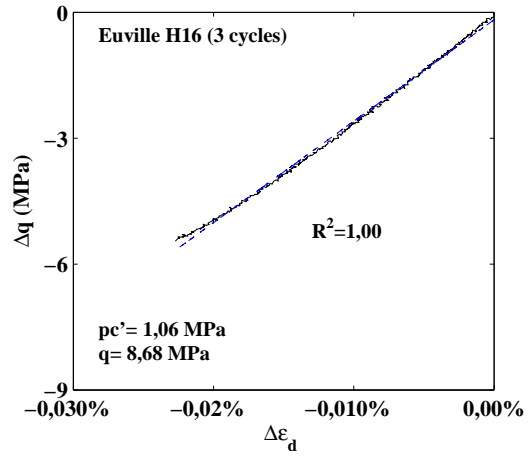
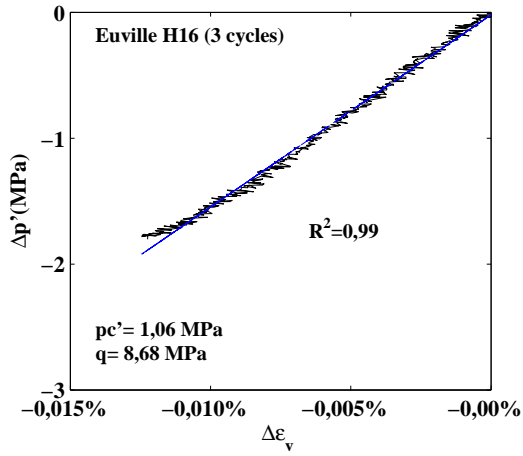
Échantillon	Nombre des cycles	Porosité finale	$p'_c$ (MPa)	q mesure (MPa)	$\Delta q$ mesure (MPa)	$K_0$ (GPa)	G (GPa)
B29	0	0,169	1,0	8,5	5,4	21,0	11,1
H12	0	0,181	0,9	8,6	5,4	19,8	10,3
B18	0	0,172	1,0	8,6	5,4	18,7	10,1
H1	0	0,179	1,0	8,6	5,4	19,1	10,6
B6	0	0,172	0,9	8,7	5,4	20,4	11,2
B12	0	0,180	1,1	8,6	5,4	22,1	11,5
H13	0	0,183	1,1	8,5	5,5	23,7	11,1
H2	0	0,164	1,0	8,8	5,5	18,9	11,8
B35	0	0,169	1,0	8,5	5,4	18,6	11,6
H42	0	0,182	0,9	8,7	5,4	17,6	10,8
B9	0	0,173	1,0	8,5	5,4	20,8	10,6
H15	0	0,181	1,1	8,6	5,4	20,4	10,3
B13	3	0,187	1,1	8,7	5,4	21,2	8,4
B16	3	0,187	1,2	8,6	5,5	14,3	7,5
H17	3	0,187	1,1	8,7	5,5	13,0	7,4
H16	3	0,189	1,1	8,7	5,5	15,3	8,1
H4	3	0,170	1,0	8,7	5,5	16,2	8,9
B19	3	0,182	1,0	8,7	5,5	15,9	8,8
H34	3	0,182	0,9	8,6	5,4	14,6	8,3
B34	3	0,185	1,0	8,5	5,4	15,6	8,9
B30	3	0,179	0,9	8,8	5,4	16,3	8,0
H9	6	0,195	1,1	8,6	5,4	12,4	6,2
B1	6	0,192	1,1	8,6	5,4	13,5	7,1
H10	6	0,195	1,1	8,6	5,5	13,6	6,7
B5	6	0,187	0,9	8,8	5,5	13,5	6,9
B31	6	0,190	1,0	8,5	5,2	12,3	7,7
B36	6	0,193	1,0	8,5	5,4	x	7,9
B32	6	0,192	1,0	8,5	5,3	12,4	7,7
H5	6	0,185	0,9	8,7	5,3	12,9	7,6

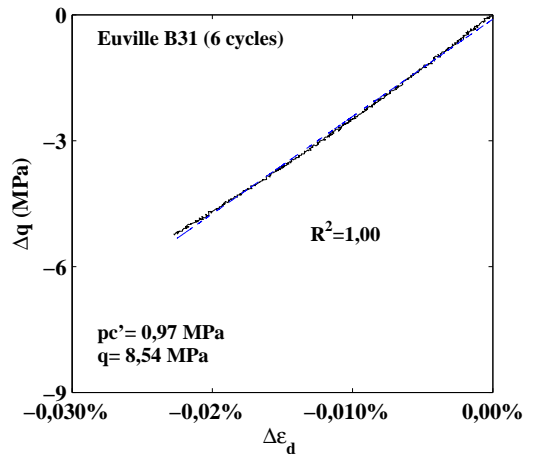
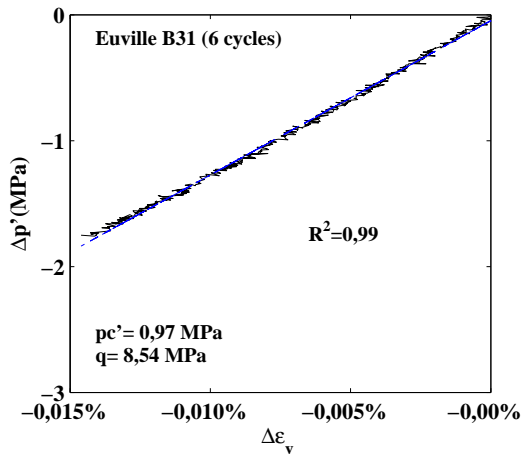
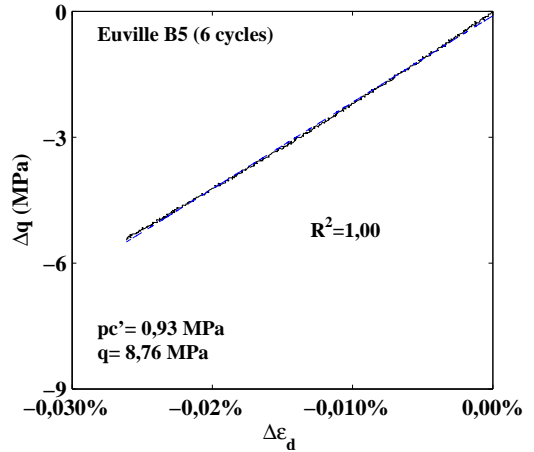
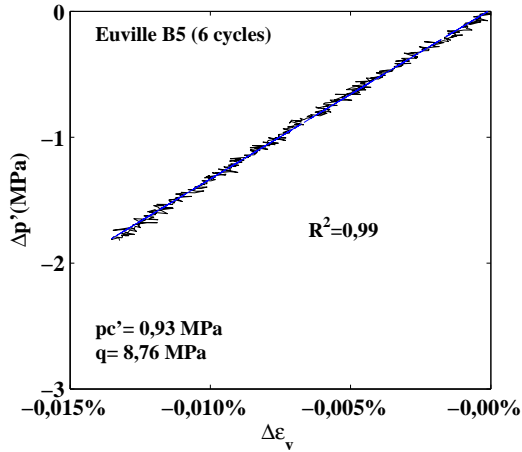
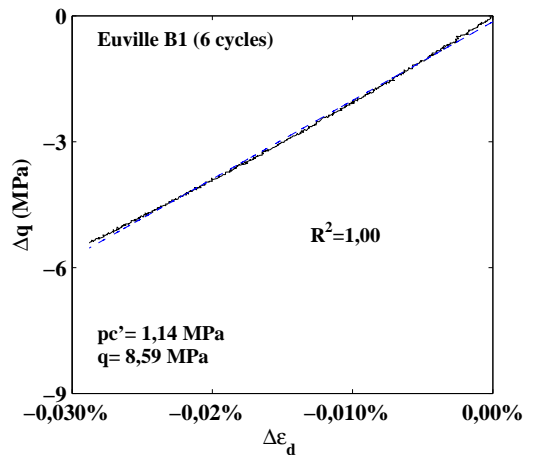
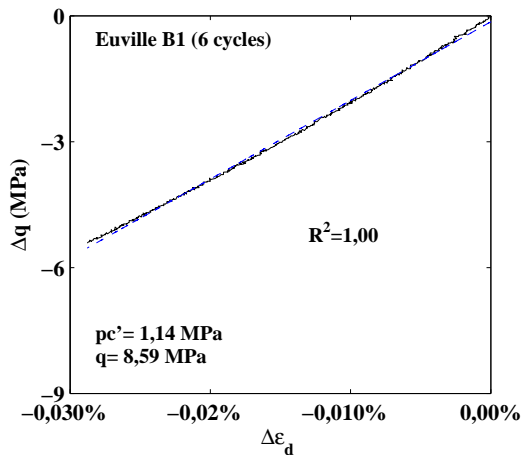
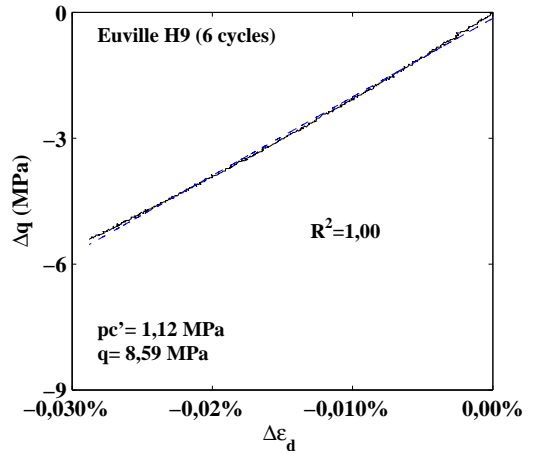
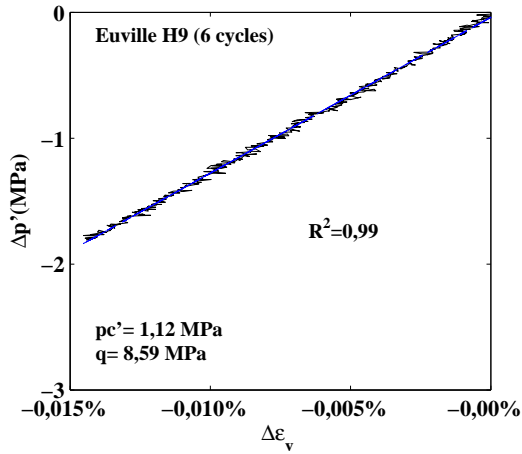
Tableau A.1 – Mesure des modules élastiques drainés

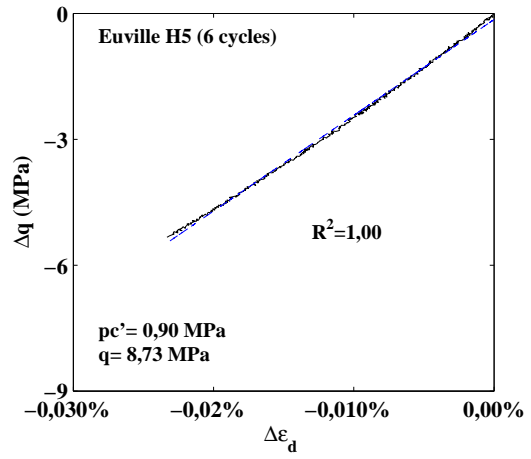
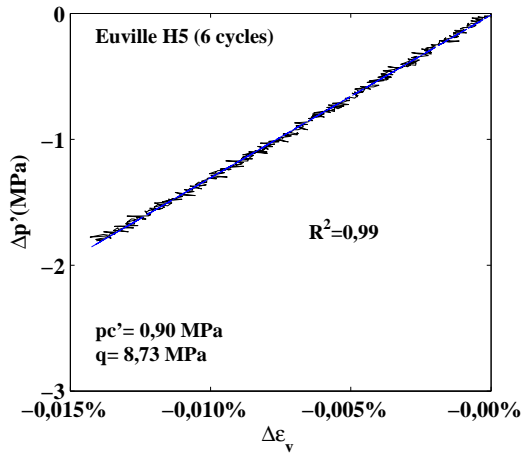
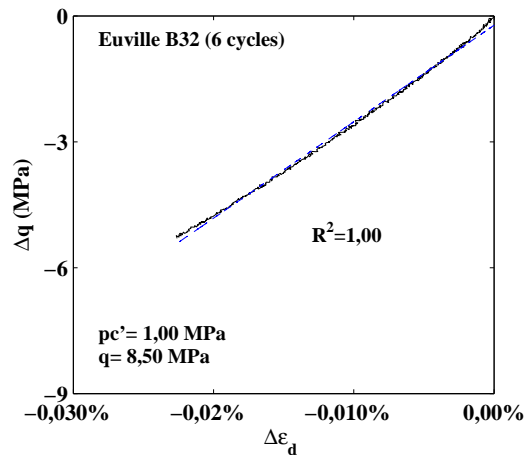
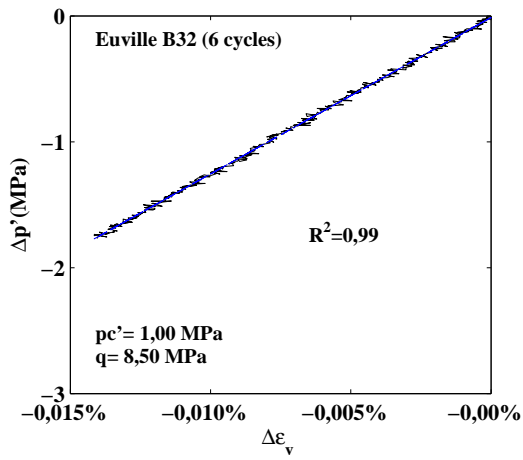












# Annexe B

## Dérivation des modules homogénéisés par rapport à $\mu_c$ et $k_c$

### Calculs utilisés pour les sections 6.1.2 et 7.1.2

On détail ici les calculs des dérivées des modules homogénéisés par rapport à  $\mu_c$  et  $k_c$  dans le but de déterminer les critères de résistances macroscopiques dans les chapitres 6 et 7.

On calcule tout d'abord les dérivées par rapport à  $\mu_c$ .

Introduisant  $k_c = \chi\mu_c$  dans (6.4) et (6.20) on obtient :

$$\begin{aligned} B &= (48(2 + 3f)\chi + 32(1 + 15f))\mu_c \\ C &= 2(3\chi + 4)((-1 + 3f)3\chi + (-7 + 18f)2)\mu_c^2 \\ D &= -(1 - 2f)(3\chi + 4)^2\mu_c^3 \end{aligned} \quad (\text{B.1})$$

$$\begin{aligned} \partial_\mu B &= 480f + 32 \\ \partial_\mu C &= (36\chi(-3 + 8f) + 32(-7 + 18f))\mu_c \\ \partial_\mu D &= -(1 - 2f)3(\chi + 4)(3\chi + 4)\mu_c^2 \end{aligned} \quad (\text{B.2})$$

On rappelle l'expression (6.21) :

$$\partial_\mu \mu_{ac} = \frac{\partial_\mu \mu_{ac}^0}{\rho} = -\frac{1}{\rho} \left( \frac{\partial_\mu B(\mu_{ac}^0)^2 + \partial_\mu C \mu_{ac}^0 + \partial_\mu D}{1152(\mu_{ac}^0)^2 + 2B\mu_{ac}^0 + C} \right) \quad (\text{B.3})$$

Introduisant (B.1), (B.2) et  $\mu_{ac}^0 = A(\chi, f)\mu_c$  dans (B.3), on obtient :

$$\partial_\mu \mu_{ac} = -\frac{1}{\rho} \frac{(480f + 32)A(\chi, f)^2 + (36(-3 + 8f)\chi + 32(-7 + 18f))A(\chi, f) - 3(1 - 2f)(\chi + 4)(3\chi + 4)}{1152A(\chi, f)^2 + (64(1 + 15f)\chi + 96(2 + 3f))A(\chi, f) + 2(3\chi + 4)(3(-1 + 3f)\chi + 2(-7 + 18f))} \quad (\text{B.4})$$

On obtient alors :

$$\partial_\mu (1/\mu_{ac}) = -\frac{\partial_\mu \mu_{ac}}{\mu_{ac}^2} = -\frac{\rho^2 \partial_\mu \mu_{ac}}{(A(\chi, f)\mu_c)^2} = -\frac{\mathcal{B}_\mu}{(\mu_c)^2} \quad (\text{B.5})$$

Avec :

$$\mathcal{B}_\mu = \frac{\rho^2 \partial_\mu \mu_{ac}}{A(\chi, f)^2} \quad (\text{B.6})$$

A partir de (6.22), on obtient :

$$\partial_\mu k_{ac} = \frac{4}{3}(1-f) \frac{f(3\chi(1+\rho)^3+4)^2 \partial_\mu \mu_{ac} + 16\kappa(A(\chi, f)/\rho)^2}{(4\kappa A(\chi, f)/\rho + f(3\chi(1+\rho)^3+4))^2} \quad (\text{B.7})$$

Alors :

$$\partial_\mu(1/k_{ac}) = -\frac{\partial_\mu k_{ac}}{k_{ac}^2} = -\frac{\partial_\mu k_{ac}}{\mu_c^2} \left( \frac{3}{4} \frac{4\kappa A(\chi, f)/\rho + f(3\chi(1+\rho)^3+4)}{(1-f)(3\chi(1+\rho)^3+4)A(\chi, f)/\rho} \right)^2 \quad (\text{B.8})$$

Donc :

$$\mathcal{A}_\mu = \partial_\mu k_{ac} \left( \frac{3}{4} \frac{4\kappa A(\chi, f)/\rho + f(3\chi(1+\rho)^3+4)}{(1-f)(3\chi(1+\rho)^3+4)A(\chi, f)/\rho} \right)^2 \quad (\text{B.9})$$

On détermine ensuite les dérivées par rapport à  $k_c$

$$\partial_k \mu_{ac} = -\frac{1}{\rho} \frac{(16+24f)A(\chi, f)^2 + ((-18+48f) + 6(-1+3f)\chi)A(\chi, f) + (-1+2f)(4+3\chi)}{576A(\chi, f)^2 + ((32+48f) + 48(2+3f)\chi)A(\chi, f) + (4+3\chi)((-14+36f) + 3(-1+3f)\chi)} \quad (\text{B.10})$$

On obtient alors :

$$\partial_k(1/\mu_{ac}) = -\frac{\partial_k \mu_{ac}}{\mu_{ac}^2} = -\frac{(\chi\rho)^2 \partial_k \mu_{ac}}{(A(\chi, f)k_c)^2} = -\frac{\mathcal{B}_k}{(k_c)^2} \quad (\text{B.11})$$

Avec :

$$\mathcal{B}_k = \frac{(\chi\rho)^2 \partial_k \mu_{ac}}{A(\chi, f)^2} \quad (\text{B.12})$$

Par ailleurs :

$$\partial_k(1/k_{ac}) = -\frac{\partial_k k_{ac}}{k_{ac}^2} = -\frac{\chi^2 \partial_k k_{ac}}{(k_c)^2} \left( \frac{3}{4} \frac{4\kappa A(\chi, f)/\rho + f(3\chi(1+\rho)^3+4)}{(1-f)(3\chi(1+\rho)^3+4)A(\chi, f)/\rho} \right)^2 = -\frac{\mathcal{A}_k}{(k_c)^2} \quad (\text{B.13})$$

Soit

$$\mathcal{A}_k = \chi^2 \partial_k k_{ac} \left( \frac{3}{4} \frac{4\kappa A(\chi, f)/\rho + f(3\chi(1+\rho)^3+4)}{(1-f)(3\chi(1+\rho)^3+4)A(\chi, f)/\rho} \right)^2 \quad (\text{B.14})$$

## Calculs utilisés pour la section 6.3.2.3

### Calculs de $\mathcal{D}_\mu$

A partir de l'expression (6.137) :

$$\frac{24p\kappa}{\mathcal{F}^2} = p \frac{24\kappa}{(3\chi(1+\rho)^3+4)^2} \frac{1}{\mu_c^2} = p \frac{\mathcal{D}_\mu}{\mu_c^2} \quad (\text{B.15})$$

Avec

$$\mathcal{D}_\mu = \frac{24\kappa}{(3\chi(1+\rho)^3+4)^2} \quad (\text{B.16})$$

## Calculs de $\mathcal{C}_\mu$

A partir de l'expression (6.138) :

$$\mathcal{C} = -p^2 \partial_\mu(1/N) - 9p^2 \left(\frac{\kappa}{\mathcal{F}}\right)^2 \partial_\mu(k_{ac}) + 72p^2 \frac{k_{ac}}{\mathcal{F}} \left(\frac{\kappa}{\mathcal{F}}\right)^2 \quad (\text{B.17})$$

Dans laquelle :

$$\partial_\mu(1/N) = -\frac{12f(1-f)\kappa(\kappa\partial_\mu\mu_{ac} + f)}{(4\kappa\mu_{ac} + f\mathcal{F})^2} \text{ et } \partial_\mu k_{ac} = (1-f)\frac{4f\mathcal{F}^2\partial_\mu\mu_{ac} + 16\kappa(\mu_{ac})^2}{(4\kappa\mu_{ac} + f\mathcal{F})^2} \quad (\text{B.18})$$

Alors :

$$\begin{aligned} \frac{\mathcal{C}}{p^2} &= 12(1-f)\frac{(f\kappa^2\partial_\mu\mu_{ac} + \kappa f^2)}{(4\kappa\mu_{ac} + f\mathcal{F})^2} - 12(1-f)\frac{(f\kappa^2\partial_\mu\mu_{ac} + 16\kappa^3(\mu_{ac}/\mathcal{F})^2)}{(4\kappa\mu_{ac} + f\mathcal{F})^2} + \frac{96(1-f)\mu_{ac}\kappa^2}{4\kappa\mu_{ac} + f\mathcal{F}} \frac{\kappa^2}{\mathcal{F}^2} \\ &= 12(1-f)\frac{\kappa f^2 - 16\kappa^3(\mu_{ac}/\mathcal{F})^2}{(4\kappa\mu_{ac} + f\mathcal{F})^2} + 96(1-f)\frac{\kappa^2}{\mathcal{F}^2} \frac{\mu_{ac}(4\kappa\mu_{ac} + f\mathcal{F})}{(4\kappa\mu_{ac} + f\mathcal{F})^2} \\ &= 12(1-f)\left(\frac{\kappa f^2 + 16\kappa^3(\mu_{ac}/\mathcal{F})^2 + 8\mu_{ac}f\mathcal{F}\kappa^2}{(4\kappa\mu_{ac} + f\mathcal{F})^2}\right) = 12(1-f)\kappa\left(\frac{(4\kappa(\mu_{ac}/\mathcal{F}))^2 + 8\kappa(\mu_{ac}/\mathcal{F})f}{(4\kappa\mu_{ac} + f\mathcal{F})^2 + f^2}\right) \\ &= 12(1-f)\kappa\left(\frac{(4\kappa(\mu_{ac}/\mathcal{F}) + f)^2}{(4\kappa\mu_{ac} + f\mathcal{F})^2}\right) = 12(1-f)\frac{\kappa}{\mathcal{F}^2} \end{aligned} \quad (\text{B.19})$$

On obtient :

$$\mathcal{C} = p^2 \frac{\mathcal{C}_\mu}{(\mu_c)^2} \quad (\text{B.20})$$

Avec

$$\mathcal{C}_\mu = 12(1-f)\frac{\kappa}{(3\chi(1+\rho)^3 + 4)^2} \quad (\text{B.21})$$

## Calculs de $\mathcal{A}_k$ et $\mathcal{C}_k$

A partir de l'expression :

$$f_c I_1^{r'} = \frac{3\kappa}{\mathcal{F}} \Sigma_m - p \frac{3\kappa}{\mathcal{F}} (1-f) \quad (\text{B.22})$$

On a :

$$\frac{3\kappa}{\mathcal{F}} = \frac{3\kappa\chi}{(3\chi(1+\rho)^3 + 4)k_c} \quad (\text{B.23})$$

Alors :

$$\mathcal{A}_k = \frac{3\kappa\chi}{(3\chi(1+\rho)^3 + 4)} \quad (\text{B.24})$$

$$\mathcal{C}_k = (1-f)\frac{3\kappa\chi}{(3\chi(1+\rho)^3 + 4)} \quad (\text{B.25})$$



# Bibliographie

- Andre, L., P. Audigane, A. M., et A. Menjoz (2007). Numerical modeling of fluid-rock chemical interactions at the supercritical CO<sub>2</sub>-liquid interface during CO<sub>2</sub> injection into a carbonate reservoir, the dogger aquifer (paris basin, france). *Energy Conversion and Management* 48(6), 1782–1797.
- Auzerais, F. M., J. Dunsmuir, B. B. Ferreol, N. Martys, J. Olson, T. S. Ramakrishnan, D. H. Rothman, et L. M. Schwartz (1996). Transport in sandstone : A study based on three dimensional microtomography. *Geophysical Research Letters* 23(7), 705 :708.
- Bass, J. D. (1995). Elasticity of minerals, glasses and melts. *Handbook of Physical Constants American Geophysical Union*, 45–63.
- Bemer, E. et J. Lombard (2009). From injectivity to integrity studies of CO<sub>2</sub> geological storage chemical alteration effects on carbonates. *Oil & Gas Science and Technology - Rev.IFP* 65(3), 445–459.
- Bemer, E., J. M. Lombard, D. J., et D. Giovannini (2008). Evolution des propriétés mécaniques de roches réservoir sous l’effet d’une altération chimique. Projet ANR GéoCarbone-INJECTIVITE. GéoCarbone Injectivité, Programme ANR : Capture et stockage du CO<sub>2</sub>. Date de démarrage : 01/2006 - Date de fin : 06/2008, Partenaires : IFP (coordinateur)/ BRGM / INPL / LFC / Geostock / Gaz de France / Total.
- Bemer, E., O. Vinck, et L. P. (2004). Geomechanical log deduced from porosity and mineralogical content. *Oil & Gas Science and Technology - Rev.IFP* 62(3), 405–415.
- Borner, M., T. Bretheau, et P. Gilormini (2001). *Homogénéisation en mécanique des matériaux 1-Matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques*. HERMES Science Publication.
- Bradshaw, J., S. Bachu, D. Bonijoly, R. Burruss, S. Holloway, N. P. Christensen, et O. M. Mathiassen (2007). CO<sub>2</sub> storage capacity estimation : Issues and development of standards. *International Journal of Greenhouse Gas Control* 1(1), 62–68.
- BRGM (2007). *Que signifie vraiment le stockage géologique du CO<sub>2</sub>*. BRGM Publications.

- Brosse, E., C. Magnier, et B. Vincent (2005). Modelling fluid-rock interaction induced by the percolation of CO<sub>2</sub> enriched solutions in core samples : the role of reactive surface area. *Oil & Gas Science and Technology - Rev.IFP* 60(2), 287–305.
- Brown, R. et I. Fatt (1956). Measurements of fractional wettability of oilfield rocks by the nuclear magnetic relaxation method. *Transactions of the American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers*, 207 :262.
- Chadwick, A., R. Arts, C. Bernstone, F. May, S. Thibeau, et P. Zweigel (2006). *Best Practice For The Storage Of CO<sub>2</sub> In Saline Aquifers*. British Geological Survey.
- Dautriat, J. (2009). *Comportement Hydromécanique de roches reservoir sous contraintes*. Ph. D. thesis.
- Dormieux, L., L. Jeannin, E. Bemmerl, T. H. Le, et J. Sanahuja (2009). Micromechanical models of the strength of a sandstone. *Int. J. Numer. Anal. Meth. Geomech.* 34, 249–271.
- Dormieux, L., D. Kondo, et F.-J. Ulm (2006). *Microporo Mechanics*. John Wiley and Sons Ltd.
- Dormieux, L., A. Molinari, et D. Kondo (2002). Micromechanical approach to the behavior of poroelastic materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 50, 2203–2331.
- Dormieux, L., J. Sanahuja, et Y. Maalej (2007). Strength of a polycrystal with imperfect intergranular interfaces. *Comptes Rendus Mécanique* 335(1), 25–31.
- Dunn, K., D. Bergmann, et G. A. Latorraca (2002). *Nuclear Magnetic Resonance ; Petrophysical and Logging applications*. Pergamon.
- Egermann, P. (2005). Procédure de vieillissement homogène par acidification rapide. Note interne de l'IFP Energies nouvelles.
- Egermann, P., B. Bazin, et V. O. (2005). An experimental investigation of reaction-transport phenomena during CO<sub>2</sub> injection. In *SPE 93674 presented at Middle East Oil and Gas Show and Conference Mar 12-15*, Kingdom of Bahrain.
- Egermann, P., E. Bemmerl, et B. Zinszner (2006). An experimental investigation of the rock properties evolution associated to different levels of CO<sub>2</sub> injection like alteration processes. In *paper SCA presented at the International Symposium of the Society of Core Analysts, September 12-16*, Trondheim, Norway.
- Eshelby, J. D. (1957). The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proceedings of the Royal Society of London Series A. Mathematical and Physical Sciences* 241(1226), 376–369.

- Fabre, D., M. F., et S. Raynaud (1989). X-ray density tomography : A tool to characterize pores and cracks in rocks. In *ISRM International Symposium*, August 30 - September 2, Pau, France.
- Fjaer, E., R. M. Holt, P. Horsrud, A. M. Raaen, et R. Risnes (1992). *Petroleum related rock mechanics*. Elsevier.
- Fleury, M. (2002). Resistivity in carbonates : New insights. *SPE paper 77719*.
- Fleury, M., J. Pironon, Y. M. Le Nindre, O. Bildstein, P. Berne, V. Lagneau, D. Broseta, T. Pichery, S. Fillacier, M. Lescanne, et O. Vidal (2010). Evaluating sealing efficiency of caprocks for CO<sub>2</sub> storage : an overview of the geocarbone-integrity program and results. *Oil & Gas Science and Technology - Rev.IFP* 65(3), 435–444.
- Fritsch, A., L. Dormieux, C. Hellmich, et J. Sanahuja (2007). Micromechanics of crystal interfaces in polycrystalline solid phases of porous media : fundamentals and application to strength of hydroxyapatite biomaterials. *Journal of Materials Science* 42(21), 8824–8837.
- GDF. (2005). *La captage et le stockage du CO<sub>2</sub>*. Gaz de France Publications.
- Golfier, F., C. Zarcone, B. Bazin, R. Lenormand, D. Lasseux, et Q. M. (2002). On the ability of a darcy-scale model to capture wormhole formation during the dissolution of a porous medium. *Journal of Fluid Mechanics* 457, 213–254.
- Gueguen, Y. et M. Bouteca (1999). Mechanical properties of rocks : Pore pressure and scale effects. *Oil & Gas Science and Technology - Rev.IFP* 54(6), 703–714.
- IEA (2009). *World Energy Outlook 2009*. International Energy Agency.
- Izgec, O., B. Demiral, H. Bertin, et S. Akin (2008). CO<sub>2</sub> injection into saline carbonate aquifer formations i : laboratory investigation. *Transport in Porous Media* 72(1), 1–24.
- Kestin, J., H. E. Khalifa, et R. J. Correia (1981). Tables of the dynamic and kinematic viscosity of aqueous nacl solutions in the temperature range of 20-150 c and the pressure range 0.1-35 mpa. *J.Physical and Chemical Ref.Data* 10, 71 :87.
- Kieffer, B., C. F. Jove, E. H. Oelkers, et J. Schott (1999). An experimental study of the reactive surface area of the fontainebleau sandstone as a function of porosity, permeability, and fluid flow rate. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 63(21), 3525–3534.
- Kreher, W. (1990). Residual stresses and stored elastic energy of composites and polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 38(1), 818–823.

- Lasaga, A. C. (1984). Chemical-kinetics of water-rock interactions. *Journal of Geophysical Research* 89(6), 4009–4025.
- Le Guen, Y. (2006). *Etude expérimentale du couplage chimie-mécanique lors de la percolation d'un fluide réactif dans des roches sous contrainte, dans le contexte de la séquestration géologique du CO<sub>2</sub>*. Ph. D. thesis.
- Le Guen, Y., F. Renard, R. Hellmann, E. Brosse, M. Collombet, D. Tisserand, et J. P. Gratier (2007). Enhanced deformation of limestone and sandstone in the presence of high p-CO<sub>2</sub> fluids. *Journal of Geophysical Research-Solid Earth* 112(B5).
- Leblond, J. B., G. Perrin, et P. Suquet (1994). Exact results and approximate models for porous viscoplastic solids. *International Journal of Plasticity* 10(3), 213–235.
- Liteanu, E. an Spiers, C. J. (2009). Influence of pore fluid salt content on compaction creep of calcite aggregates in the presence of supercritical CO<sub>2</sub>. *Chemical Geology* 265(1-2), 134–147.
- Lombard, J. M., M. Azaroual, J. Pironon, D. Broseta, P. Egermann, G. Munier, et G. Mouronval (2010). CO<sub>2</sub> injectivity in geological storages : an overview of program and results of the geocarbone-injectivity project. *Oil & Gas Science and Technology - Rev.IFP* 65(4), 533–539.
- Lombard, J. M., P. Egermann, J. Lions, L. Andre, et M. Azaroual (2007). Impact of dissolution/precipitation processes on injectivity during a CO<sub>2</sub> injection. In *poster presented at the First Frenche-German Symposium on Geological Storage of CO<sub>2</sub>*, Postdam, Germany.
- Lucia, J. F. (1997). *Carbonate Reservoir Characterization*. Springer.
- Luquot, L. et P. Gouze (2009). Experimental determination of porosity and permeability changes induced by injection of CO<sub>2</sub> into carbonate rocks. *Chemical Geology* 256(1-2), 148–159.
- Mavko, G. et A. Nur (1997). The effect of a percolation threshold in the kozeny-carman relation. *Geophysics* 62(5), 1480–1482.
- Noiriel, C., D. Bernard, P. Gouze, et X. Thibault (2005). Hydraulic properties and microgeometry evolution accompanying limestone dissolution by acidic water. *Oil & Gas Science and Technology - Rev.IFP* 60(1), 177–192.
- Noiriel, C., L. Luquot, B. Made, L. Raimbault, P. Gouze, et J. Van der Lee (2009). Changes in reactive surface area during limestone dissolution : An experimental and modelling study. *Chemical Geology* 265(1-2), 160–170.

- Olivier, W. C. et G. W. Pharr (2004). Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation : Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research* 19(1), 3–20.
- Pape, H., C. Clauser, et J. Iffland (1999). Permeability prediction based on fractal pore-space geometry. *Geophysics* 64(5), 1447–1460.
- Presser, V., K. Gerlach, A. Vohrer, K. Nickel, et W. Dreher (2010). Determination of the elastic modulus of highly porous samples by nanoindentation : a case study on sea urchin spines. *Journal of Materials Science* 45(9), 2408–2418.
- Salencon, J. (1983). *Calcul à la rupture et analyse limite*. Presses de l'ENPC.
- Suquet, P. (1995). Overall properties of nonlinear composites—a modified secant moduli theory and its link with castaneda ponte nonlinear variational procedure. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences* 320(11), 563–571.
- Suquet, P. (1997). *Effective behavior of non linear composites*. Continuum micromechanics.
- Vidal-Gilbert, S., J. F. Nauroy, et E. Brosse (2009). 3D geomechanical modelling for CO<sub>2</sub> geologic storage in the dogger carbonates of the paris basin. *International Journal of Greenhouse Gas Control* 3(3), 288–299.
- Vincent, B., M. Fleury, Y. Santerre, et B. Brigaud (2011). Nmr relaxation of neritic carbonates : an integrated petrophysical and petrographical approach. *Journal of Applied Geophysics* 74, 38–45.
- Wang, Y., D. Hill A, et R. S. Schechter (1993). The optimum injection rate for matrix acidizing of carbonate formations. In *Annual Technical Conference and Exhibition*, Houston, Texas.
- Wong, T. F., C. David, et W. Zhu (1997). The transition from brittle faulting to cataclastic flow in porous sandstones : Mechanical deformation. *Journal of Geophysical Research* 102(B2), 3009–3025.
- Zhu, W., P. Baud, et T. F. Wong (2010). Micromechanics of cataclastic pore collapse in limestone. *Journal of Geophysical Research* 115(B04405), 3009–3025.
- Zinszner, B. et F. M. Pellerin (2007). *A Geoscientist'S Guide to Petrophysics*. IFPEN.



# Table des figures

1.1	Stockage géologique du CO <sub>2</sub> (IFPEN) . . . . .	12
1.2	Processus d'amélioration de récupération du gaz naturel (GDF., 2005) . . . . .	12
1.3	Phénomènes attendus aux abords d'un puits injecteur de CO <sub>2</sub> . . . . .	15
1.4	Profils de dissolution observés sous l'effet de l'injection de CO <sub>2</sub> dans les carbonates. . . . .	15
1.5	Régime de dissolution en fonction du nombre de Pecket et du nombre Damköhler. . . . .	16
1.6	Profil de porosité du calcaire du Comblanchien observé sous scanner avant et après injection de CO <sub>2</sub> (Lombard et al., 2007) . . . . .	18
1.7	Profil de porosité du calcaire de Lavoux observé sous scanner avant et après injection de CO <sub>2</sub> (Lombard et al., 2007) . . . . .	19
1.8	Évolution de l'état de surface et de la taille des pores (Noiriel et al., 2005) . . . . .	21
1.9	La dissolution de calcaire de Lavoux induit par altération homogène et par attaque acide standard (Egermann, 2005). . . . .	24
1.10	Profils RMN des échantillons de Comblanchien 4-1 (a) et 4-2 BV (b) avant et après 6 cycles de traitement acide . . . . .	26
1.11	Profil de porosité du calcaire du Comblanchien 4-1-DV et 4-2-DV avant et après traitement acide (Bemer et al., 2008) . . . . .	26
1.12	Effets de bord générés par l'altération chimique sur les échantillons de la zone de transition (Bemer et Lombard, 2009) . . . . .	27
1.13	Profil de porosité observés sous scanner avant et après altération chimique (Bemer et al., 2008) . . . . .	28
1.14	Données à la rupture des échantillons intacts et altérés (Bemer et al., 2008) (chiffre entre parenthèse = nombre de cycles de traitement acide subis) . . . . .	29
1.15	Modules élastiques drainés des échantillons intacts et altérés (Bemer et Lombard, 2009) . . . . .	30
1.16	Tendance naturelle pour les modules élastiques drainés du carbonate (Bemer et Lombard, 2009) . . . . .	30
1.17	Modules élastiques drainés des échantillons intacts et altérés (Bemer et al., 2008) . . . . .	31
1.18	Points de rupture des différents échantillons dans le plan p'-q (Bemer et Lombard, 2009) . . . . .	32

2.1	Exemple d'état de surface d'un échantillon d'Euville après altération chimique . . . . .	38
2.2	Représentation schématique : (a) du spin et de la précession ; (b) de l'orientation des protons dans le champ magnétique $B_0$ (Zinszner et Pellerin, 2007) . . . . .	40
2.3	Profil de $T_2$ d'un échantillon du calcaire d'Euville étudié . . . . .	41
2.4	Image scanner (a) et profil de porosité scanner (b) d'un échantillon de calcaire d'Euville. . . . .	42
2.5	Distribution de taille de seuil de pore d'un échantillon de calcaire d'Euville étudié	43
2.6	Mise en place de l'échantillon dans la cellule Hassler . . . . .	44
2.7	(a) : Cellule porte d'échantillon (b) : Schéma simplifié du dispositif . . . . .	44
2.8	Pression différentielle en fonction du débit d'injection . . . . .	46
2.9	État de contraintes pendant un essai triaxial . . . . .	47
2.10	Exemple de chemin de chargement triaxial . . . . .	48
2.11	Exemple des courbes obtenues pendant une phase de chargement déviatorique pour un faible de confinement ( $p'_c=5,1$ MPa) . . . . .	49
2.12	Courbe obtenue pendant une phase de chargement déviatorique pour une pression de confinement élevée ( $p'_c=16,1$ MPa) . . . . .	50
2.13	Illustration de la détermination du point de rupture pour un échantillon testé à fort confinement . . . . .	51
2.14	Rupture ductile d'un échantillon testé à 16 MPa de pression de confinement effective . . . . .	51
2.15	Rupture fragile d'un échantillon soumis 1MPa de pression de confinement effective	51
2.16	Illustration de la détermination du point de rupture pour un échantillon testé à faible confinement . . . . .	52
2.17	Estimation de la déformation irréversible $\epsilon_i^R$ . . . . .	52
3.1	Photo d'une lame mince de calcaire d'Euville . . . . .	55
3.2	Caractérisation de l'évolution des propriétés pétrophysiques et géomécaniques . .	57
3.3	Caractérisation de l'évolution de la microstructure . . . . .	57
3.4	Photo du bloc du calcaire d'Euville étudié . . . . .	58
3.5	Observation sous le scanner médical . . . . .	58
3.6	Exemple de profils de porosité scanner de quelques échantillons d'Euville . . . .	58
3.7	Sections scanner de l'échantillon H3 à différentes distances par rapport à la face d'entrée . . . . .	59
3.8	Données de porosité par pesée de l'ensemble des échantillons d'Euville sélectionnés	59
3.9	Relation entre porosité par pesée et porosité scanner des échantillons sélectionnés	60
3.10	Représentation graphique du programme d'essai triaxial suivi pour les échantillons de deux niveaux de porosité différents testés à l'état intact . . . . .	60

3.11	Représentation graphique du programme d'essai triaxial suivi pour les échantillons altérés chimiquement à 3 cycles et 6 cycles de traitement acide . . .	62
3.12	État de surface de l'échantillon de calcaire d'Euville B13 après altération chimique	63
3.13	Relation entre porosité par pesée et porosité scanner des échantillons intacts et altérés . . . . .	63
3.14	Profils de porosité scanner d'échantillons altérés soumis à 3 et 6 cycles de traitement acide . . . . .	64
3.15	Évolution de la perméabilité des échantillons B34 et H4 soumis à trois cycles de traitement acide . . . . .	66
3.16	Évolution de la perméabilité des échantillons H10 et H9 soumis à six cycles de traitement acide . . . . .	66
3.17	Évolution de la perméabilité de l'échantillon B32 . . . . .	67
3.18	Exemples des courbes obtenus pendant une phase de décharge élastique . . . .	68
3.19	Variabilité des modules élastiques drainés des échantillons d'Euville à l'état intact	69
3.20	Modules élastiques drainés des échantillons testés à l'état intact et altéré . . . .	70
3.21	Comparaison entre les modules élastiques drainés des échantillons d'Euville altérés et intacts et les tendances naturelles pour les carbonates . . . . .	70
3.22	Données à la rupture des échantillons intacts : (a) en fonction de la pression de confinement effective, (b) dans le plan p'-q . . . . .	71
3.23	Données de résistance à la rupture des échantillons intacts dans le plan p'-q . . .	72
3.24	Courbes contrainte déformation axiale obtenues pendant la phase de chargement déviatorique sur des échantillons testés à l'état intact . . . . .	73
3.25	Évolution de la résistance à la rupture en fonction du niveau d'altération et de la pression de confinement effective . . . . .	74
3.26	Données à la rupture des échantillons intacts et altérés dans le plan p'-q . . . .	75
3.27	Données de résistance à la rupture des échantillons intacts et altérés en fonction de la porosité finale . . . . .	76
3.28	Résultats de résistance à la rupture intégrant les essais complémentaires . . . .	78
3.29	Courbes contrainte déviatorique-déformation axiale obtenues pendant la phase de chargement déviatorique . . . . .	79
3.30	Évolution de la déformation $\epsilon_i^R$ en fonction de la pression de confinement pour les échantillons intacts et altérés . . . . .	80
3.31	Courbes contrainte déviatorique-déformation axiale . . . . .	81
3.32	Image obtenue par microtomographie d'un échantillon de calcaire d'Euville . . .	83
3.33	Microstructure du calcaire d'Euville : observation sous microscope optique . . .	83
3.34	Observation sous microscope optique d'un échantillon avec la surface polie . . .	84
3.35	Photos de la microstructure du calcaire d'Euville sous MEB . . . . .	84
3.36	Profil de porosité scanner des échantillons d'Euville H28 et H22 . . . . .	85

3.37	Schéma synthétique de la préparation des échantillons pour l'essai d'injection de mercure . . . . .	85
3.38	Distribution des rayons d'accès aux pores de cinq mini-échantillons de calcaire d'Euville à l'état intact . . . . .	86
3.39	Schéma synthétique du programme expérimental suivi pour l'échantillon H22 . . . . .	87
3.40	Évolution du profil de porosité scanner de l'échantillon d'Euville H22 après 3 et 6 cycles de traitement acide . . . . .	88
3.41	Résultats des essais de porosimétrie au mercure pour les échantillons H22_1_intact, H22_2_3cycles et H22_3_6cycles . . . . .	88
3.42	Relation entre porosité par pesée et porosité scanner pour les échantillons de calcaire d'Euville . . . . .	89
3.43	Profils de porosité par pesée déduits des profils de porosité scanner de l'échantillon d'Euville H22 à différents états de l'altération . . . . .	89
3.44	Résultats des essais de porosimétrie au mercure pour les échantillons H22_1_intact, H22_2_3cycles et H22_3_6cycles . . . . .	92
3.45	Évolution du profil des courbes $V(r_\alpha)$ et $f_\alpha$ des échantillons ayant subis respectivement 3 et 6 cycles de traitement acide pour $r_{crmax}=8 \mu\text{m}$ . . . . .	95
3.46	Évolution du profil des courbes $V(r_\alpha)$ et $f_\alpha$ des échantillons ayant subis respectivement 3 et 6 cycles de traitement acide pour $r_{crmax}=12 \mu\text{m}$ . . . . .	96
3.47	Évolution du profil des courbes $V(r_\alpha)$ et $f_\alpha$ des échantillons ayant subis respectivement 3 et 6 cycles de traitement acide pour $r_{crmax}=72 \mu\text{m}$ . . . . .	97
3.48	Profil de $T_2$ de l'échantillon B39 à l'état intact . . . . .	98
3.49	Profil de la porosité scanner avant et après 3 et 6 cycles de traitement acide de l'échantillon B39 . . . . .	99
3.50	Évolution de profil de $T_2$ sous l'effet de l'altération chimique . . . . .	99
3.51	Courbe typique durant une phase de chargement et de déchargement . . . . .	102
3.52	Représentation de la phase de déchargement . . . . .	102
3.53	Empreintes du nanoindenteur de type Berkovich avec un espacement de $20 \mu\text{m}$ et un enfoncement de $1 \mu\text{m}$ . . . . .	102
3.54	État de surface après polissage de l'échantillon intact . . . . .	103
3.55	Schéma de localisation des essais de nano-indentation . . . . .	103
3.56	Images de la surface de l'échantillon intact observées sous microscope après deux tests de nano-indentation . . . . .	104
3.57	Ensemble des courbes de charge-décharge pour une série d'essais de nano-indentation passant d'un grain à l'autre pour l'échantillon d'Euville intact . . . . .	104
3.58	Modules de Young mesurés pour les deux séries d'essais de nano-indentation passant d'un grain à l'autre sur l'échantillon intact présentées sur la figure 3.56 (écart entre deux points = $5 \mu\text{m}$ ) . . . . .	105

3.59	Mesures de $E$ pour l'ensemble des séries de tests réalisées sur l'échantillon à l'état intact . . . . .	105
3.60	Variation de $E$ à l'intérieur d'un grain . . . . .	106
3.61	Histogramme de $E$ pour l'ensemble des tests réalisés sur l'échantillon intact . . .	106
3.62	Mesures de $E$ pour l'ensemble des séries de tests réalisées sur l'échantillon à l'état altéré . . . . .	107
3.63	Histogramme de $E$ pour l'ensemble des tests réalisés sur les échantillons intact et altéré . . . . .	107
3.64	Exemple d'une série de fermetures morphologiques . . . . .	110
3.65	Exemple de la suppression de bruit . . . . .	110
3.66	Photos de lames minces de calcaire d'Euville . . . . .	111
3.67	Transformation de l'image en couleur en image en niveaux de gris . . . . .	112
3.68	Suppression des zones surestimées par seuillage . . . . .	112
3.69	Comparaison entre une image initiale et celle traitée par l'analyse d'image . . .	113
4.1	Différentes échelles . . . . .	119
4.2	Problème de l'inclusion . . . . .	126
4.3	Problème d'inhomogénéité . . . . .	127
4.4	Problème d'une sphère creusée . . . . .	128
5.1	Description approchée de la microstructure du calcaire d'Euville . . . . .	141
5.2	Représentation de la microstructure multiéchelle . . . . .	142
5.3	Problèmes auxiliaires d'élasticité à résoudre pour mettre en œuvre le schéma auto-cohérent envisagé . . . . .	144
5.4	Module de Young et coefficient de Poisson effectifs de la couche estimés par schéma auto-cohérent (pour différentes valeurs du coefficient de Poisson $\nu_s$ du solide) en fonction de la porosité de la couche microporeuse $\phi$ . . . . .	148
5.5	Schéma de calcul inverse . . . . .	152
5.6	Schéma de calcul direct pour obtenir les modules élastiques macroscopiques à l'état intact . . . . .	153
5.7	Évolutions des propriétés élastiques macroscopiques prédits par le modèle pour différents choix des paramètres d'entrée en fonction de la porosité par pesée $\Phi$ .	153
5.8	Schéma de calcul direct pour obtenir les modules élastiques macroscopiques à l'état altéré . . . . .	154
5.9	Évolutions des propriétés élastiques macroscopiques pour le cas 1 . . . . .	155
5.10	Évolutions des propriétés élastiques macroscopiques pour le cas 2 . . . . .	155
5.11	Évolutions des propriétés élastiques macroscopiques pour le cas 3 . . . . .	156
5.12	Évolutions des propriétés élastiques macroscopiques pour le cas 4 . . . . .	156

6.1	Description multiéchelle d'homogénéisation . . . . .	161
6.2	Domaines de résistance de la couche microporeuse pour $\phi=0,2, 0,25$ et $0,3$ . . . . .	167
6.3	Domaine de résistance macroscopique en fonction de la porosité par pesée ( $\Phi$ ) . . . . .	170
6.4	Évolution du domaine de résistance en fonction de la porosité finale . . . . .	171
6.5	Évolution du domaine de résistance macroscopique en fonction de la porosité $\Phi$ . . . . .	173
6.6	Évolution du domaine de résistance des échantillons altérés testés à 16 MPa, 12,5 MPa et 5 MPa de pression de confinement effective . . . . .	175
6.7	Problèmes auxiliaires d'élasticité à résoudre pour déterminer $\mathbf{B}$ et $N$ . . . . .	180
6.8	Domaine de résistance macroscopique pour différents paramètres $\alpha$ et $h$ correspondant à $\Phi = 0,16$ . . . . .	187
6.9	Résultats des simulations pour déterminer les paramètres $\alpha$ et $h$ pour $\eta_f=0,45$ et $f_c=0,27$ . . . . .	189
6.10	Résultats de la modélisation pour déterminer les paramètres $\alpha$ et $h$ pour différents choix de $\eta_f$ et $f_c$ . . . . .	191
6.11	Résultats de la modélisation de la résistance à la rupture des échantillons intacts et altérés testés à 20 MPa de pression de confinement effective pour les valeurs différentes de $\alpha, h, \eta_f$ et $f_c$ . . . . .	192
6.12	Résultats de la modélisation de la résistance à la rupture des échantillons intacts et altérés testés respectivement à 20 MPa et 16 MPa de pression de confinement effective . . . . .	193
7.1	Description multi-échelle d'homogénéisation . . . . .	197
7.2	Comparaison des critères . . . . .	201
7.3	Comparaison des critères macroscopiques $\Phi=0,175$ . . . . .	203
7.4	Comparaison entre les données expérimentales et les résultats de la modélisation . . . . .	204
7.5	Comparaison des critères macroscopiques pour $\Phi=0,172$ . . . . .	209
7.6	Comparaison entre les données expérimentales et les résultats de la modélisation des échantillons testés à 1 MPa de pression de confinement effective . . . . .	210

# Liste des tableaux

1.1	Perméabilité des différents échantillons de calcaire du Comblanchien et de calcaire de Lavoux avant et après altération chimique . . . . .	26
2.1	Valeurs moyennes et incertitudes associées aux variables intégrées dans le calcul de la porosité . . . . .	39
2.2	Valeurs moyennes et incertitudes associées aux variables intégrées dans le calcul de la perméabilité (la viscosité correspondante à la température de 20°C) . . . . .	45
3.1	Références et programme d'essai triaxial suivi pour les échantillons testés à l'état intact . . . . .	61
3.2	Références et programme d'essai triaxial suivi pour les échantillons altérés chimiquement . . . . .	62
3.3	Porosité par pesée et scanner des échantillons avant et après altération chimique	63
3.4	Perméabilité des différents échantillons avant et après altération chimique . . . . .	67
3.5	Modules élastiques drainés des échantillons d'Euville à l'état intact . . . . .	68
3.6	Mesures des modules élastiques drainés des échantillons à l'état altéré . . . . .	69
3.7	Données à la rupture des échantillons testés à l'état intact . . . . .	71
3.8	Données à la rupture des échantillons testés à l'état altéré . . . . .	74
3.9	Données à la rupture des échantillons complémentaires . . . . .	77
3.10	Raideur élastique externe des échantillons intacts et altérés . . . . .	80
3.11	Résultats des essais d'injection de mercure (HPMI) des échantillons de calcaire d'Euville à l'état intact . . . . .	87
3.12	Données de porosités des tranches et des mini-échantillons carottés dans l'échantillon H22 . . . . .	90
3.13	Données du volume poreux HPMI et celles déduites pour les échantillons H22_1_intact, H22_2_intact, H22_3_intact. . . . .	90
3.14	Valeur du facteur de normalisation . . . . .	90
3.15	Paramètres pour le calcul de l'évolution des distributions de taille de pores avec l'altération . . . . .	94
5.1	Définition des paramètres géométriques . . . . .	149

5.2	Résultats obtenus par analyse inverse pour $\Phi=0,176$ , $k_{noy}=58,3$ GPa, $\mu_{noy}=23,9$ GPa . . . . .	152
6.1	Définitions des paramètres géométriques . . . . .	162
6.2	Données à la rupture des échantillons testés à 20 MPa de pression de confinement effective avec les valeurs de $C$ obtenues par analyse inverse . . . . .	171
6.3	Valeurs de $\rho$ , $\phi$ et $f$ calculées pour $\Phi$ comprise entre 0,165 et 0,195 . . . . .	172
6.4	Données à la rupture des échantillons altérés testés à 20 MPa de pression de confinement effective . . . . .	172
6.5	Données à la rupture des échantillons intacts testés à 16 MPa, 12,5 MPa et 5 MPa de pression de confinement effective . . . . .	173
6.6	Données à la rupture des échantillons altérés testés à 16 MPa, 12,5 MPa et 5 MPa de pression de confinement effective . . . . .	174
6.7	Valeurs de $\alpha_{cr}$ pour les différents choix de $f_c$ et $\eta_f$ . . . . .	190
7.1	Définition des paramètres géométriques . . . . .	197
7.2	Données à la rupture des échantillons testés à 1 MPa de pression de confinement effective et les valeurs de $C$ obtenues par l'analyse inverse . . . . .	203
7.3	Données à la rupture des échantillons altérés testés à 1 MPa de pression de confinement effective . . . . .	204
A.1	Mesure des modules élastiques drainés . . . . .	218