



**HAL**  
open science

# Couplage hydromécanique et perméabilité d'une argile gonflante non saturée sous sollicitations hydriques et thermiques : courbe de sorption et perméabilité à l'eau

Estelle Olchitzky

## ► To cite this version:

Estelle Olchitzky. Couplage hydromécanique et perméabilité d'une argile gonflante non saturée sous sollicitations hydriques et thermiques : courbe de sorption et perméabilité à l'eau. Mécanique [physics.med-ph]. Ecole des Ponts ParisTech, 2002. Français. NNT: . tel-00005692

**HAL Id: tel-00005692**

**<https://pastel.hal.science/tel-00005692>**

Submitted on 5 Apr 2004

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

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



Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées  
présentée par Estelle Olchitzky.

En vue de l'obtention du titre de Docteur de l'Ecole Nationale  
des Ponts et Chaussées

Spécialité : mécanique

**Couplage hydromécanique et perméabilité  
d'une argile gonflante non saturée  
sous sollicitations hydriques et thermiques**

**Courbe de sorption et perméabilité à l'eau**

Thèse soutenue le 15 février 2002 devant le jury composé de :

M. Jean-Marie Fleureau	<i>Président du jury</i>
M <sup>me</sup> Françoise Homand	<i>Rapporteur</i>
M. Jean François Thimus	<i>Rapporteur</i>
M. Thierry Lassabatère	<i>Examineur</i>
M. Frédéric Plas	<i>Examineur</i>
M. Patrick Dangla	<i>Directeur de thèse</i>
M. Christophe Imbert	<i>Invité du jury</i>
M. Frédéric Bernier	<i>Invité du jury</i>

## Remerciements

Que Monsieur J. M. Fleureau, professeur à l'Ecole Centrale de Paris, qui m'a fait l'honneur d'accepter la présidence de mon jury de thèse, trouve ici l'expression de ma respectueuse gratitude.

Je remercie les différents membres du jury, et en particulier les rapporteurs, Madame F. Homand, professeur à l'Ecole Nationale de Géologie de Nancy et Monsieur J. F. Thimus, professeur à l'Université Catholique de Louvain pour l'intérêt porté à mon travail.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance et ma sympathie à mon directeur de thèse, Monsieur P. Dangla du Laboratoire Centrale des Ponts et Chaussées, pour son soutien, sa patience et sa disponibilité tout au long de ma thèse, notamment au moment de la soutenance.

Je remercie Mesdames V. Moulin et C. Richet pour m'avoir accueillie dans leurs laboratoires, au Commissariat à l'Energie Atomique (à Saclay), durant toute la durée de mes travaux.

Je remercie également Messieurs T. Lassabatère (EDF), C. Imbert (CEA) et C. Gatabin (CEA) pour leur aide, leur soutien ainsi que pour leur amitié.

Ces remerciements sont aussi l'occasion pour moi de témoigner ma gratitude à Monsieur M. Marteau, Technicien au commissariat à l'Energie Atomique, à qui je dois la qualité des mesures réalisées durant la thèse.

Si en plus d'être une aventure scientifique qui, comme pour beaucoup de doctorants, tiendra toujours une place particulière dans ma vie professionnelle, ces années auront été pour moi l'opportunité de découvrir des personnes dont l'amitié m'aura été précieuse. A mes amies et amis : Caroline, Marie-Ambre, Franck, Véronique, Cathy, Michel, Christine, Françoise, Denis, Jean-Charles, Valérie, Francis, Michäel, Nicole, Audrey, Patrick.

Enfin, j'ai le bonheur de faire partie de ces gens pour qui, quoiqu'il arrive, leur famille sera toujours là. Je remercie donc infiniment ma famille et mon mari pour leurs constants encouragements et leur soutien sans faille.

## Résumé

L'utilisation d'argile gonflante pour les barrières ouvragées des ouvrages de stockage des déchets nucléaires, nécessite la maîtrise de son comportement thermohydromécanique. Le travail présenté ici concerne la caractérisation et la modélisation du comportement de l'une de ces argiles : l'argile FoCa 7.

Les caractéristiques du matériau étudiées sont : la courbe de sorption (/ désorption) et la perméabilité à l'eau. Pour chacune d'elles, de nouveaux protocoles expérimentaux ont permis l'acquisition de données dans des domaines encore peu explorés : en température (entre 20°C et 80°C) pour la courbe de sorption et dans le domaine non saturé pour la perméabilité à l'eau.

L'analyse de ces résultats et de données bibliographiques a permis d'une part d'évaluer l'importance du phénomène d'hystérésis et de l'influence de la température sur la courbe de sorption, et d'autre part, d'établir la nécessité d'introduire au niveau de la modélisation de la courbe de sorption, un paramètre plastique lié aux déformations irréversibles se produisant lors du compactage.

De plus, les essais réalisés pour l'acquisition des données ont également pu être utilisés afin de fournir des éléments de validation aux lois de comportement non linéaires proposées par O. Coussy et P. Dangla pour les milieux poreux non saturés. La particularité de ces lois est de supposer l'existence d'une contrainte effective dans le domaine non saturé, d'où l'importance des éléments de validation présentés ici.

## Sommaire

<u>Remerciements</u> .....	2
<u>Résumé</u> .....	3
<u>Sommaire</u> .....	4
<u>Liste des figures</u> .....	9
<u>Liste des tableaux</u> .....	13
<u>Notations principales</u> .....	14
<u>Introduction générale</u> .....	18
<u>Le contexte industriel (le stockage des déchets nucléaires)</u> .....	18
<u>Le cadre de l'étude</u> .....	19
<u>Le contenu du mémoire</u> .....	20
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 10px 0;"><b><u>PARTIE I : Comportement hydromécanique</u>..... 22</b></div>	
<u>A. Caractérisation</u> .....	23
<u>I.1. Cadre de l'étude</u> .....	23
<u>I.1.1. L'argile FoCa 7</u> .....	24
<u>I.1.1.1. Composition minéralogique</u> .....	24
<u>I.1.1.2. Compactage</u> .....	25
<u>I.1.2. Paramètres de l'étude</u> .....	25
<u>I.1.3. Variables étudiées</u> .....	26
<u>I.1.4. Domaine exploré (<math>p_c</math>, T)</u> .....	27
<u>I.1.5. Le plan de l'étude</u> .....	27
<u>I.2. Méthode des solutions salines saturées</u> .....	29
<u>I.2.1. Définitions</u> .....	30
<u>I.2.2. Protocole expérimental</u> .....	32

<u>I.2.3. Mesures</u> .....	35
<u>I.2.3.1. Mesure de la teneur en eau massique</u> .....	35
<u>I.2.3.2. Mesure de l'indice des vides</u> .....	38
<u>I.2.3.3. Incertitudes des mesures</u> .....	39
<b><u>I.3. Résultats bibliographiques :</u></b> .....	<b>40</b>
<u>I.3.1. Hystérésis</u> .....	42
<u>1.3.1.1. Comportement mécanique</u> .....	42
<u>1.3.1.2. Comportement hydrique</u> .....	44
<u>I.3.2. Influence de la pression de compactage, <math>p^*</math></u> .....	46
<u>I.3.2.1. Comportement mécanique</u> .....	46
<u>1.3.2.2. Comportement hydrique</u> .....	48
<u>I.3.3. Conclusion</u> .....	49
<b><u>I.4. Nouvelles données :</u></b> .....	<b>50</b>
<u>I.4.1. Influence de la teneur en eau initiale, <math>\omega_0</math></u> .....	54
<u>I.4.1.1. Comportement mécanique</u> .....	54
<u>I.4.1.2. Comportement hydrique</u> .....	56
<u>I.4.2. Evolution du degré de saturation</u> .....	59
<u>I.4.3. Comportement en température</u> .....	61
<u>I.4.3.1. Les essais</u> .....	61
<u>I.4.3.2. Influence du mode de mise en température des échantillons sur leur comportement</u> .....	63
<u>I.4.3.3. Comportement mécanique entre 20 et 80°C</u> .....	66
<u>hystérésis</u> .....	66
<u>Couplage thermomécanique</u> .....	67
<u>Limite de retrait</u> .....	67
<u>I.4.3.4. Comportement hydrique entre 20 et 80°C</u> .....	68
<u>Hystérésis</u> .....	69
<u>Influence de la température</u> .....	69
<u>I.4.3.5. Evolution du degré de saturation</u> .....	70
<u>I.4.3.6. Degré de saturation et tension superficielle</u> .....	71

<b><u>B. Modélisation</u></b> .....	<b>75</b>
<b><u>I.5. Modélisation</u></b> .....	<b>75</b>
<u>I.5.1. Introduction</u> .....	76
<u>I.5.2. Le modèle</u> .....	76
<u>1.5.2.1. Obtention des lois de comportement</u> .....	77
<u>I.5.3. Validation</u> .....	82
<u>1.5.3.1. Comportement saturé</u> .....	83
<u>1.5.3.2. Comportement non saturé</u> .....	86
<u>1.5.4. Conclusion</u> .....	91

<b><u>PARTIE II : Perméabilité à l'eau dans le domaine non saturé</u></b> .....	<b>92</b>
---	-----------

<b><u>II.1. Introduction</u></b> .....	<b>93</b>
<b><u>II.2. Evaluation de la perméabilité à l'eau</u></b> .....	<b>96</b>
<u>II.2.1. Notations</u> .....	97
<u>II.2.2. Principe général de la méthode proposée</u> .....	97
<u>II.2.3. Le Protocole expérimental</u> .....	99
<u>II.2.4. Le problème analytique</u> .....	101
<u>II.2.4.1. Hypothèses et équations</u> .....	101
<u>II.2.4.2. Solution</u> .....	105
<b><u>II.3. Application à l'argile FoCa 7</u></b> .....	<b>108</b>
<b><u>II.4. Comparaison avec les données bibliographiques</u></b> .....	<b>114</b>

<b><u>PARTIE III : Simulations numériques et essai in situ</u></b> .....	<b>117</b>
--	------------

<b><u>III.1. Introduction</u></b> .....	<b>118</b>
<b><u>III.2. L'essai Ophélie</u></b> .....	<b>121</b>
<u>III.2.1. La maquette</u> .....	122

<u>III.2.2. Le matériau B.O.</u> .....	124
<u>III.2.3. L'essai</u> .....	128
<b><u>III.3. Résultats expérimentaux</u></b> .....	<b>130</b>
<u>Degré de saturation de la B.O. (volume d'eau injecté)</u> .....	132
<u>Profils de température</u> .....	133
<b><u>III.4. Simulations numériques</u></b> .....	<b>135</b>
<u>III.4.1. Les phénomènes considérés</u> .....	136
<u>III.4.2. Les équations</u> .....	136
<u>III.4.3. Les caractéristiques du matériau B.O.</u> .....	137
<u>III.4.4. Les conditions initiales</u> .....	138
<u>III.4.5. Les conditions au limites</u> .....	138
<u>III.4.6. Traitement des équations</u> .....	140
<b><u>III.5. Comparaison des résultats</u></b> .....	<b>142</b>
<u>III.5.1. La pression de gaz</u> .....	143
<u>III.5.2. La pression d'eau</u> .....	144
<u>III.5.3. Le degré de saturation</u> .....	145
<u>III.5.4. La température</u> .....	146
<b><u>III.6. Conclusion</u></b> .....	<b>147</b>

<b><u>PARTIE IV : CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES</u></b> .....	<b>148</b>
---	------------

<b><u>Annexe 1</u></b> .....	<b>153</b>
<b><u>Annexe 2</u></b> .....	<b>159</b>
<b><u>Références bibliographiques</u></b> .....	<b>179</b>

**TMRENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGER**  
**ENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPA**  
**GERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERE**  
**NVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERE**  
**NVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOI**



PAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGER**ENVOIPAGE**  
RENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENV  
OIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGER**ENVOIPAGEREN**V  
OIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAG  
ERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGEREN  
VOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGER  
ENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGER**ENVOIPA**  
GERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPA  
GERENVOIPAGERENVOIPAGER**ENVOIPAGERENVOIP**  
**AGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIP**  
AGERENVOIPAGER**ENVOIPAGERENVOIPAGERENV**

| **OIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVO** |  
IPAGER**ENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAG**  
ERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAG  
ERENVOIPAGER**ENVOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGEREN**  
VOIPAGERENVOIPAGER**ENVOIPAGE**RENVOIPAGEREN  
**VOIPAGERENVOIPAGERENVOIPAGE**

## Liste des figures

<b><u>PARTIE I : Comportement hydromécanique</u>..... 22</b>
--

<u>Figure I.1. : Dispositif expérimental</u> .....	33
<u>Figure I.2. : Evolution de la masse d'un échantillon d'argile FoCa 7 au cours d'un essai de sorption à 20°C (<math>h_r = 97.5\%</math>), depuis son état initial jusqu'à l'équilibre final</u> .....	35
<u>Figure I.3. : Evolution de l'indice des vides lors d'essais menés en sorption et en désorption. (<math>p^* = 60</math> MPa, <math>\omega_0 = 11.9\%</math>). Données bibliographiques (Michaux 1995)</u> .....	42
<u>Figure I.4. : Evolution de l'indice des vides lors d'essais menés en sorption et en désorption. (<math>p^* = 30</math> MPa, <math>\omega_0 = 11.9\%</math>). Données bibliographiques (Michaux 1995)</u> .....	43
<u>Figure I.5. : Evolution de la teneur en eau massique lors d'essais de sorption et de désorption. (<math>p^* = 60</math> MPa, <math>\omega_0 = 11.9\%</math>). Données bibliographiques (Michaux 1995)</u> .....	44
<u>Figure I.6. : Evolution de la teneur en eau massique lors d'essais de sorption et de désorption. (<math>p^* = 30</math> MPa, <math>\omega_0 = 11.9\%</math>). Données bibliographiques (Michaux 1995)</u> .....	44
<u>Figure I.7. : Influence de la pression de compactage sur le comportement mécanique de l'argile FoCa 7 compactée. Données bibliographiques (Michaux 1995)</u> .....	46
<u>Figure I.8. : Evolution de l'indice des vides en fonction du logarithme de la pression capillaire. Données bibliographiques (Michaux 1995)</u> .....	46
<u>Figure I.9. : Influence de la pression de compactage sur le comportement hydrique de l'argile FoCa 7 compactée. Evolution de la teneur en eau du matériau compacté avec une pression de 30 MPa et de 60 MPa. Données bibliographiques (Michaux 1995)</u> .....	48

<a href="#"><u>Figure I.10. : Essais de sorption à 20°C sur de l'argile FoCa 7 compactée à 50 MPa, avec une teneur en eau de 12.6 %.</u></a>	51
<a href="#"><u>Figure I.11. : Essais de désorption à 20°C sur de l'argile FoCa 7 compactée à 50 MPa, avec une teneur en eau de 10.2 %.</u></a>	52
<a href="#"><u>Figure I.12. : Influence du paramètre <math>\omega_0</math> sur l'isotherme <math>e(p_c)</math>. (T= 20°C)</u></a>	54
<a href="#"><u>Figure I.13. : Influence du paramètre <math>\omega_0</math> sur l'isotherme <math>e(p_c)</math>. (T= 20°C)</u></a>	55
<a href="#"><u>Figure I.14. : Influence de la teneur en eau initiale sur la courbe de rétention d'eau de l'argile FoCa 7 compactée.</u></a>	56
<a href="#"><u>Figure I.15. : Pente de la courbe <math>\omega = \omega(\ln(p_c))</math>. T= 20°C.</u></a>	57
<a href="#"><u>Figure I.16. : Evolution à 20°C du degré de saturation en fonction de la pression capillaire pour l'argile FoCa 7 compactée avec différentes valeurs de pression de compactage, <math>p^*</math>, et de teneur en eau, <math>\omega_0</math>.</u></a>	59
<a href="#"><u>Figure I.17. : Essais de sorption et de désorption à 80°C sur de l'argile FoCa 7 compactée à 50 MPa avec <math>\omega_0 = 12.6 \%</math>.</u></a>	61
<a href="#"><u>Figure I.18. : Essais de désorption à 50°C sur de l'argile FoCa 7 compactée à 50 MPa avec <math>\omega_0 = 9.8 \%</math>.</u></a>	62
<a href="#"><u>Figure I.19. : Trajets de chargement (<math>p_c</math>, T)</u></a>	63
<a href="#"><u>Figure I.20. : Charge et décharge à 80°C (échantillon 1524 iC)</u></a>	64
<a href="#"><u>Figure I.21. : Influence de la température sur le comportement mécanique à volume libre.</u></a>	66
<a href="#"><u>Figure I.22. : Limite de retrait</u></a>	67
<a href="#"><u>Figure I.23. : Influence de la température sur le comportement hydrique à volume libre.</u></a>	68
<a href="#"><u>Figure I.24. : Influence de la température sur le comportement hydrique à volume libre entre 3 et 100 MPa. Résultats expérimentaux et courbes approchées.</u></a>	69
<a href="#"><u>Figure I.25. : Influence de la température et du compactage sur le degré de saturation entre 3 et 450 MPa.</u></a>	71

<u>Figure I.26. : Hypothèse <math>S_1 = S_1\left(\frac{p_c}{\gamma(T)}\right)</math> et résultats expérimentaux.</u>	73
<u>Figure I.27. : Evolution de l'indice des vides de l'argile FoCa 7 saturée sous l'effet d'un chargement (évolution de l'état pulvérulent à l'état compacté). Données bibliographiques (Plas 1987).</u>	85
<u>Figure I.28. : Isothermes capillaires à 20°C et à 50°C de l'argile FoCa 7 compactée avec une pression <math>p^*</math> de 50 MPa et une teneur en eau d'environ 10 %. Résultats expérimentaux et linéarisations (en pointillé).</u>	87
<u>Figure I.29. : Isothermes capillaires à 20°C et à 80°C de l'argile FoCa 7 compactée avec une pression <math>p^*</math> de 50 MPa et une teneur en eau d'environ 12.5 %. Résultats expérimentaux et linéarisations (en pointillé).</u>	87
<u>Figure I.30. : Valeur du coefficient (1/K) à 20°C pour l'argile FoCa 7 compactée avec une pression de 50 MPa et une teneur en eau de 10.2 %.</u>	89
<u>Figure I.31. : Valeur du coefficient (1/K) à 50°C pour l'argile FoCa 7 compactée avec une pression de 50 MPa et une teneur en eau de 10.2 %.</u>	90
<u>Figure I.32. : Valeur du coefficient (1/K) à 20°C pour l'argile FoCa 7 compactée avec une pression de 50 MPa et une teneur en eau de 12.6 %.</u>	90
<u>Figure I.33. : Valeur du coefficient (1/K) à 80°C pour l'argile FoCa 7 compactée avec une pression de 50 MPa et une teneur en eau de 12.4 %.</u>	91
<b><u>PARTIE II : Perméabilité à l'eau dans le domaine non saturé</u>..... 92</b>	
<u>Figure II.1. : Protocole expérimental, T = 20°C.</u>	99
<u>Figure II.2. : Evolution de la masse de l'échantillon 1541 iC initialement à l'équilibre avec <math>h_r = 97,9\%</math>. Le degré d'humidité relative imposé est de 93,2%. La température de l'essai est de 20°C.</u>	100
<u>Figure II.3. : Le problème analytique.</u>	104
<u>Figure II.4. : Evolution de la masse de l'échantillon 1539 iE. Mesures expérimentales et solution analytique.</u>	110

<a href="#"><u>Figure II.5. : Evolution de la masse de l'échantillon 1541 iA. Mesures expérimentales et solution analytique.</u></a>	111
<a href="#"><u>Figure II.6. : Evolution de la masse de l'échantillon 1540 iK. Mesures expérimentales et solution analytique.</u></a>	112
<a href="#"><u>Figure II.7. : <math>k_l(p_c)</math>, valeur obtenue grâce aux mesures expérimentales et à la solution analytique.</u></a>	113
<a href="#"><u>Figure II.8. : Prolongement jusqu'à la saturation, par une fonction exponentielle des valeurs de <math>k_l</math> obtenues pour <math>p_c &gt; 3</math> MPa.</u></a>	115

<b><a href="#"><u>PARTIE III : Simulations numériques et essai in situ</u></a>.....</b>	<b>117</b>
---	------------

<a href="#"><u>Figure III.1. : Schéma de la maquette OPHELIE (schéma fourni par C. Gatabin).</u></a>	122
<a href="#"><u>Figure III.2. : Isothermes de sorption de l'argile FoCa 7 à 20°C (résultats expérimentaux pour différentes valeurs de pression de compactage (30, 50 ou 60 MPa) et teneur en eau initiale (10.2, 11.9 ou 12.6 %) et isotherme choisie à 20°C pour la B.O.</u></a>	125
<a href="#"><u>Figure III.4. : Evolution du volume d'eau injecté dans la B.O. (information fournie par B. Dereeper du CEN-SCK).</u></a>	132
<a href="#"><u>Figure III.5 : Profils de température dans la B.O. (information fournie par B. Dereeper du CEN-SCK).</u></a>	133
<a href="#"><u>Figure III.6. : Evolution de la pression de gaz (cas n°1)</u></a>	139
<a href="#"><u>Figure III.7 : Evolution de la pression de gaz (cas n°2).</u></a>	140
<a href="#"><u>Figure III.8. : Evolution de la pression d'eau.</u></a>	144
<a href="#"><u>Figure III.9. : Evolution du degré de saturation dans la B.O.</u></a>	145
<a href="#"><u>Figure III.10. : Evolution de la température dans la B.O.</u></a>	146

## Liste des tableaux

<b><u>PARTIE I : Comportement hydromécanique</u>..... 22</b>
--

Tableau I.1. : Humidité relative imposée en fonction de la solution saline saturée et de la température.....34

Tableau I.2. : Influence du trajet de chargement ( $p_c$ , T) sur la teneur en eau et l'indice des vides.....64

Tableau I.3. : Indice des vides et teneur en eau avant et après un cycle de sorption et de désorption à 80°C.....64

<b><u>PARTIE II : Perméabilité à l'eau dans le domaine non saturé</u>..... 92</b>
---

Tableau II.1 :  $k_l(p_c)$ .....109

## Notations principales

### Lettres latines

$C_{pa}$	chaleur spécifique à pression constante de l'air	J/(kg.K)
$C_{pl}$	chaleur spécifique à pression constante de l'eau liquide	J/(kg.K)
$C_{pv}$	chaleur spécifique à pression constante de la vapeur d'eau	J/(kg.K)
$C_s$	chaleur spécifique du constituant solide <sup>1</sup>	J/(kg.K)
$e$	indice des vides	-
$F$	coefficient de Fick	m <sup>2</sup> /s
$H$	½ hauteur des échantillons	m
$h_r$	humidité relative de l'air	-
$K_o$	module d'incompressibilité non drainé	Pa <sup>-1</sup>
$K_o$	coefficient de contre poussée latérale	-
$k$	conductivité hydraulique	m/s
$k_g$	perméabilité au gaz	m <sup>2</sup> /(Pa.s)
$k_{int}$	perméabilité intrinsèque	m <sup>2</sup>
$k_l$	perméabilité à l'eau	m <sup>2</sup> /(Pa.s)
$k_{l_o}$	valeur de $k_l$ pour $p_c$ comprise entre $p_{c_o}$ et $p_{c_{imp}}$	m <sup>2</sup> /(Pa.s)
$k_r$	perméabilité relative	-
$k_{sat}$	perméabilité à l'eau à la saturation	m <sup>2</sup> /(Pa.s)
$M(t)$	masse totale à l'instant t	kg
$M_a$	masse molaire de l'air	kg/mol
$M_{solide}$	masse de la partie solide	kg
$M_v, M_l$	masse molaire de l'eau	kg/mol
$m_a$	masse de l'air contenu dans $d\Omega$	kg
$m_{a_o}$	valeur initiale de $m_a$	kg
$m_l$	masse d'eau liquide contenue dans $d\Omega$	kg
$m_{l_o}$	valeur initiale de $m_l$	kg
$m_v$	masse de la vapeur contenue dans $d\Omega$	kg
$m_{v_o}$	valeur initiale de $m_v$	kg
$p$	contrainte isotrope	Pa

$p^*$	pression de compactage	Pa
$p_a$	pression de l'air sec	Pa
$P_{atm}$	pression atmosphérique	Pa
$p_c$	pression capillaire	Pa
$p_{c_{imp}}$	pression capillaire imposée	Pa
$p_c^{ref}$	pression capillaire de référence	Pa
$p_g$	pression du mélange gazeux	Pa
$p_{g_0}$	pression de gaz initiale	Pa
$p_l$	pression de l'eau liquide	Pa
$p_{l_{imp}}$	valeur de $p_l$ imposée	Pa
$p_{l_0}$	valeur initiale de la pression d'eau liquide	Pa
$p_v$	pression de la vapeur d'eau	Pa
$p_{vs}$	pression de vapeur saturante	Pa/K
$r$	coordonnée radiale	m
$R$	constante des gaz parfaits	$m^3/(mol.K)$
$R_0$	valeur initiale du rayon de l'échantillon	m
$s_a$	entropie spécifique de l'air	J/(kg.K)
$s_{a0}$	entropie spécifique de l'air dans l'état de référence	J/(kg.K)
$s_l$	entropie spécifique de l'eau liquide	J/(kg.K)
$s_{l_0}$	entropie spécifique dans l'état de référence de l'eau liquide	J/(kg.K)
$s_v$	entropie spécifique de la vapeur d'eau	J/(kg.K)
$s_{v_0}$	entropie spécifique de la vapeur dans l'état de référence	J/(kg.K)
$S$	entropie de l'élément de volume $d\Omega$	J/(kg.K)
$S_g$	degré de saturation en gaz	-
$S_l$	degré de saturation en eau liquide	-
$S'_{l_0}$	valeur en $p_{c_0}$ de la dérivée de $S_l$ par rapport à $p_c$ à $T=C^{ste}$	$Pa^{-1}$
$S_{int}$	variation d'entropie des interfaces par rapport à l'état saturé	J/(kg.K)
$S_s$	entropie du constituant solide <sup>1</sup>	J/(kg.K)
$S_{sq}$	entropie du squelette <sup>1</sup>	J/(kg.K)

---

<sup>1</sup> augmentée de la contribution des interfaces liquide-solide à la saturation



$s_{so}$	entropie du constituant solide <sup>1</sup>	J/(kg.K)
$t$	temps	s
$T$	température	K
$T_o$	valeur initiale de la température	K
$w_s$	énergie élastique du constituant solide <sup>1</sup>	J/kg
$w_\alpha$	le flux de masse du fluide $\alpha$	
$z$	coordonnée axiale	m

### Lettres grecques

$\delta_{ij}$	tenseur de Kronecker – tenseur unité	-
$d\Omega$	volume infinitésimal de l'élément de sol sur lequel porte l'étude énergétique	$m^3$
$\varepsilon$	déformation volumique	-
$\varepsilon_\infty$	déformation volumique finale	-
$\varepsilon_{ij}, \underline{\underline{\varepsilon}}$	tenseur des déformations	-
$\phi$	porosité	-
$\phi_o$	porosité initiale	-
$\phi_g$	fraction de porosité occupée par le gaz	-
$\phi_{g_o}$	valeur initiale $\phi_g$	-
$\gamma$	tension interfaciale air/eau	mN/m
$\kappa$	coefficient de gonflement	-
$\mu_l$	viscosité dynamique de l'eau liquide	Pa.s
$\pi$	pression intersitielle équivalente	Pa
$\theta$	teneur en eau volumique	-
$\theta_r$	teneur en eau volumique résiduelle	-
$\theta_{sat}$	teneur en eau à la saturation	-
$\rho_a$	masse volumique de l'air	$kg/m^3$
$\rho_d$	masse volumique sèche <sup>2</sup>	$kg/m^3$
$\rho_l$	masse volumique de l'eau liquide	$kg/m^3$

<sup>2</sup> aussi appelée par abus le langage, densité sèche.

$\rho_s$	masse volumique du constituant solide	kg/m <sup>3</sup>
$\rho_v$	masse volumique de la vapeur d'eau	kg/m <sup>3</sup>
$\sigma$	contrainte hydrostatique moyenne	Pa
$\sigma'$	contrainte hydrostatique effective moyenne	Pa
$\sigma_{ij}$	tenseur des contraintes totales	Pa
$\sigma'_{ij}$	tenseur des contraintes effectives	Pa
$\sigma_v$	contrainte verticale	Pa
$\omega$	teneur en eau massique	Pa
$\omega_0$	teneur en eau de la poudre au moment du compactage	-
$\psi_{sq}$	énergie libre du squelette	J/kg
$\psi_s$	énergie libre du constituant solide <sup>1</sup>	J/kg

Les unités associées aux grandeurs ci dessus sont celles considérées dans les équations. Compte tenu des ordres de grandeurs de certaines d'entre elles, comme par exemple les pressions ou encore le temps, pour alléger la présentation des résultats, on préférera l'utilisation de certains multiples de ces unités comme le MPa ou les jours. Dans ce cas, les unités seront clairement précisées.

### Conventions

Dans les équations, les grandeurs associées au squelette, à l'eau liquide, à l'air sec, à la vapeur ou encore au gaz seront repérées par les indices respectifs suivants : sq, l, a, v et g.

La convention de sommation sur l'indice répété est également utilisée dans l'écriture des équations.

## **Introduction générale**

### **Le contexte industriel (le stockage des déchets nucléaires)**

L'essentiel de l'électricité consommée en France est actuellement issu de la production nucléaire. Divers avantages ont contribué à l'essor de ce mode de production (indépendance énergétique vis à vis des pays pétroliers, rendement élevé, faible coût, peu de dégagement de gaz à effet de serre...).

Ces avantages ont cependant désormais un prix, celui de la gestion des déchets nucléaires.

De part la loi, l' "Agence Nationale pour la gestion des Déchets Radioactifs (ANDRA) a été chargée, en coopération avec le Commissariat à l'Energie Atomique, de participer à la définition et de contribuer aux programmes de recherche et de développement concernant la gestion à long terme des déchets radioactifs" (extrait du journal officiel de la République française, du 01.01.1992, pp10-12).

En collaboration avec les deux organismes cités précédemment, les centres de recherches d'EDF et du Laboratoire Centrale des Ponts et Chaussées (LCPC) participent activement aux recherches sur la caractérisation et la modélisation des matériaux susceptibles d'être utilisés pour les ouvrages de stockage des déchets nucléaires. Le travail présenté ci-dessous concerne l'un de ces matériaux d'étude, l'argile FoCa 7.

La décroissance radioactive des déchets les plus actifs pouvant s'étendre sur plusieurs milliers d'années, les concepts de stockage doivent répondre à de nombreux impératifs, tant du point de vue de la sûreté des colis que de la protection de l'environnement. A cet effet, certains scénarios envisagent la présence d'une zone intermédiaire entre les "colis"<sup>3</sup> et le site d'accueil. Cette zone intermédiaire est plus couramment désignée sous le nom de barrière ouvragée (B.O.). Pour la suite de l'exposé, on parlera de 'matériau B.O.' pour désigner le matériau utilisé pour la construction de la B.O..

La B.O. a pour principale fonction de protéger le site d'une éventuelle diffusion des radionucléides. En effet, à long terme, l'altération partielle ou totale des colis ne peut être exclue. La B.O. doit alors pouvoir exercer un confinement efficace des radionucléides qui se seraient échappés.

---

<sup>3</sup>Le terme de colis est utilisé ici de façon très générale, pour désigner l'ensemble des éléments au centre de la galerie (colis + surconteneur ou tout autre packaging envisagé).

Dans certains concepts de stockage, la B.O. pourrait être fabriquée à l'aide de briques. Pour ce type de construction, des vides technologiques restent à la fin de la mise en place de la barrière (entre les briques et à la périphérie de l'ouvrage). Ces vides viennent modifier les propriétés de la B.O. par rapport à celles déterminées sur des échantillons de matériau B.O.. Les possibilités d'écoulement qu'offrent ces vides viennent notamment modifier la perméabilité à l'eau. L'efficacité de la B.O. dépend donc non seulement des propriétés du matériau B.O. mais aussi de la continuité du milieu et des surfaces d'échanges développées avec le site d'accueil et les colis.

Par rapport à la continuité du milieu, le gonflement de certains matériaux lorsqu'ils s'hydratent pourrait être une propriété intéressante pour le colmatage des vides, ainsi que pour la cicatrisation des fissures qui pourraient se produire au cours du vieillissement de la barrière.

La faible perméabilité à l'eau et le pouvoir de gonflement de certains matériaux argileux font d'eux des candidats potentiels pour ces barrières. Le travail de caractérisation présenté ici concerne l'un d'entre eux : l'argile FoCa 7.

### **Le cadre de l'étude**

Au moment de sa mise en place dans la galerie souterraine, la barrière d'argile est non saturée. Progressivement, avec l'arrivée des eaux du site, l'argile située au niveau du périmètre extérieur de la B.O. (interface site/B.O.) se resature. A l'opposé (interface B.O./colis), sous l'effet de la chaleur dégagée par les déchets, l'argile proche des colis se désature. Sous l'action de ces deux phénomènes antagonistes, la B.O. se déforme (les vides technologiques laissés pour la mise en place de la B.O. contribuent également à la déformation initiale de la barrière). Avec le temps, la température des colis diminue et la resaturation s'accroît. Si la B.O. conserve sa capacité de gonflement malgré les sollicitations thermiques, elle devrait donc se retrouver confinée entre le site et les colis.

La modélisation du comportement de la B.O. se doit donc de prendre en compte, à la fois, le comportement à volume libre du matériau, ainsi que son comportement à volume bloqué.

Compte tenu de la complexité de ce type d'argile, et des difficultés expérimentales à contrôler simultanément les paramètres mécaniques et hydriques, les recherches réalisées durant la thèse se sont concentrées sur le comportement à volume libre de l'argile FoCa 7 compactée avec une pression de compactage comprise entre

30 et 60 MPa. Le comportement de l'argile FoCa 7 compactée uniaxialement et/ou impliquée dans des évolutions à volume bloqué n'est pas traité.

L'approche générale choisie est celle de la mécanique des milieux poreux, telle qu'elle est développée par exemple par Coussy (Coussy 1995) ou encore Lassabatère (Lassabatère 1994). La caractérisation et la modélisation du comportement portent donc sur les aspects thermohydromécaniques (THM) du comportement à l'échelle macroscopique. Les aspects minéralogiques et chimiques ne font pas partie du cadre de notre travail.

### **Le contenu du mémoire**

Le mémoire comporte quatre parties distinctes.

La première partie est consacrée à la caractérisation (chapitres 1, 2, 3 et 4) et à la modélisation (chapitre 5) du comportement hydrique et mécanique.

Dans la modélisation des milieux poreux, l'évolution du degré de saturation en fonction de la pression capillaire et de la température est une caractéristique essentielle pour l'identification des paramètres des lois de comportement. Il s'agit donc ici à travers une étude découplée sur le comportement hydrique et mécanique de mieux comprendre comment évolue le degré de saturation.

Dans la littérature, ne sont disponibles que des données sur le comportement à température ambiante (entre 20 et 25°C). Une première contribution à la caractérisation du comportement de l'argile FoCa 7 a donc été l'acquisition de données en température. Les tentatives faites ensuite pour intégrer ce paramètre dans les relations établies entre le degré de saturation et la pression capillaire, ont mis en évidence la nécessité d'évaluer l'influence des conditions de compactage du matériau sur le comportement de cette argile. Dans la première partie on s'est donc intéressé à l'influence de la pression de compactage et de la teneur en eau initiale<sup>4</sup> de l'argile sur son comportement mécanique et hydrique une fois compactée. L'analyse a tout d'abord été menée sur les mesures d'indice des vides et de teneur en eau massique à température ambiante puis sur les données acquises en température (entre 20°C et 80°C). Au terme de cette analyse, nous verrons ainsi que la modélisation de l'évolution du degré de saturation, en fonction de la pression capillaire et de la température, se doit de prendre en compte un paramètre supplémentaire, lié aux conditions de compactage du matériau.

---

<sup>4</sup> c'est-à-dire, la teneur en eau que possédait l'argile au moment où on l'a compacté.

Outre la caractérisation, les expériences réalisées pour collecter de nouvelles données se sont également révélées très intéressantes pour la validation des lois de comportement proposées par Coussy et Dangla dans (Coussy 2002). Ces lois reposent sur le concept de pression interstitielle équivalente qui conduit à l'existence, en théorie, d'une contrainte effective continuellement définie dans les domaines saturé et non saturé. Dans le cinquième et dernier chapitre de la première partie, cette conception est mise à l'épreuve en comparant, sur la base des expériences réalisées, les résultats prédits par le modèle et ceux mesurés en laboratoire.

La deuxième partie du mémoire est consacrée à la perméabilité à l'eau des milieux poreux non saturés. Une méthode simple applicable aussi bien aux milieux poreux indéformables qu'aux milieux fortement gonflants comme l'argile FoCa 7 est présentée dans cette partie. Elle repose sur l'utilisation couplée d'une solution analytique et de mesures expérimentales de cinétique de perte de masse. Comme nous le verrons au travers d'essais réalisés sur l'argile FoCa 7, l'application de cette méthode sur des échantillons à des états de saturation différents permet de suivre l'évolution de la perméabilité à l'eau en fonction de la pression capillaire.

La troisième partie est en quelque sorte une application des recherches menées précédemment. Les données acquises sur l'argile FoCa 7 et la modélisation présentées précédemment sont utilisées pour simuler numériquement la resaturation d'une barrière ouvragée. Ces simulations se basent sur l'essai à l'échelle 1 (essai OPHÉLIE) réalisé par le GIE PRACLAY. Les résultats numériques sont comparés aux mesures enregistrées durant cette expérience.

Enfin, après avoir rappelé les principaux résultats mis en évidence lors de la caractérisation et de la modélisation du comportement, les perspectives à apporter à ce travail seront présentées dans la quatrième et dernière partie du mémoire.

# **PARTIE I**

## **Comportement hydromécanique**

## **A. Caractérisation**

### I.1. Cadre de l'étude

### I.2. Méthode des solutions salines saturées

- Protocole expérimental
- Mesures

### I.3. Résultats bibliographiques

- Hystérésis
- Influence de la pression de compactage,  $p^*$ , sur le comportement du matériau compacté

### I.4. Nouvelles données

- Influence de la teneur en eau de la poudre au moment du compactage,  $\omega_0$ , sur le comportement du matériau compacté.
- Influence de la température

## **B. Modélisation**

### I.5. Modélisation

- Le modèle
- Validation



## **I.1. CADRE DE L'ETUDE**

### **I.1.1. L'argile FoCa 7**

#### **I.1.1.1. Composition minéralogique**

L'argile FoCa est une argile naturelle qui doit son nom à son origine géographique située dans le nord du bassin parisien, entre les localités de Fourges et de Cahaignes. L'exploitation, réalisée par la Société Française des Bentonites et Dérivés, porte sur plusieurs gisements. L'argile extraite des carrières, riche en eau, est séchée, broyée et homogénéisée (Davin 1998). L'étendue des gisements peut cependant conduire à des lots de poudre dont le comportement n'est pas le même. Ainsi, Lagarde et Tessier (Lagarde 1988) ont mis en évidence l'influence de la position géographique du prélèvement sur le comportement la poudre compactée. Leurs essais portent sur deux lots de poudre, répertoriés sous les noms de FoCa 2 et de FoCa 7. Alors que les courbes de rétention d'eau<sup>5</sup> sont identiques pour les deux lots, les courbes montrant l'évolution de l'indice des vides<sup>6</sup> en fonction de la pression capillaire<sup>7</sup> sont différentes.

Dans ce mémoire, les données bibliographiques qui seront présentées ainsi que les essais réalisés durant la thèse portent tous sur le même lot d'argile, désigné sous le nom d'argile FoCa 7. Les mesures peuvent donc être comparées en écartant tout artéfact dû à une qualité de poudre variable (granulométrie, minéralogie,...).

La composition minéralogique de l'argile FoCa 7 a fait l'objet d'un grand nombre d'études, aussi bien par le CEA que par des centres de recherches universitaires, dont les universités de Poitiers, Paris VI, de Lille et de Lorraine. Les différentes méthodes employées pour déterminer la composition minéralogique de la poudre FoCa 7 et les résultats obtenus sont comparés dans (Coulon 1989). Grosso modo, l'argile FoCa 7 se compose à 80% d'un interstratifié de smectite et de kaolinite (50/50), de 5% de kaolinite libre et de 15% de minéraux non argileux tels que le quartz, la goethite,....

---

<sup>5</sup> Définition paragraphe I.2.1.

<sup>6</sup> Définition paragraphe I.1.3

<sup>7</sup> Définition paragraphe I.1.3

### **I.1.1.2. Compactage**

Le comportement qui nous intéresse ici est celui de l'argile FoCa 7 compactée isostatiquement.

En tant que matériau d'étude pour les B.O., de nombreuses expériences ont déjà été réalisées pour caractériser différents aspects du comportement à volume libre de l'argile FoCa 7. Ces expériences ont pour la plupart été réalisées indépendamment les unes des autres, avec chacune un objectif propre. De ce fait, les caractéristiques initiales (notamment la densité) du matériau testé varient le plus souvent d'une étude à l'autre. En général, les masses volumiques sèches<sup>8</sup> initiales des échantillons se situent entre 1.5 et 2 g/cm<sup>3</sup>, ce qui correspond à une poudre compactée avec une teneur en eau comprise entre 10 et 12%, et une pression de compactage de 30 à 60 MPa.

### **I.1.2. Paramètres de l'étude**

Cette différence de compactage est une des difficultés auxquelles se heurte la synthèse des connaissances acquises lors de ces expériences. Pour les matériaux compactés, différents chercheurs dont (Mitchell 1956), (Lambe 1958), (Seed 1959), (Matyas 1968) ont montré l'influence des conditions de compactage sur le comportement des sols compactés. L'argile FoCa 7, en tant que matériau compacté, n'échappe pas à cette règle.

Les conditions de compactage, à savoir la pression de compactage et la teneur en eau massique de la poudre au moment du compactage, doivent donc être pris en compte dans notre étude comme étant deux paramètres susceptibles d'avoir une influence sur le comportement hydrique et mécanique du matériau compacté.

Le phénomène d'hystérésis est le troisième paramètre pris en compte dans notre étude. En effet, comme nous le verrons plus tard, les données utilisées pour caractériser à volume libre le comportement de l'argile FoCa 7 (qu'elles soient bibliographiques ou bien qu'elles aient été déterminées dans le cadre de la thèse) ont pour l'ensemble été obtenues grâce à la méthode des solutions salines saturées. Cette méthode (voir chapitre 2) permet, selon le sel employé, de resaturer ou de désaturer le matériau. Selon les matériaux, cette différence de chargement (resaturation/désaturation) a une influence plus ou moins importante sur le comportement. Il est donc nécessaire d'établir ici ce qu'il en est pour FoCa 7.

---

<sup>8</sup> rapport entre la masse de la partie solide de l'échantillon et son volume total.

### I.1.3. Variables étudiées

Les variables choisies pour étudier de façon découplée le comportement hydrique du comportement mécanique sont la teneur en eau massique et l'indice des vides.

La teneur en eau massique, notée  $\omega$ , est le rapport entre la masse de l'eau contenue dans l'échantillon,  $m_l$ , et la masse de la partie solide (sèche) de l'échantillon,  $m_s$  :

$$\omega = \frac{m_l}{m_s}$$

L'indice des vides,  $e$ , est quant à lui défini comme étant le rapport entre le volume des vides,  $v_v$ , et le volume de la partie solide de l'échantillon,  $v_s$  :

$$e = \frac{v_v}{v_s}$$

L'étude du comportement hydrique et mécanique consistera donc à observer l'évolution de la teneur en eau massique et de l'indice des vides en fonction de la pression capillaire<sup>9</sup> et de la température, lorsque le matériau est :

- resaturé ou désaturé
- compacté avec différentes valeurs de pression de compactage et de teneur en eau initiale.

(Pour la suite de l'exposé, on notera  $p^*$  la pression de compactage et  $\omega_0$  la teneur en eau initiale.)

Remarque : par la méthode des solutions salines saturées, le protocole que l'on a réussi à adapter en température permet uniquement de réaliser des essais en humidité contrôlée<sup>10</sup> à température constante. De ce fait, la température intervient plus dans notre étude comme un paramètre au même titre par exemple que la pression de compactage, que comme une variable d'évolution comme la pression capillaire.

---

<sup>9</sup> On définit la pression capillaire, notée  $p_c$ , comme étant la différence entre la pression du gaz,  $p_g$ , et la pression de l'eau,  $p_l$ , dans le matériau :  $p_c = p_g - p_l$

<sup>10</sup> soit, indirectement, à pression capillaire imposée.

#### **I.1.4. Domaine exploré ( $p_c$ , T)**

##### *Limites en pression capillaire*

Compte tenu du protocole expérimental (méthode des solutions salines saturées), la plus faible pression capillaire imposée ici est d'environ 3 MPa.

Pour la plupart des essais bibliographiques, la valeur maximale imposée pour la pression capillaire se situe aux alentours de 70 ou 100 MPa (Félix 1994), (Michaux 1995), (Imbert 1994).

A 100 MPa, la teneur en eau massique est cependant encore très éloignée de sa valeur résiduelle. Il nous a donc semblé intéressant d'aller au-delà de cette limite, jusqu'à ce que permet l'utilisation des solutions salines, c'est-à-dire aux environs de 400 MPa.

→ La caractérisation de l'argile FoCa 7 présentée ici concerne donc les pressions capillaires entre 3 MPa et 400 MPa, autrement dit, ce que l'on appelle le domaine des fortes pressions capillaires.

##### *Limites en température*

En raison des difficultés technologiques pour réaliser des essais à humidité contrôlée en température, les températures atteintes ici vont de 20°C et 80°C, ce qui représente déjà une avancée par rapport aux données existantes.

#### **I.1.5. Le plan de l'étude**

Finalement, pour résumer ce qui a été dit précédemment, il s'agit d'étudier l'évolution de la teneur en eau massique et de l'indice des vides en fonction de la pression capillaire selon les paramètres suivants :

- le trajet de chargement hydrique suivi (resaturation ou désaturation),
- la pression de compactage,  $p^*$ ,
- la teneur en eau au moment où l'argile FoCa 7 a été compactée,  $\omega_0$ ,
- la température des essais (constante, comprise entre 20 et 80°C).

Pour cette étude, le plan suivi est le suivant :

- un premier chapitre est tout d'abord consacré au protocole expérimental utilisé à température ambiante et à son adaptation pour les essais en température.
- Dans le deuxième chapitre, consacré à la bibliographie existant sur l'argile FoCa 7, on s'intéressera surtout aux résultats présentés dans (Michaux 1995). Grâce à ces informations, il sera possible de faire le point, d'une part sur l'importance du phénomène d'hystérésis, et d'autre part, sur l'influence de la pression de compactage sur le comportement hydrique et le comportement mécanique à température ambiante.

- Dans le troisième chapitre, les données que nous avons acquises à 20°C, 50°C et 80°C, nous permettront de mettre en évidence l'influence de la teneur en eau initiale sur le comportement du matériau compacté, et l'influence de la température.
- Dans le quatrième chapitre on verra comment les observations faites séparément sur l'indice des vides et sur la teneur en eau massique permettent d'établir l'ensemble des paramètres dont dépend l'évolution du degré de saturation.
- Enfin dans le cinquième et dernier chapitre, les expériences réalisées pour la caractérisation du comportement fourniront l'opportunité de valider pour les matériaux gonflants, le modèle thermohydromécanique présenté dans (Coussy 2002).

# **PARTIE I**

## **Comportement hydromécanique**

### **A. Caractérisation**

#### I.1. Cadre de l'étude

#### I.2. Méthode des solutions salines saturées

→ Protocole expérimental

→ Mesures

#### I.3. Résultats bibliographiques

→ Hystérésis

→ Influence de la pression de compactage,  $p^*$ , sur le comportement du matériau compacté

#### I.4. Nouvelles données

→ Influence de la teneur en eau de la poudre au moment du compactage,  $\omega_0$ , sur le comportement du matériau compacté.

→ Influence de la température

### **B. Modélisation**

#### I.5. Modélisation

→ Le modèle

→ Validation

## I.2. METHODE DES SOLUTIONS SALINES SATUREES

### I.2.1.Définitions

Avant d'aborder à proprement dit la méthode des solutions salines saturées, la définition de certains termes est rappelée ci-dessous.

#### *Imbibition et sorption*

Les matériaux poreux peuvent être resaturés :

- soit en contact direct avec de l'eau ou une solution osmotique
- soit en les plaçant dans des atmosphères humides.

Dans le cas de resaturation par contact direct avec de l'eau, les échanges entre le matériau et son environnement se font sous forme liquide, on parle alors d'imbibition. Lorsque l'échantillon est resaturé (/désaturé) partiellement ou totalement grâce à l'humidité de l'air, les échanges se font sous forme gazeuse, on parle alors de sorption (/désorption).

A quelques exceptions que l'on précisera, les essais présentés ici sont des essais de sorption ou de désorption : les échantillons ont été resaturés ou désaturés par l'intermédiaire d'atmosphères plus ou moins humides, mais jamais en contact direct avec de l'eau liquide.

#### *Essai de sorption (/désorption) et pression capillaire*

Le protocole mis en place pour les essais de sorption ou de désorption dépend essentiellement du type de matériau (gonflant/non gonflant), du type de comportement que l'on souhaite observé (volume libre/ volume bloqué), de la température et de l'échelle de l'expérience (essais en laboratoire/essais in situ).

En fonction de ces différentes conditions, les essais peuvent être réalisés :

- soit en contrôlant (directement ou indirectement) la pression capillaire. Les mesures portent alors sur le degré de saturation.
- Ou bien, à l'inverse, en imposant le degré de saturation (i.e. la teneur en eau pour les matériaux non gonflants) et en mesurant la pression capillaire à l'équilibre (Hugh 1998).

Pour les matériaux gonflants, les techniques utilisées à volume libre consistent à contrôler directement ou indirectement la pression capillaire. Les *essais de sorption* deviennent alors des *essais à pression capillaire décroissante* et les *essais de désorption* à des *essais à pression capillaire croissante*.

### *Courbe de sorption (/désorption)*

La courbe de sorption (désorption) représente l'évolution du degré de saturation,  $S_1$ , en fonction de la pression capillaire imposée,  $p_c$ , et de la température,  $T$ . Cette courbe ne considère que les états d'équilibre obtenus à la fin des essais de sorption (/désorption).

### *Isotherme de sorption (/désorption)*

Lorsque les essais de sorption (/désorption) sont conduits à température constante, les mesures permettent d'établir (pour la température fixée) l'évolution du degré de saturation en fonction de la pression capillaire. La température étant constante, pour désigner la courbe obtenue on parle alors d'isotherme de sorption (/désorption).

### *Courbe de rétention d'eau*

La courbe de rétention d'eau représente l'évolution de la teneur en eau massique,  $\omega$ , ou volumique,  $\theta$ , en fonction de la pression capillaire.

Remarques :

- La courbe de sorption (/désorption), les isothermes de sorption (/désorption) et la courbe de rétention d'eau ne prennent en compte que les états d'équilibre.
- A la différence des matériaux indéformables, pour les matériaux gonflants, les isothermes de sorption ou de désorption et les courbes de rétention d'eau, ne sont pas équivalentes : du fait des déformations, le rapport entre le degré de saturation et la teneur en eau (massique,  $\omega$ , ou volumique,  $\theta$ ) n'est pas constant. Pour les matériaux déformables, le degré de saturation et la teneur en eau sont des variables bien distinctes.



### I.2.2. Protocole expérimental

Le principe général de cette méthode consiste à placer un échantillon du matériau poreux dans une enceinte hermétique (appelée dessiccateur) contenant une solution saline saturée. A l'intérieur du dessiccateur, Le taux d'humidité relative de l'air,  $h_r$ , est fixé par la solution saline saturée. L'échantillon est en contact uniquement avec l'air humide, et pas la solution saline. La pression capillaire est imposée au niveau des bords de l'échantillon par l'intermédiaire du taux d'humidité relative de l'air,  $h_r$ .

L'humidité relative de l'air,  $h_r$ , au dessus de la solution saline saturée est le rapport entre la pression de la vapeur d'eau en équilibre avec la solution saline,  $p_v$ , et la pression de la vapeur saturante,  $p_{vs}$ .

$$h_r = \frac{p_v}{p_{vs}(T)}$$

La valeur de  $h_r$  dépend à la fois de la solution employée (sel et concentration) et de la température. Pour un sel donné, tant que la solution saline reste saturée et la température constante, le taux d'humidité relative est lui aussi constant.

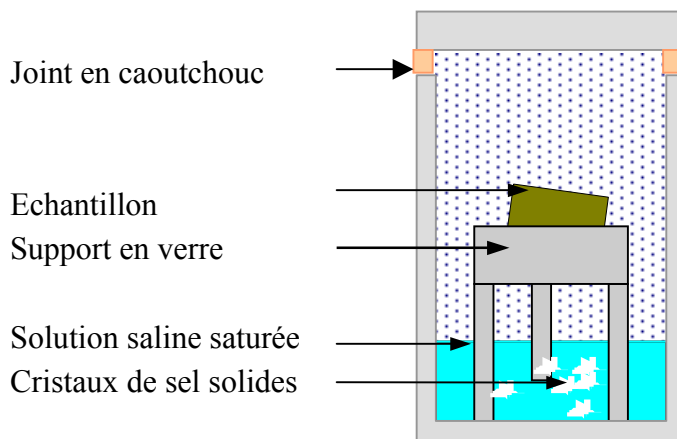
Pour nos essais à température ambiante, les dessiccateurs ont été placés dans une armoire thermostatée où la température est réglée à 20°C. Pour les essais bibliographiques (Michaux 1995), la température est de 25°C. Cette différence de température est cependant négligeable quant aux valeurs de  $h_r$ .

Pour les essais en température, les bocaux sont placés dans une étuve où la température est contrôlée.

Pour les essais que nous avons réalisés à 50°C et 80°C, l'appareillage a nécessité quelques adaptations par rapport à celui employé classiquement à 20°C. En effet, les dessiccateurs utilisés à température ambiante ne disposent pas de système de verrouillage mécanique, et l'étanchéité est assurée par la forme des bords du couvercle et du récipient (rodage plat) et une couche de graisse. En température, ce modèle n'offre pas assez de sécurité et l'étanchéité n'est plus assurée. Les dessiccateurs ont donc été remplacés par des bocaux en verre (de 2L), hermétiques, du même type que ceux utilisés pour les conserves alimentaires. L'étanchéité est assurée par la présence d'un joint en caoutchouc et le système de verrouillage.

D'autre part, le support en plastique utilisé à 20°C pour maintenir l'échantillon au-dessus de la solution saline saturée est remplacé en température par un support en verre.

En température comme à 20°C, l'échantillon ne repose pas directement à plat sur le fond du support, mais est légèrement incliné grâce à une petite barrette en plastique, afin d'optimiser les surfaces d'échange avec l'air environnant.



*(La présence de cristaux de sel dans la solution garantit la saturation)*

**Figure I.1. : Dispositif expérimental**

Lorsque la pression de gaz dans l'enceinte est constante et égale à la pression atmosphérique, ce que l'on suppose être le cas, l'humidité relative de l'air et la pression capillaire aux bords de l'échantillon sont liées par la relation suivante :

$$p_c = -\frac{\rho_l R T}{M_v} \ln(h_r) \quad (\text{loi de Kelvin})$$

Où  $p_c$  est la pression capillaire,  $h_r$  l'humidité relative,  $R$  la constante des gaz parfaits,  $T$  la température,  $M_v$  la masse molaire de la vapeur d'eau et  $\rho_l$  la masse volumique de l'eau liquide à la température  $T$ .

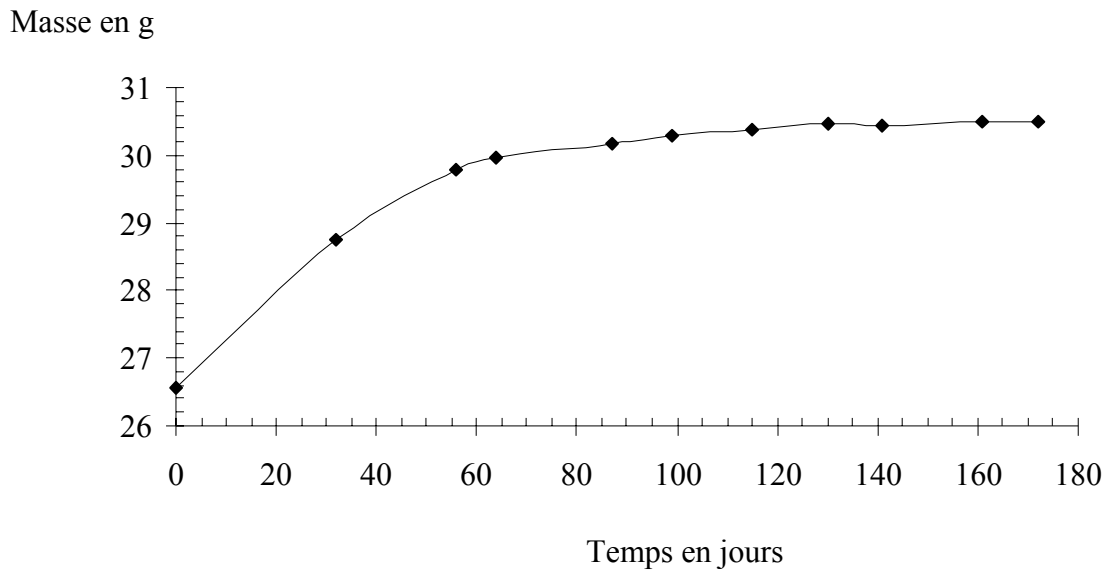
Les sels employés et les valeurs de  $h_r$  imposées à 20°C, 50°C et 80°C sont indiqués dans le tableau I.1

Sel	Humidité relative en %			Pression capillaire en MPa		
	20°C	50°C	80°C	20°C	50°C	80°C
K <sub>2</sub> CrO <sub>7</sub>	97.93			2.83		
K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	97.59	95.82	95.79	3.29	6.29	6.34
KNO <sub>3</sub>	93.2			9.51		
NH <sub>4</sub> H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	93.2			9.51		
BaCl <sub>2</sub>	90.69			13.20		
KCl	85.13	81.2	78.90	21.74	30.70	37.55
KBr	81.77	79.02		27.18	34.71	
NH <sub>4</sub> Cl	79.23			31.44		
NaCl	75.41	74.84	74.42	38.12	42.72	46.81
NaNO <sub>3</sub>	75.13	69.04	65.32	38.62	54.61	67.48
SrCl <sub>2</sub>	72.53	57.46		43.38	81.67	
KI	69.86			48.44		
NaBr	59.14	50.93	51.43	70.94	99.45	105.38
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	43.16	40.91	35.42	113.49	131.75	164.49
MgCl <sub>2</sub>	33.03	30.54	26.05	149.62	174.84	213.18
CH <sub>3</sub> COOK	23.11			197.85		
LiCl	11.14	11.05	10.51	296.41	324.68	357.03
LiBr	6.61	5.53	5.20	366.91	426.72	468.55

Tableau I.1. : Humidité relative imposée en fonction de la solution saline saturée et de la température.

L'acquisition des isothermes de sorption (/désorption) consiste à placer successivement le ou les échantillons dans des enceintes où le degré d'humidité relative est de plus en plus important (/faible).

Le gonflement (/le retrait) observé lors de la resaturation (/désaturation) montre que le comportement mécanique est couplé au comportement hydrique. On suppose que les équilibres mécanique et hydrique se produisent en même temps. L'équilibre est alors détecté expérimentalement en pesant régulièrement l'échantillon. Lorsque son poids n'évolue plus, l'équilibre est atteint, l'essai est terminé (figure I.2). A la fin de l'essai, le volume de l'échantillon est mesuré. Le degré de saturation en eau à l'équilibre est calculé à partir de ces mesures (poids et volume).



**Figure I.2. : Evolution de la masse d'un échantillon d'argile FoCa 7 au cours d'un essai de sorption à 20°C ( $h_r = 97.5\%$ ), depuis son état initial jusqu'à l'équilibre final.**

*(Pour cet échantillon, la pression de compactage est de 50 MPa. La teneur en eau massique initiale et l'indice des vides initial sont respectivement de 10% et de 0.42.)*

### **I.2.3. Mesures**

Le degré de saturation est calculé à partir de la quantité d'eau contenue dans l'échantillon et de son volume. La façon de procéder pour obtenir ces informations, à la fin de chaque essai, est résumée ci-dessous.

#### **I.2.3.1. Mesure de la teneur en eau massique**

*Rappel sur la fabrication des échantillons :* Pour les essais bibliographiques ainsi que pour nos essais, les échantillons sont des échantillons usinés. Une carotte d'argile de forme cylindrique est tout d'abord fabriquée par compactage isotrope. La section de cette carotte est ensuite réduite au diamètre des échantillons à l'aide d'un tour. Le cylindre obtenu est finalement découpé en tranches, donnant ainsi les échantillons.

Il existe plusieurs façons de mesurer la teneur en eau massique d'un échantillon. On peut procéder :

- soit à une mesure directe en soumettant l'échantillon à une perte au feu (voir ci-dessous). Ce type de mesure conduit néanmoins à la destruction de l'échantillon
- ou bien de façon indirecte, s'il est nécessaire que l'échantillon puisse être réutilisé. Ce qui est le cas pour nos essais et pour ceux réalisés par Michaux et Loubignac (Michaux 1995). La teneur en eau des échantillons est alors déterminée de la façon suivante : dans un premier temps, instant que nous noterons  $t_0$ , les échantillons, ainsi qu'un fragment de la carotte à partir de laquelle ils ont été fabriqués sont pesés. La teneur en eau massique de la carotte à l'instant  $t_0$  est déterminée en soumettant le morceau prélevé à une perte au feu : le fragment est placé dans un four dont la température est de  $105^\circ\text{C}$ . Après 2 ou 3 jours, selon les expérimentateurs, l'échantillon est sorti du four et immédiatement pesé.

À l'issue de son séjour dans le four, le fragment de la carotte est sensé avoir perdu son eau capillaire. La masse mesurée à la sortie du four est identifiée comme étant la masse de sa partie solide,  $M_{\text{solide}}$ .

La teneur en eau massique du fragment,  $\omega'$ , à l'instant  $t_0$  est alors calculée grâce à sa masse à l'instant  $t_0$  et à la valeur de  $M_{\text{solide}}$  :

$$\omega'(t_0) = \frac{M(t_0) - M_{\text{solide}}}{M_{\text{solide}}}$$

Sous l'hypothèse que l'eau était répartie de façon homogène dans la carotte, à l'instant  $t_0$ , les échantillons sont supposés avoir la même teneur en eau massique que le fragment. Soit  $\omega$  la teneur en eau massique des échantillons, on a :

$$\omega(t_0) = \omega'(t_0)$$

À la fin de chaque essai, les échantillons sont pesés. Leurs masses,  $M(t_0)$  et  $M(t)$ , et  $\omega(t_0)$  suffisent alors pour calculer leur teneur en eau massique à l'instant  $t$  :

$$\rightarrow \omega(t) = (1 + \omega(t_0)) \frac{M(t)}{M(t_0)} - 1$$

Remarques :

*Eau capillaire/ eau liée*

Du point de vue de la modélisation, l'eau contenue dans le matériau est répartie, de façon schématique, en deux catégories : l'eau liée, rattachée à la structure des particules solides du matériau, et l'eau capillaire localisée dans les pores.

Si cette répartition peut convenir pour des argiles non gonflantes telles que les kaolinites, pour les smectites, la localisation de l'eau et sa répartition en terme d'eau liée ou d'eau capillaire semblent beaucoup plus difficiles. Les études réalisées par Tessier sur les argiles (Tessier 1984) montrent en effet que sous l'effet d'une diminution de la pression capillaire, l'eau absorbée par le matériau vient non seulement remplir les pores mais également s'intercaler entre les feuillets des particules.

Dans notre cas, où l'argile FoCa 7 est composée en grande partie de smectite, la masse d'eau mesurée, qualifiée d'eau capillaire, ne se réduit pas à l'eau contenue dans les pores, mais désigne, de façon plus large, toutes les particules d'eau susceptibles d'être extraites du matériau par pression capillaire lorsque la température est comprise entre 20°C et 80°C.

*Masse sèche*

D'autre part, à 105°C, d'après Tessier, le matériau mesuré à la sortie du four contient encore de l'eau : *“la référence habituelle à 105°C, ne permet pas de déterminer l'état anhydre de la phase solide argileuse, en particulier d'une smectite, et ce, que ce soit sous forme pondérale ou volumique. De ce fait, toutes les mesures de la teneur en eau et de la masse volumique telles qu'elles sont obtenues habituellement donnent des valeurs inférieures à la réalité.”* (Tessier 1984, p65).

Néanmoins, même si la “masse solide” mesurée après la perte au feu à 105°C ne correspond pas à l'état anhydre du matériau, expérimentalement on montre que l'eau (du moins en terme de masse) incluse dans cette masse solide n'est affectée ni par les variations de pression capillaire, ni par des contraintes mécaniques telles que les pressions de compactage.

En conclusion, à défaut d'obtenir des valeurs absolues, le procédé de perte au feu à 105°C permet de mesurer la teneur en eau massique du matériau par rapport à un état hydrique, qui est identique aussi bien pour la poudre que pour le matériau compacté. L'utilisation de ce procédé est donc tout à fait pertinent dans la mesure où nos températures demeurent inférieures à 105°C.

### I.2.3.2. Mesure de l'indice des vides

Là encore, différentes techniques peuvent être utilisées. Dans (Saiyouri 1996) le volume des échantillons est déterminé grâce au principe de la poussée d'Archimède : l'équilibre atteint, l'échantillon est pesé puis immergé une première fois dans du kerdane, afin de remplir les plus gros pores (Fleureau 1992). Au bout de 2h, l'échantillon est sorti du kerdane et essuyé pour éliminer l'excédent de pétrole. Ceci étant, il est une nouvelle fois immergé dans le kerdane. Le volume de l'échantillon est alors déterminé en mesurant la poussée exercée par l'échantillon sur le kerdane.

Cette méthode n'est applicable ni à nos essais ni à ceux de Michaux car elle est d'une part destructrice, et d'autre part, incompatible avec des températures de l'ordre de 50°C et 80°C. La méthode que nous avons retenue et également utilisée par Michaux et Loubignac, consiste à mesurer les dimensions (diamètre et hauteur) des échantillons à l'aide d'un pied à coulisse (d'où la nécessité, contrairement à la méthode précédente, que les échantillons soient usinés). Plusieurs mesures sont effectuées dans différentes directions afin d'obtenir une valeur moyenne pour le diamètre et la hauteur.

Cette méthode, qui peut d'un premier abord sembler relativement grossière, donne de bons résultats. Elle est à la fois non destructrice et utilisable en température.

A température ambiante, la qualité des mesures repose essentiellement sur la dextérité de celui qui les effectue : la principale précaution à prendre, lors de la mesure du diamètre, est de veiller à ce que les deux parties du pied à coulisse soient bien parallèles à la section de l'échantillon.

Pour les essais à 50°C et 80°C, les mesures sont plus délicates à cause de la différence de température entre les échantillons, l'air ambiant et les appareils de mesure. La façon de procéder est la suivante :

- Le bocal est tout d'abord sorti de l'étuve, et amené dans une salle climatisée à 20°C.
- L'échantillon est alors extrait du bocal, posé à plat sur un support en verre, et pesé.
- Toujours sur le support, ce qui évite de manipuler directement l'échantillon, le diamètre de l'échantillon est mesuré.
- La hauteur est à son tour mesurée avant de replacer l'échantillon dans le bocal, et l'ensemble du dispositif dans l'étuve.

Les mesures doivent être très rapides afin de limiter l'évaporation de l'eau dans l'air ambiant et la condensation sur le support en verre.

Le temps nécessaire pour ces mesures, depuis la sortie du bocal de l'étuve, n'excède pas les 3mn (une vingtaine de secondes pour la pesée et 2mn pour les mesures).

### I.2.3.3. Incertitudes des mesures

Compte tenu de nos expériences, la marge d'erreurs due aux instruments de mesure est marginale par rapport aux erreurs dues à la manipulation des échantillons.

*- sur l'indice des vides*

Lors de nos essais, 17 échantillons d'argile FoCa compactée à 50 MPa avec une teneur en eau initiale égale à 10.2 % ont été stabilisés à un degré d'humidité relative de 97.5 % (ce qui correspond à la plus forte valeur imposée).

A l'équilibre avec  $h_r = 97.5\%$ , la valeur moyenne de l'indice des vides, initialement égale à 0.419, est de l'ordre de 0.889, ce qui équivaut à une augmentation de volume de plus de 30 %. Du fait de la teneur en eau importante, les échantillons sont facilement endommageables lorsqu'on les manipule. Malgré ces conditions, les mesures pratiquées sur les 17 échantillons, montrent une dispersion, par rapport à la moyenne des mesures, de moins de :

- 1 % pour 11 d'entre eux,
- 2 % pour 4 des échantillons restants
- et 3 % pour les 2 derniers.

Ce résultat montre une bonne fiabilité des mesures.

Pour les autres degrés d'humidités, les essais ont été doublés. On observe à chaque fois faible écart ( $< 2\%$ ) entre les deux mesures obtenues, ce qui souligne également la qualité des mesures et du protocole expérimental.

*- sur la teneur en eau massique*

Pour les 17 échantillons mis à l'équilibre à  $h_r = 97,5\%$ , la dispersion des mesures de teneur en eau est encore plus faible que pour l'indice des vides. L'écart relatif, par rapport à la moyenne des mesures, est inférieur à 0,5% pour 9 d'entre elles, 1% pour 5 des mesures restant, et 2% pour les autres mesures. Pour les autres degrés d'humidités, l'écart entre les deux valeurs mesurées est quant à lui inférieur à 2%.

Enfin une autre observation qui vient attester de la fiabilité des pesées en température est la stabilité de la masse mesurée. Durant les 5 premières secondes, la mesure enregistrée sur la balance reste constante.



# **PARTIE I**

## **Comportement hydromécanique**

### **A. Caractérisation**

I.1. Cadre de l'étude

I.2. Méthode des solutions salines saturées

→ Protocole expérimental

→ Mesures

I.3. Résultats bibliographiques

→ Hystérésis

→ Influence de la pression de compactage,  $p^*$ , sur le comportement du matériau compacté

I.4. Nouvelles données

→ Influence de la teneur en eau de la poudre au moment du compactage,  $\omega_0$ , sur le comportement du matériau compacté.

→ Influence de la température

### **B. Modélisation**

I.5. Modélisation

→ Le modèle

→ Validation

### **I.3. RESULTATS BIBLIOGRAPHIQUES**

Les résultats présentés ici proviennent d'une étude réalisée par Michaux et Loubignac (Michaux 1995). Cette étude, va nous permettre d'évaluer l'importance du phénomène d'hystérésis et l'influence de la pression de compactage sur le comportement de l'argile compactée.

Les essais réalisés sont des essais de sorption et de désorption à 25°C. La méthode utilisée est celle des solutions salines saturées telle qu'elle a été présentée dans le chapitre précédent. Les échantillons sont des échantillons d'argile FoCa 7 compactée à 30 ou à 60 MPa. La teneur en eau au moment du compactage est identique dans les deux cas :  $\omega_0 \approx 11,9\%$ . Les pressions capillaires imposées sont comprises entre 13 et 82 MPa.

#### Essais de sorption

Après le compactage (à 30 ou à 60 MPa) et l'usinage des échantillons, chaque échantillon est placé dans un dessiccateur où le degré d'humidité relative (imposé par la solution saline saturée) va permettre de les resaturer partiellement. Trois solutions salines sont employées. Les pressions capillaires imposées par chacune d'elles sont de l'ordre de 82 MPa, 38 MPa et 13 MPa.

Les échantillons sont pesés et mesurés au début et à la fin des essais.

#### Essais de désorption

Après leur fabrication, la teneur en eau massique des échantillons est de 11.9 %. Les échantillons sont trop peu saturés pour commencer directement les essais. Il est donc nécessaire de les resaturer au préalable. Cette étape préliminaire est effectuée en plaçant les échantillons dans un dessiccateur contenant de l'eau pure (soit en théorie un degré d'humidité relative de 100%). Après un séjour assez long (plus d'un an et demi), la resaturation complète n'est pas obtenue, mais le degré de saturation des échantillons se stabilise autour de 95 %. La resaturation est suffisante pour pouvoir commencer les essais de désorption. Les échantillons sont alors répartis dans quatre dessiccateurs différents où la pression capillaire imposée est de 13 MPa, 38 MPa, 82 MPa et 149 MPa.

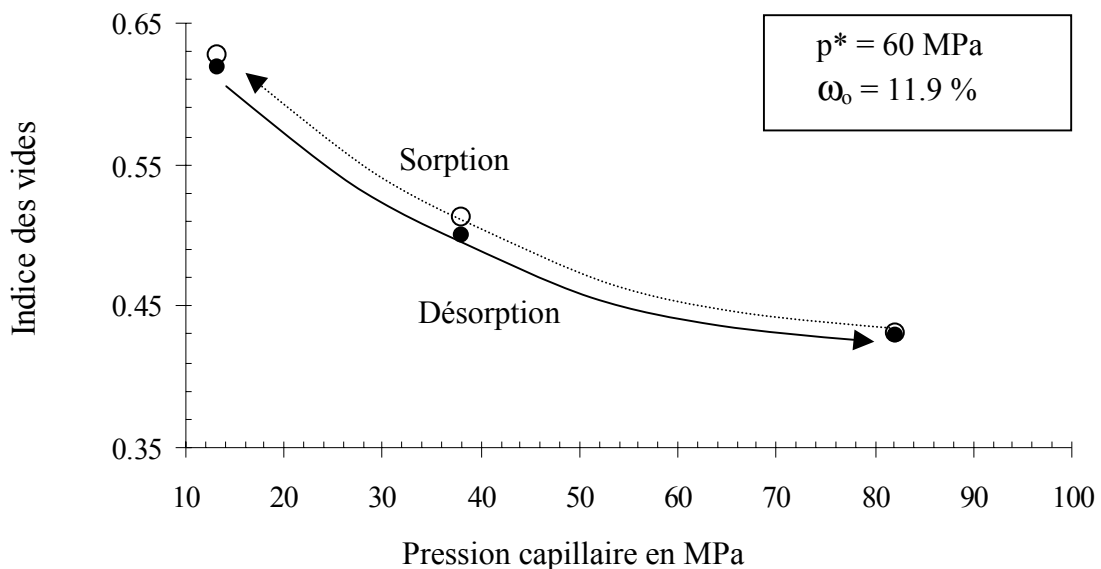
Les échantillons sont pesés et mesurés au début et à la fin des expériences.

### I.3.1. Hystérésis

Les valeurs ainsi obtenues en sorption et en désorption pour l'indice des vides et la teneur en eau massique sont comparées ci-dessous afin de mettre en évidence l'existence de phénomènes d'hystérésis.

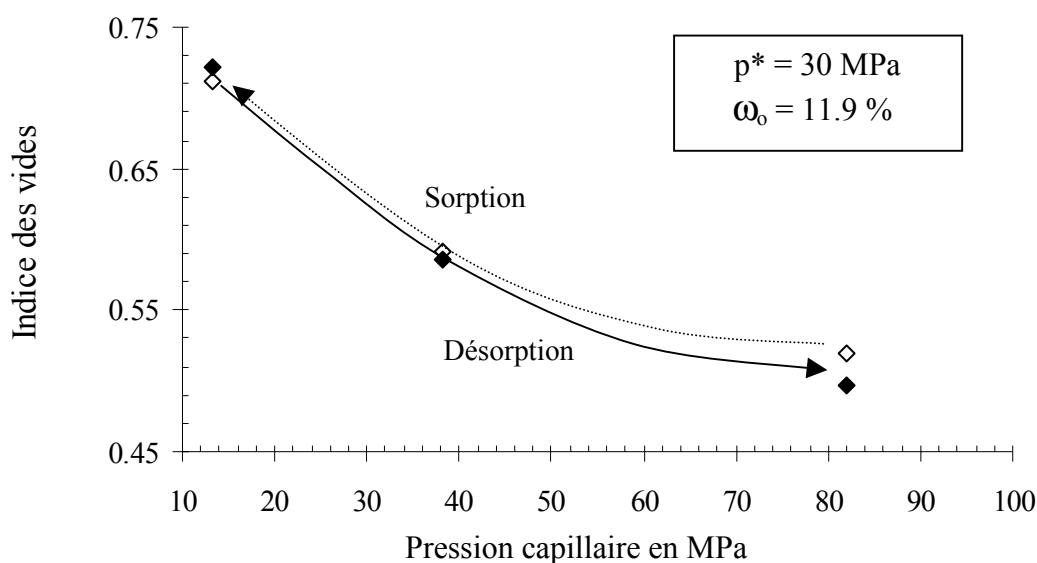
#### 1.3.1.1. Comportement mécanique.

Les résultats obtenus sur les échantillons compactés à 60 MPa sont représentés sur la figure I.3. et ceux obtenus pour une pression de compactage de 30 MPa sont sur la figure I.4.



**Figure I.3. : Evolution de l'indice des vides lors d'essais menés en sorption et en désorption. ( $p^* = 60 \text{ MPa}$ ,  $\omega_0 = 11,9 \%$ ). Données bibliographiques (Michaux 1995)**

Pour le matériau compacté à 60 MPa, les résultats concernant l'indice des vides sont identiques en sorption et en désorption. Le comportement mécanique ne présente pas de phénomène d'hystérésis.



**Figure I.4. : Evolution de l'indice des vides lors d'essais menés en sorption et en désorption. ( $p^* = 30 \text{ MPa}$ ,  $\omega_0 = 11.9\%$ ). Données bibliographiques (Michaux 1995)**

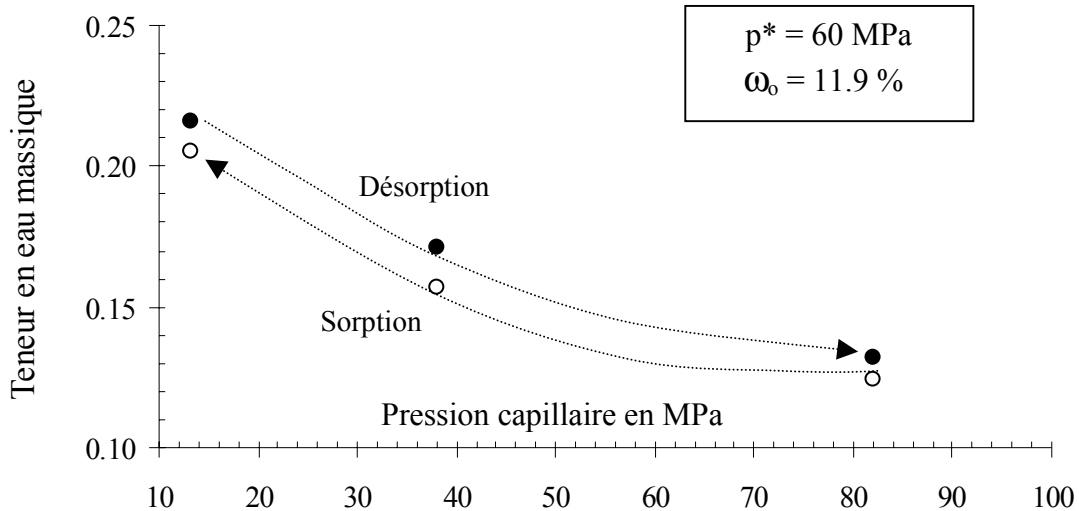
Pour les échantillons compactés à 60 MPa, la réversibilité est un peu moins bonne que pour les échantillons compactés à 30 MPa. Néanmoins la différence entre les mesures en sorption et celles en désorption reste très largement comprise dans la marge d'incertitude sur les résultats. On peut donc là encore conclure que les valeurs en sorption sont semblables à celles en désorption.

A la vue de ces résultats, on en conclura donc que l'évolution de l'indice des vides en fonction de la pression capillaire est la même en sorption qu'en désorption. Autrement dit, aucune hystérésis n'est observée au niveau du comportement mécanique de l'argile FoCa 7 compactée entre 30 et 60 MPa.

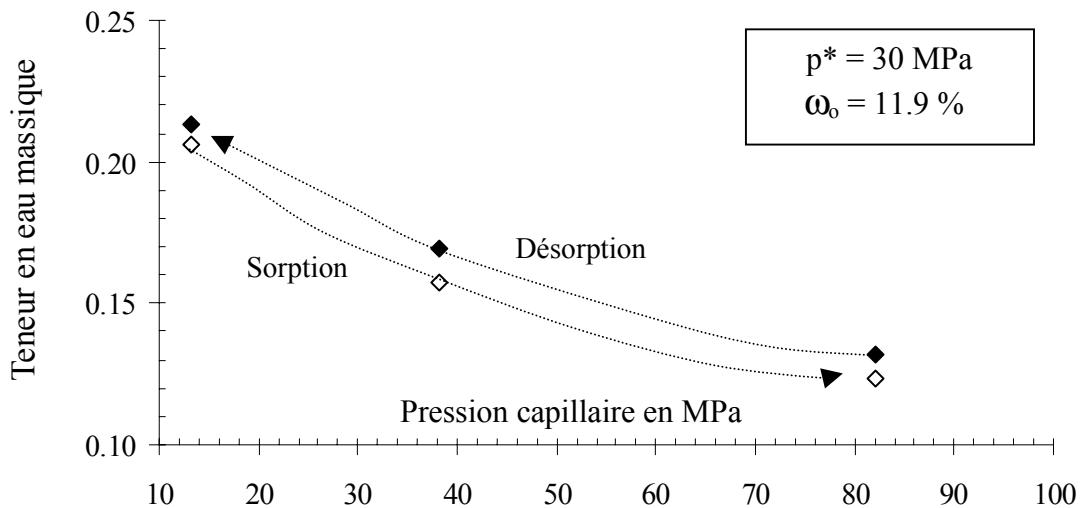
Outre l'absence d'hystérésis, l'égalité des résultats en sorption et en désorption montre également que le gonflement et le retrait qui accompagnent la resaturation puis la désaturation sont des phénomènes réversibles. Pour des pressions capillaires entre 10 et 100 MPa, notre matériau a donc un comportement mécanique élastique.

### 1.3.1.2. Comportement hydrique

Les résultats obtenus sur les échantillons compactés à 60 MPa sont représentés sur la figure I.5. et ceux obtenus pour une pression de compactage de 30 MPa sont sur la figure I.6.



**Figure I.5. : Evolution de la teneur en eau massique lors d'essais de sorption et de désorption. ( $p^* = 60$  MPa,  $\omega_0 = 11.9$  %). Données bibliographiques (Michaux 1995)**



**Figure I.6. : Evolution de la teneur en eau massique lors d'essais de sorption et de désorption. ( $p^* = 30$  MPa,  $\omega_0 = 11.9$  %). Données bibliographiques (Michaux 1995)**

Dans les deux cas, la courbe de teneur en eau présente une légère hystérésis. Les valeurs obtenues pour les essais de désorption sont légèrement supérieures à celles obtenues en sorption. Par ailleurs, lorsque la pression capillaire

varie de 13 MPa à 82 MPa, la teneur en eau massique varie de 47 %. L'écart entre les valeurs en sorption et celles en désorption est donc marginal par rapport aux variations de la teneur en eau. On décide donc, pour la suite de l'analyse du comportement, de négliger l'hystérésis de la courbe de rétention d'eau.

Remarque : Bien que l'on est décidé ici de négliger l'hystérésis de la courbe de rétention d'eau, il serait tout de même intéressant d'envisager des expériences complémentaires afin d'identifier l'origine de ce phénomène et de s'assurer du même fait qu'il ne s'accroît pas avec la succession des cycles de sorption et de désorption. En effet, tels que nos essais et les essais trouvés dans la bibliographie (Imbert 1994), (Lagarde 1988) et (Michaux 1995) ont été réalisés, les essais de désorption succèdent toujours aux essais de sorption. On peut donc s'interroger sur les valeurs de teneur en eau que l'on obtiendrait si après, resaturation puis désaturation, le matériau était resaturé à nouveau ?

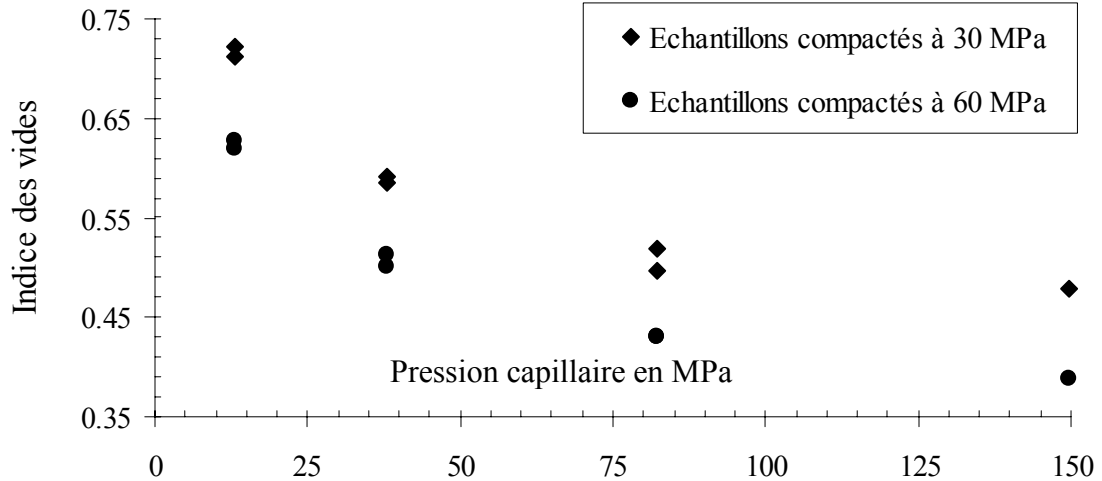
Les valeurs obtenues lors de cette seconde resaturation seraient-elles les mêmes que lors de la resaturation précédente, ou observerait-on une nouvelle augmentation des valeurs ? La courbe de rétention tend-elle vers une courbe limite identique en sorption et en désorption ?

Les données ne sont pas suffisantes ici pour répondre à ces interrogations. Des expériences supplémentaires de sorption et de désorption sont à envisager.

### I.3.2. Influence de la pression de compactage, $p^*$ .

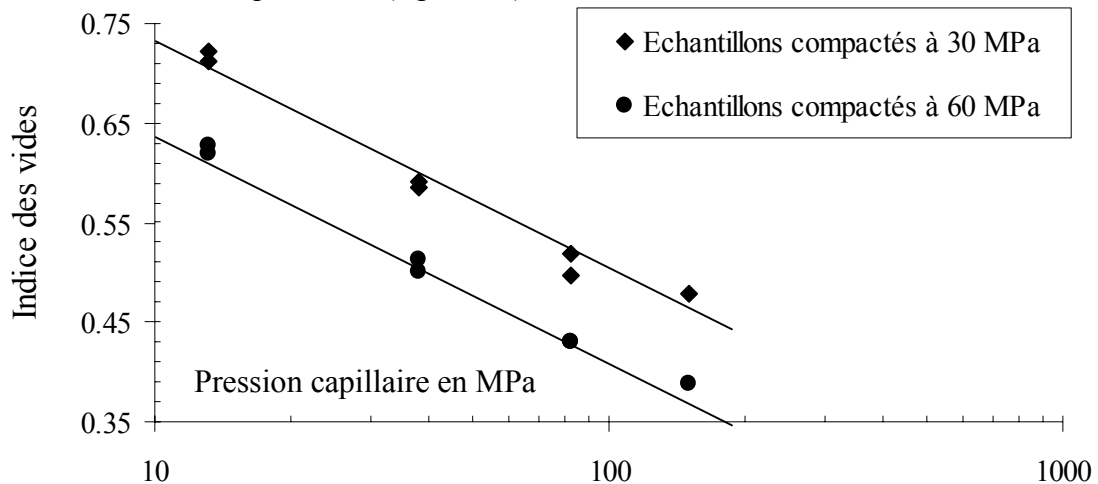
#### I.3.2.1. Comportement mécanique

Les résultats des échantillons compactés à 30 MPa sont comparés à ceux des échantillons compactés à 60 MPa (figure I.7).



**Figure I.7. : Influence de la pression de compactage sur le comportement mécanique de l'argile FoCa 7 compactée. Données bibliographiques (Michaux 1995).**

Pour une même pression capillaire, l'indice des vides des échantillons compactée à 60 MPa est inférieur à celui des échantillons compactés à 30 MPa, ce qui était prévisible. Par contre, si dans les deux cas on peut observer que l'indice des vides évolue de façon logarithmique en fonction de la pression capillaire, on constate également que ces évolutions sont parallèles (figure I.8).



**Figure I.8. : Evolution de l'indice des vides en fonction du logarithme de la pression capillaire. Données bibliographiques (Michaux 1995).**

Ce que l'on peut donc en déduire, c'est que :

- d'une part, alors que les variations de pression capillaire entraînent des déformations réversibles, la contrainte appliquée au moment du compactage isostatique conduit à des déformations (densification) irréversibles du matériau.

- D'autre part, puisque les courbes restent parallèles, la capacité de gonflement du matériau reste la même indépendamment de la pression de compactage.

Ce dernier résultat correspond avec les études réalisées sur la microstructure des argiles (Tessier 1984) qui montrent que les mécanismes responsables du gonflement à l'échelle microscopique sont :

- l'insertion d'eau entre les feuillets,

- la division des particules due aux forces de traction de l'eau sur la partie solide du feuillet.

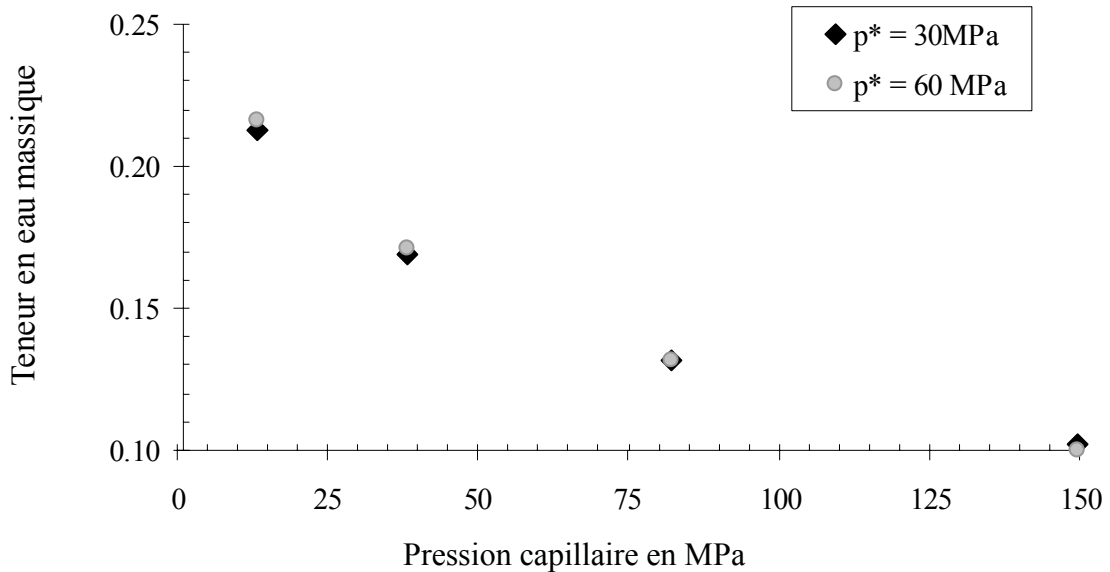
De plus, Wahyudi montre lui dans sa thèse (Wahyudi 1991) que si la contrainte appliquée lors du compactage intervient sur l'arrangement et la taille des particules, elle ne modifie pas les propriétés des feuillets. Ceci explique pourquoi la capacité de gonflement du matériau n'est pas affectée par l'intensité de la pression de compactage.

Finalement, durant les essais de sorption ou de désorption, l'indice des vides se comporte comme s'il était la somme deux contributions : l'une élastique, qui varie en fonction de la pression capillaire, et l'autre plastique, constante durant ces évolutions, ne dépendant à ce stade de notre étude que de la pression de compactage,  $p^*$  (l'influence de  $\omega_0$  restant encore à montrer). On peut donc décomposer l'indice des vides en une partie élastique et une partie plastique :

$$e = e_{\text{élastique}}(p_c) + e_{\text{plastique}}(p^*)$$



### 1.3.2.2. Comportement hydrique



**Figure I.9. : Influence de la pression de compactage sur le comportement hydrique de l'argile FoCa 7 compactée. Evolution de la teneur en eau du matériau compacté avec une pression de 30 MPa et de 60 MPa. Données bibliographiques (Michaux 1995).**

Dans les deux cas, pour l'argile FoCa 7 compactée à 30 MPa et pour l'argile FoCa 7 compactée à 60 MPa avec toutes les deux une teneur en eau initiale de 11.9 %, l'évolution de la teneur en eau entre 13 et 150 MPa est la même. Dans le domaine des fortes pressions capillaires, la pression de compactage n'a donc aucune influence sur la courbe de rétention d'eau de ce matériau.

Remarque : Cette observation est cohérente avec les mécanismes de gonflement évoqués précédemment, liés aux propriétés des feuillets.

### I.3.3. Conclusion

Finalement il apparaît que le comportement mécanique, observé à travers l'évolution de l'indice des vides en fonction de la pression capillaire, est le même en sorption qu'en désorption, et que le phénomène d'hystérésis est négligeable au niveau de la courbe de rétention d'eau.

Concernant l'influence de la pression de compactage,  $p^*$ , il apparaît que lorsque la température est constante et de l'ordre de 20°C, l'indice des vides peut être partagé en deux composantes :

- l'une élastique, ne dépendant que de la pression capillaire
- l'autre plastique, fonction (à teneur en eau initiale,  $\omega_0$ , fixée) de la pression de compactage,  $p^*$ .

A T, et  $\omega_0$  fixées, on a :  $e = e_{\text{élastique}}(p_c) + e_{\text{plastique}}(p^*)$

La courbe de rétention d'eau ne présente quant à elle aucune influence de la pression de compactage.

# **PARTIE I**

## **Comportement hydromécanique**

### Caractérisation et modélisation

#### **A. Caractérisation**

##### I.1. Cadre de l'étude

##### I.2. Méthode des solutions salines saturées

→ Protocole expérimental

→ Mesures

##### I.3. Résultats bibliographiques

→ Hystérésis

→ Influence de la pression de compactage,  $p^*$ , sur le comportement du matériau compacté

##### I.4. Nouvelles données

→ Influence de la teneur en eau de la poudre au moment du compactage,  $\omega_0$ , sur le comportement du matériau compacté.

→ Influence de la température

#### **B. Modélisation**

##### I.5. Modélisation

→ Le modèle

→ Validation

Les essais réalisés durant la thèse pour compléter l'étude de Michaux et Loubignac sur le comportement à volume libre de l'argile FoCa 7 compactée ont deux objectifs :

- le premier vise tout d'abord à mettre en évidence le rôle de la teneur en eau au moment du compactage sur le comportement du matériau compacté,
- le second concerne l'influence de la température entre 20°C et 80°C.

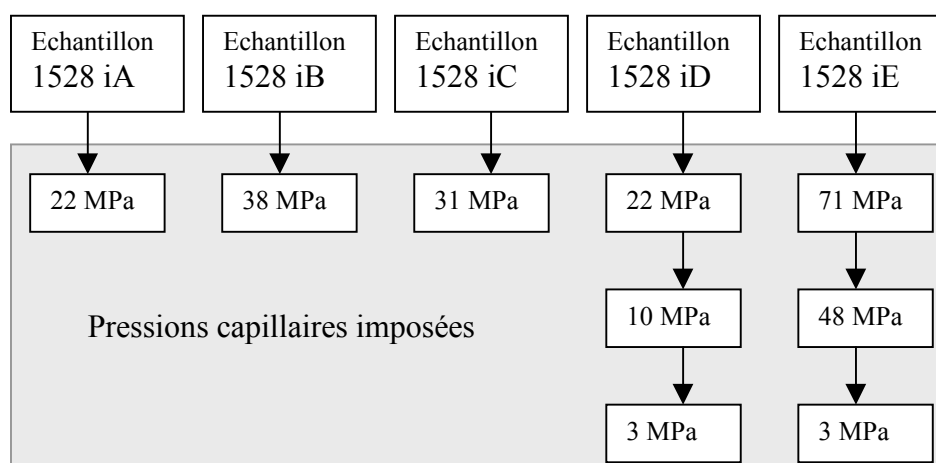
Dans un premier temps, pour compléter l'étude du comportement à température ambiante, on présentera donc les essais réalisés à 20°C sur des échantillons compactés à 50 MPa avec des teneurs en eau initiales différentes ( $\omega_0 = 10.2\%$  et  $\omega_0 = 12.6\%$ ). Ceci étant, on passera ensuite au comportement en température avec les essais réalisés à 50°C et 80°C.

### Essais à 20°C

- $\omega_0 = 12.6\%$

Après compactage avec une pression de 50 MPa et usinage, les échantillons d'argile FoCa 7 fabriqués à partir d'une poudre contenant initialement 12.6 % d'eau (on a donc  $p^* = 50$  MPa et  $\omega_0 = 12.6\%$ ) sont soumis à différents équilibres.

Les mesures étant non destructibles, certains d'entre eux ont été réutilisés pour plusieurs essais comme l'indique la figure I.10. Les échantillons sont mesurés et pesés au début et à la fin de chaque essai. La température de la salle où sont faites les mesures et de l'armoire thermostatée où sont conservés les dessiccateurs est de 20°C.

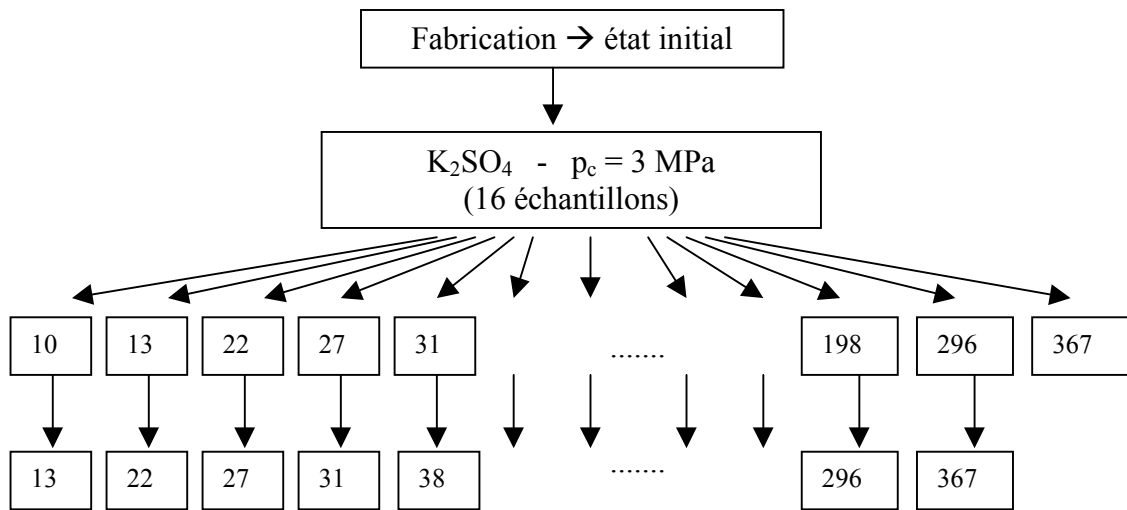


**Figure I.10. : Essais de sorption à 20°C sur de l'argile FoCa 7 compactée à 50 MPa, avec une teneur en eau de 12.6 %.**

En plus de mettre en évidence le rôle de la teneur en eau initiale,  $\omega_0$ , ces essais serviront également comme référence pour ceux réalisés à 80°C.

- $\omega_0 = 10.2 \%$

Pour les échantillons fabriqués à partir de poudre d'argile FoCa 7 compactés à 50 MPa mais ne contenant que 10.2 % d'eau ( $p^* = 50$  MPa et  $\omega_0 = 10.2 \%$ ), on a préféré tout d'abord resaturer les échantillons en les mettant à l'équilibre avec une pression capillaire de l'ordre de 3 MPa (le sel utilisé est du  $K_2SO_4$  ce qui impose une humidité relative de 97.59 %). Après ce premier équilibre, les échantillons sont soumis à des pressions capillaires plus importantes comprises entre 10 MPa et 367 MPa (figure I.11).



**Figure I.11. : Essais de désorption à 20°C sur de l'argile FoCa 7 compactée à 50 MPa, avec une teneur en eau de 10.2 %.**

En plus de mettre en évidence le rôle de la teneur en eau initiale, ces essais serviront :

- de points de comparaison par rapport à l'évolution de la teneur en eau massique et de l'indice des vides à 50°C,
- de données expérimentales pour les calculs de la perméabilité à l'eau à l'état non saturé présentés dans la deuxième partie du mémoire.

Remarque : Lorsque les échantillons sont utilisés pour plusieurs essais, on a constaté que les risques qu'ils se fissurent étaient plus importants lors des essais de sorption. D'où notre choix de procéder à des essais de désorption pour cette série. Cette tendance à la fissuration lors de la resaturation est également rapportée par Lagarde et Tessier (Lagarde 1988) qui concluent : *"En conclusion, plus l'argile de départ est sèche, plus sa désagrégation et les fissures lors de son humectation arrivent vite. Ce phénomène est d'autant plus marqué que l'argile est compactée à un taux d'humidité et une pression de compactage faibles."*



## I.4.1. Influence de la teneur en eau initiale, $\omega_0$

### I.4.1.1. Comportement mécanique

Les indices des vides pour l'argile FoCa 7 compactée avec ( $p^* = 50$  MPa et  $\omega_0 = 10.2\%$ ) et pour l'argile FoCa 7 compactée avec ( $p^* = 50$  MPa et  $\omega_0 = 12.6\%$ ) mesurés à chaque pression capillaire imposée sont représentés sur la figure I.12.

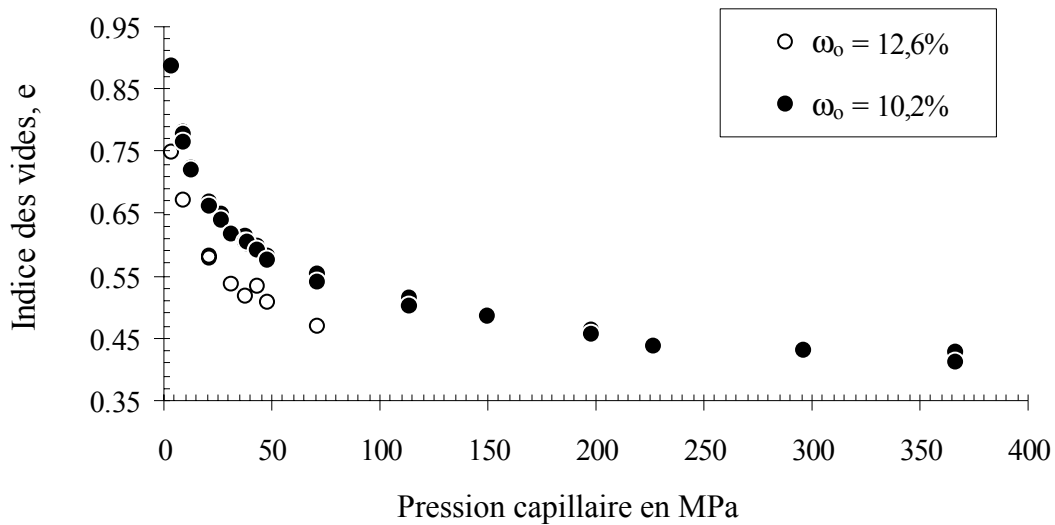
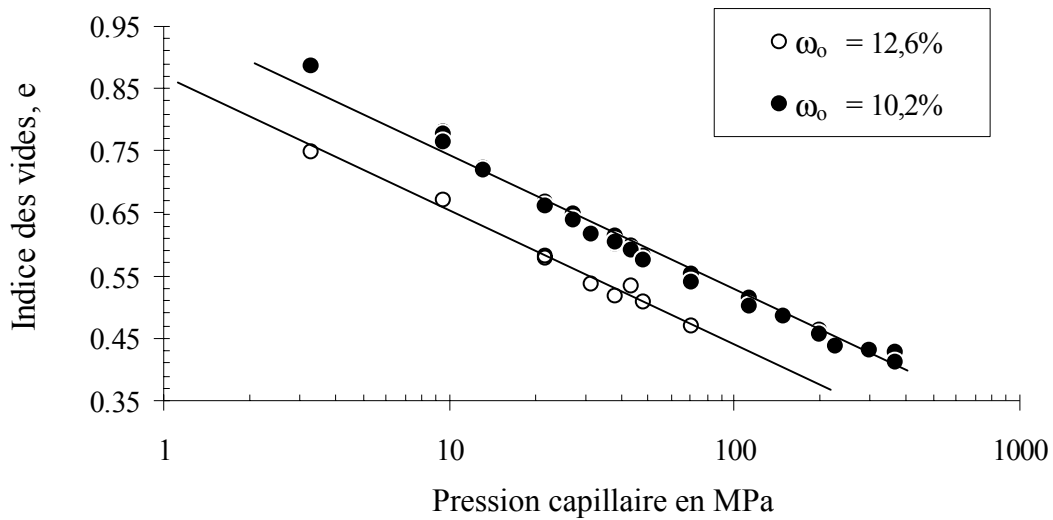


Figure I.12. : Influence du paramètre  $\omega_0$  sur l'isotherme  $e(p_c)$ . ( $T = 20^\circ C$ )

A pression capillaire donnée, l'indice des vides des échantillons compactés avec la poudre la plus humide,  $\omega_0 = 12.6\%$ , est inférieur à celui des échantillons fabriqués avec une poudre plus sèche,  $\omega_0 = 10.2\%$ . Cette position des courbes peut s'expliquer par le rôle de l'eau sur l'arrangement de particules au moment du compactage : durant le compactage (dans la mesure où le matériau reste non saturé) l'eau a favorisé le glissement des particules solides les unes contre les autres et donc amélioré leur arrangement.

Outre cet aspect, on constate que le paramètre  $\omega_0$  intervient de la même façon que la pression de compactage  $p^*$ .  $\omega_0$  intervient au niveau des déformations irréversibles qui se produisent au moment du compactage, mais n'intervient pas sur les déformations réversibles lors des variations de pression capillaire. De ce fait, comme pour les résultats obtenus avec différentes pressions de compactage, les courbes  $e(\log(p_c))$  pour  $\omega_0 = 10.2\%$  et  $\omega_0 = 12.6\%$  sont parallèles (figure I.13).



**Figure I.13. : Influence du paramètre  $\omega_0$  sur l'isotherme  $e(p_c)$ . ( $T= 20^\circ C$ )**

Notre décomposition de l'indice des vides en une partie élastique et l'autre plastique devient alors :

$$\text{A } T \text{ fixée, on a : } e = e_{\text{élastique}}(p_c) + e_{\text{plastique}}(p^*, \omega_0)$$

Remarque 1 : Comme on l'a vu dans la partie concernant les résultats bibliographiques, les cycles de sorption/ désorption réalisés par Michaux et Loubignac ont montré que le comportement mécanique de l'argile FoCa 7 compactée est élastique entre 13 et 82 MPa : l'indice des vides évolue linéairement en fonction du logarithme de la pression capillaire selon une droite qui est identique en sorption et en désorption. Nos résultats montrent de plus que :

- la réversibilité se conserve jusqu'à 300 MPa (figure I.13), puisqu'on conserve la même pente jusque là,
- au-delà de 300 MPa, la limite de retrait est atteinte (ce qui apparaîtra plus nettement lors des essais en température).

Remarque 2 : physiquement, le terme  $e_{\text{plastique}}(p^*, \omega_0)$  représente une densification irréversible du matériau. Comme on l'a vu, il dépend à la fois d'une pression (la pression de compactage) et de la teneur en eau  $\omega_0$ . Un résultat analogue est obtenu lors des essais Proctor, puisque l'on obtient à l'issue de ces essais, des courbes qui relient la densité du matériau à l'énergie de compactation qui lui est appliquée et à sa teneur en eau.



(Les essais Proctor sont des essais dynamiques qui consistent à compacter un échantillon dont la teneur en eau est connue, en venant frapper sa surface à l'aide d'une masse. L'énergie de densification est calculée à partir du nombre de fois où la masse vient frapper la surface).

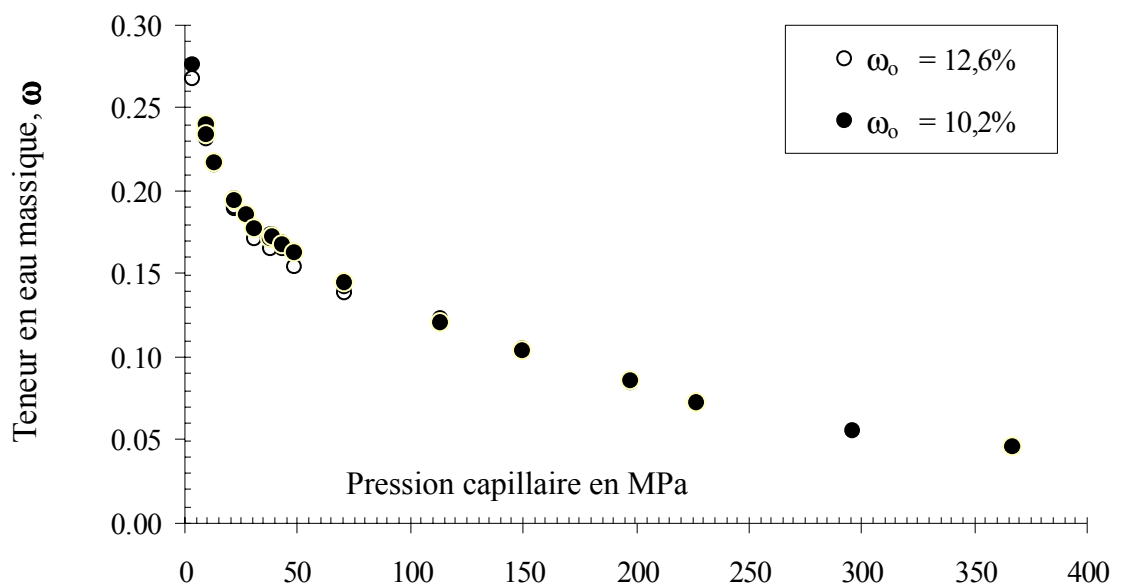
Compte tenu de l'analogie entre les variables :  $e_{\text{plastique}} \leftrightarrow \text{densité}$

$p^* \leftrightarrow \text{énergie de densification}$

$\omega_0 \leftrightarrow \omega$

il pourrait être intéressant de vérifier s'il existe un lien entre  $e_{\text{plastique}}(p^*, \omega_0)$  et les courbes des essais Proctor.

#### I.4.1.2. Comportement hydrique



**Figure I.14. : Influence de la teneur en eau initiale sur la courbe de rétention d'eau de l'argile FoCa 7 compactée.**

Les valeurs obtenues pour la teneur en eau massique pour l'argile FoCa 7 compactée avec  $p^* = 50$  MPa et  $\omega_0 = 10,2\%$  et pour l'argile FoCa 7 compactée avec  $p^* = 50$  MPa et  $\omega_0 = 12,6\%$  sont représentées sur la figure I.14. A la légère différence qui est due au phénomène d'hystérésis que l'on a décidé de négliger, on constate que la valeur de  $\omega_0$  n'a aucune influence sur la courbe de rétention d'eau.

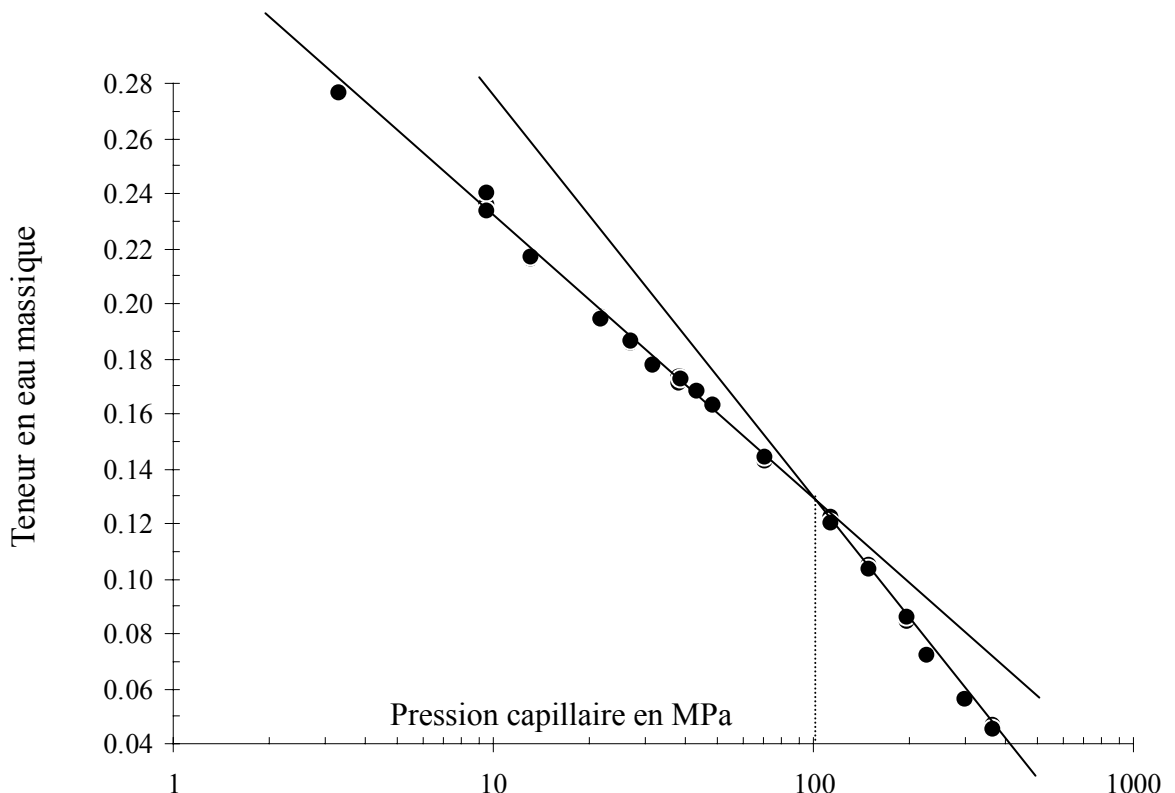
Finalement, les résultats bibliographiques et nouveaux présentés ici montrent que, dans le domaine des fortes pressions capillaires, la teneur en eau massique de l'argile FoCa 7 compactée ne dépend que de la pression capillaire et aucunement de la valeur des paramètres de compactage  $p^*$  et  $\omega_0$ . On a donc :

$$\omega = \omega(p_c)$$

Remarque sur l'allure générale de la courbe de rétention d'eau :

Comme on a pu l'observer sur les différentes figures où l'évolution de la teneur en eau massique a été représentée en fonction de la pression capillaire, la teneur en eau massique évolue linéairement en fonction du logarithme de la pression capillaire. Cette linéarité est cependant marquée par un changement de pente (figure I.15.) qui se situe aux alentours d'une limite  $p_c^*$  de l'ordre de 100 MPa (soit  $\omega \approx 13\%$ ).

Pour  $p_c \leq p_c^*$ , on a  $\frac{\Delta\omega}{\Delta \ln p_c} \approx -0.036$ , au delà,  $\frac{\Delta\omega}{\Delta \ln p_c} \approx -0.061$ .



**Figure I.15. : Pente de la courbe  $\omega = \omega(\ln(p_c))$ .  $T = 20^\circ C$ .**

Deux hypothèses peuvent être émises quant à l'origine de ce changement :

- on peut tout d'abord évoquer le passage d'un comportement hydrique élastique pour  $p_c < 100$  MPa et élastoplastique au-delà,

- ou bien, on peut se demander si ce changement de pente ne peut être relié à la façon dont l'eau gagnée (lorsque la pression capillaire décroît) est intégrée au sein du milieu poreux. On sait que pour ce genre d'argile (Tessier 1984), l'eau gagnée au cours d'un essai de sorption vient soit remplir les pores, soit augmenter le nombre de couches d'eau entre certains feuillets, ce qui conduit dans certains cas à une division des particules. Si ces phénomènes (remplissage des pores, augmentation des couches d'eau interfoliaires) se produisent sur des intervalles de pression capillaire différents alors, le changement de pente d' $\omega(p_c)$  pourrait correspondre un changement du processus (majoritaire) d'intégration de l'eau au sein du matériau.

A ce stade, la réalisation de plusieurs cycles consécutifs de sorption/désorption s'avère nécessaire afin de mieux comprendre l'origine de ce changement.

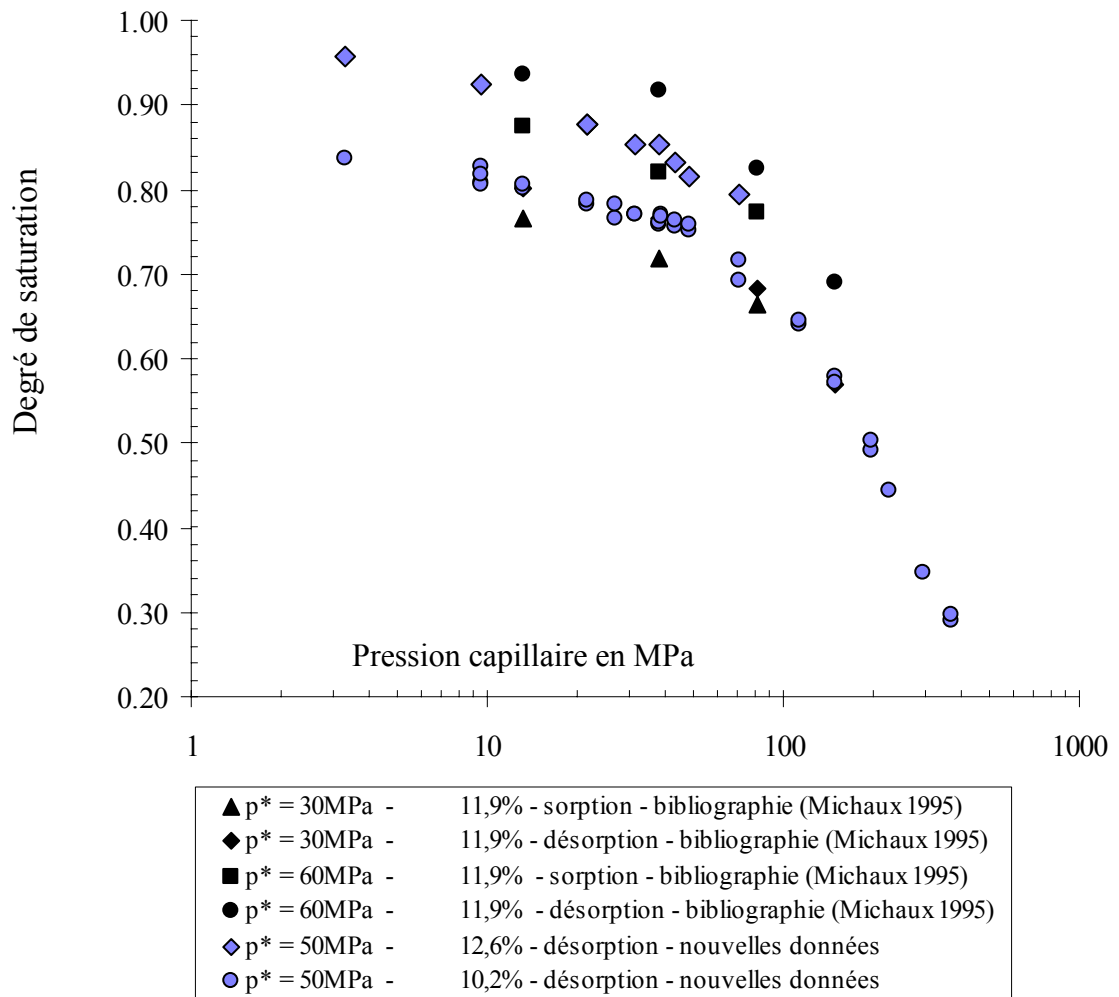
### 1.4.2. Evolution du degré de saturation

De part leurs définitions respectives, le degré de saturation en eau est fonction de la teneur en eau massique et de l'indice des vides :

$$S_l = \frac{\rho_s \omega}{\rho_l e}$$

Où  $\rho_s$  est la masse volumique du constituant solide de l'argile FoCa 7 et  $\rho_l$  la masse volumique de l'eau liquide.

( $\rho_s = 2.67 \text{ g/cm}^3$  (Lajudie 1984)).



**Figure I.16. :** Evolution à 20°C du degré de saturation en fonction de la pression capillaire pour l'argile FoCa 7 compactée avec différentes valeurs de pression de compactage,  $p^*$ , et de teneur en eau,  $\omega_b$ .

Lorsque l'on observe sur la figure I.16. les différentes courbes obtenues, on constate que les différences entre les résultats en sorption et en désorption sont relativement négligeables par rapport aux variations en fonction de la pression capillaire, et que le degré de saturation dépend (à température constante) :

- de la pression capillaire,  $p_c$ ,
- de la pression de compactage,  $p^*$ ,
- de la teneur en eau initiale,  $\omega_0$ ,

$$\implies S_l = S_l(p_c, p^*, \omega_0)$$

Grâce à l'étude qui a été menée sur le comportement mécanique et sur le comportement hydrique, on sait cependant que  $p^*$  et  $\omega_0$  n'interviennent que sur le comportement mécanique mais pas sur le comportement hydrique. On sait également qu'au niveau de l'indice des vides, l'influence de  $p^*$  et  $\omega_0$  peut être prise en compte par l'intermédiaire d'une seule variable, que l'on a appelée ici  $e_{\text{plastique}}$ .

Compte tenu finalement de l'expression du degré de saturation en fonction de la teneur en eau massique et de l'indice des vides,

$$S_l = \frac{\rho_s}{\rho_l} \frac{\omega}{e},$$

il en résulte que les variables à prendre en compte pour décrire l'évolution à volume libre du degré de saturation de l'argile FoCa 7, compactée avec une pression de compactage comprise entre 30 et 60 MPa et une teneur en eau massique comprise entre 10 et 12,6%, sont :

- la pression capillaire
- la variable appelée  $e_{\text{plastique}}$ .

$$\left. \begin{array}{l} \omega = \omega(p_c) \\ e = e_{\text{élastique}}(p_c) + e_{\text{plastique}}(p^*, \omega_0) \\ S_l = \frac{\rho_s}{\rho_l} \frac{\omega}{e} \end{array} \right\} \implies S_l = S_l(p_c, e_{\text{plastique}})$$

A ces variables, il nous reste encore à ajouter la température, dont l'influence fait l'objet des paragraphes suivants.

### I.4.3. Comportement en température

#### I.4.3.1. Les essais

Une première série d'essais a été réalisée à 80°C sur des échantillons compactés avec une pression de compactage de 50 MPa et une teneur en eau initiale de 12.4 %. Cette série comprend à la fois des essais de sorption et de désorption<sup>11</sup>. Il est important ici de rappeler que les échantillons sont fabriqués à température ambiante, c'est-à-dire aux alentours de 20°C. Or, les résultats qui nous intéressent sont les résultats d'essais de sorption ou de désorption pour lesquels la température est restée constante et égale à 80°C. Il s'agit donc dans un premier temps d'amener les échantillons à 80°C.

Pour ce faire, on a placé directement les échantillons dans des dessiccateurs où l'humidité est contrôlée et la température stabilisée à 80°C (figure I.17). Lors du premier palier qui sert à les amener à 80°C, les échantillons subissent donc à la fois une variation de température ( $T : 20^{\circ}\text{C} \rightarrow 80^{\circ}\text{C}$ ) et un incrément de pression capillaire dû à l'humidité imposée : l'indice des vides et la teneur en eau mesurés à la fin de cet essai sont exclus des résultats.

Les mesures considérées sont celles des paliers suivants où la température reste constante et égale à 80°C.

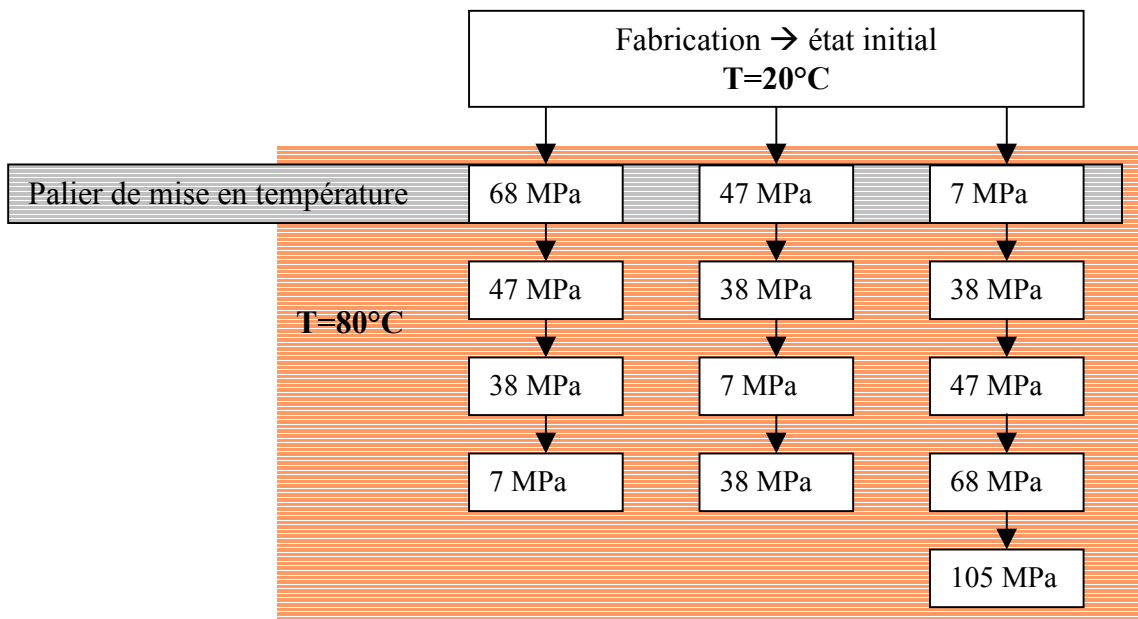


Figure I.17. : Essais de sorption et de désorption à 80°C sur de l'argile FoCa 7 compactée à 50 MPa avec  $\omega_0 = 12.6\%$ .

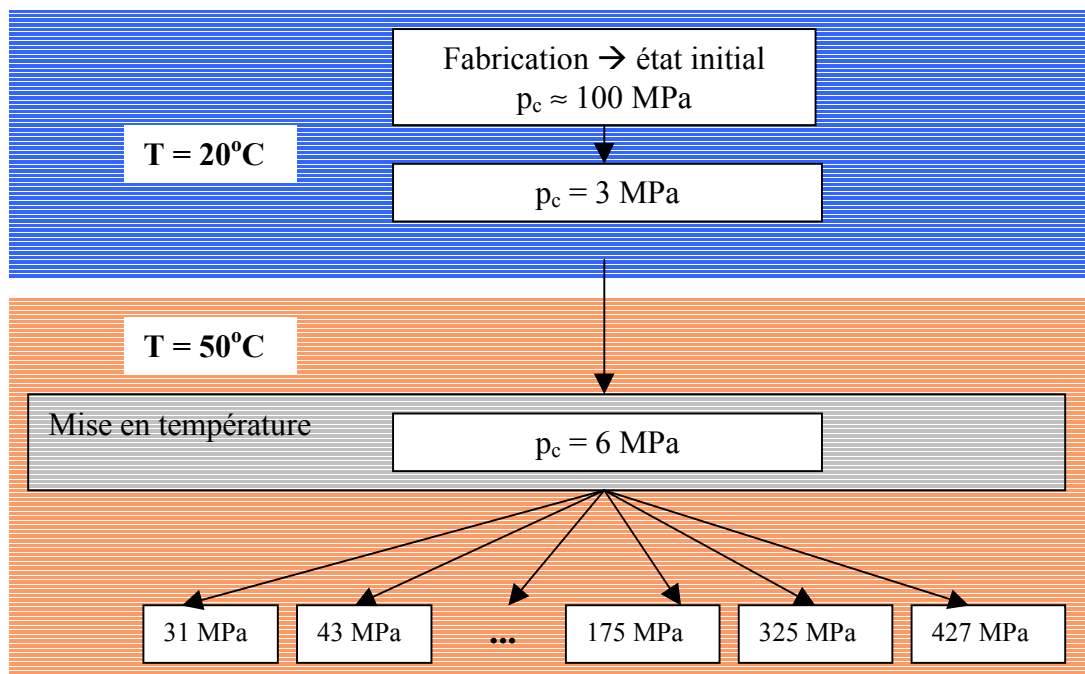
<sup>11</sup> Remarque : C'est notamment au cours de ces essais que l'on a remarqué que les échantillons resaturés par paliers successifs avaient tendance à se fissurer plus rapidement que ceux qui subissaient le trajet inverse. D'où le choix pour les essais à 50°C de privilégier les essais de désorption.

Les essais à 50°C ont eux été réalisés sur des échantillons compactés avec une pression de compactage de 50 MPa et une teneur en eau initiale de 9.8 %. Cette série ne comprend que des essais de désorption.

La mise en température est légèrement différente de la procédure suivie pour les essais à 80°C. Les échantillons ont tout d'abord été placés à 20°C dans un dessiccateur contenant une solution saturée de K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. L'équilibre atteint, la pression capillaire est alors de l'ordre de 3 MPa, on change les échantillons de dessiccateur. Le nouveau dessiccateur où sont mis les échantillons contient lui aussi une solution de K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> mais se trouve dans une étuve où la température est de 50°C. A la fin de ce deuxième essai, la température des échantillons est de 50°C et leur pression capillaire de l'ordre de 6 MPa.

Ces deux paliers réalisés à l'aide d'une solution de K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ont permis :

- de resaturer suffisamment les échantillons pour pouvoir procéder à des essais de désorption,
- d'amener les échantillons de la température ambiante à 50°C.
- de découpler les sollicitations : lors de la première mise à l'équilibre avec la solution de K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, la température ne varie quasiment pas ( $T \approx 20^\circ\text{C}$ ) par contre la pression capillaire passe d'une valeur initiale de l'ordre de 100 MPa à 3 MPa. Lors du deuxième essai, les sollicitations sont essentiellement thermiques, puisque la température augmente de 20°C à 50°C et la pression capillaire varie uniquement de 3 à 6 MPa.



**Figure I.18. : Essais de désorption à 50°C sur de l'argile FoCa 7 compactée à 50 MPa avec  $\omega_0 = 9.8 \%$ .**

Remarque : initialement, une troisième série d'essais à 80°C devait venir compléter les résultats à 50°C pour le matériau compacté à 50 MPa avec une teneur en eau initiale de 9.8 %. Malheureusement, un dysfonctionnement de l'étuve a rendu les mesures inexploitable.

#### I.4.3.2. Influence du mode de mise en température des échantillons sur leur comportement.

Comme on l'a souligné précédemment, les échantillons sont fabriqués à température ambiante ( $\approx 20^\circ\text{C}$ ). L'acquisition de données à une température constante supérieure à  $20^\circ\text{C}$ , nécessite une étape préliminaire pour amener les échantillons à la température des essais (en l'occurrence 50 ou  $80^\circ\text{C}$ ). La question qui se pose alors, est de savoir si le protocole utilisé pour la mise en température des échantillons, intervient ensuite sur le comportement. En d'autres termes, cela revient à déterminer si lorsque la température varie entre 20 et  $80^\circ\text{C}$ , les variations de volume et de teneur en eau dues à la température sont réversibles ou pas.

Afin de répondre à cette question, on réalise deux types d'essai :

- 1- Le premier consiste à amener, par des trajets de chargement différents, des échantillons dont l'état initial est identique à un état final où les sollicitations sont les mêmes ( $T=80^\circ\text{C}$ ,  $p_c = 46.8 \text{ MPa}$ ).

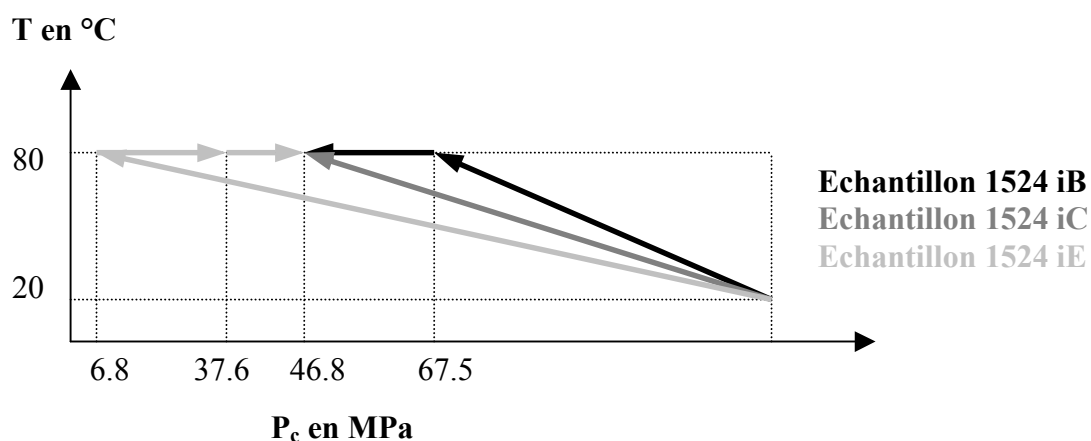


Figure I.19. : Trajets de chargement ( $p_c$ ,  $T$ )



L'état final de chaque échantillon (indice des vides et teneur en eau) est résumé dans le tableau ci-dessous :

Référence des échantillons	$p_c$ en MPa	T En °C	e	$\omega$ en %	Essais
1524 iB	67,5	80	0,465	12,4	Sorption
	46,8	80	<b>0,506</b>	<b>13,9</b>	Sorption
1524 iC	46,8	80	<b>0,506</b>	<b>14,4</b>	Sorption
1524 iE	6,8	80	0,702	23,4	Sorption
	37,55	80	0,528	15,7	Désorption
	46,8	80	<b>0,509</b>	<b>14,6</b>	Désorption

Tableau I.2. : Influence du trajet de chargement ( $p_c$ , T) sur la teneur en eau et l'indice des vides.

Pour la seconde catégorie d'essais, les échantillons subissent un cycle de charge/décharge hydrique en température :

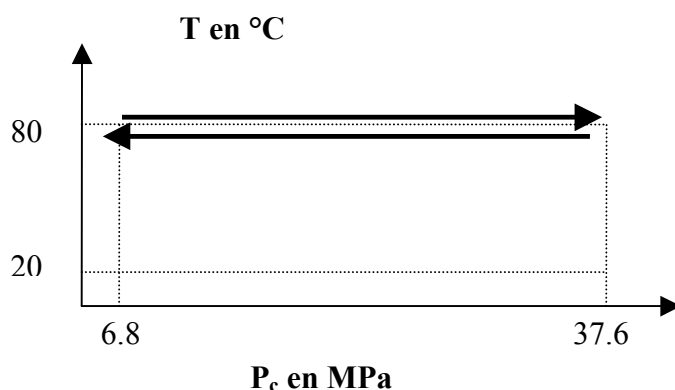


Figure I.20. : Charge et décharge à 80°C (échantillon 1524 iC)

Les résultats obtenus sur cet essai sont les suivants :

	$p_c$ en MPa	T en C	e	$\omega$ en %	Nature de l'évolution
Etat initial	37.6	80	0,522	14,8	Sorption
Etat intermédiaire	6,8	80	0,683	21,9	Sorption
Etat final	37,6	80	0,529	15,0	Désorption

Tableau I.3. : Indice des vides et teneur en eau avant et après un cycle de sorption et de désorption à 80°C.

Pour les trajets de chargement différents, les résultats montrent une légère dispersion sur l'indice des vides, 0.6%, et sur la teneur en eau massique,  $\pm 3\%$  (la teneur en eau massique finale de l'échantillon 1524 iE est plus élevée du fait de la désorption). Dans le cas du cycle de sorption/désorption à 80°C, l'écart sur l'indice des vides et sur la teneur en eau est de 1.3%.

Ces différences sont largement inférieures à l'ordre de précision des mesures.

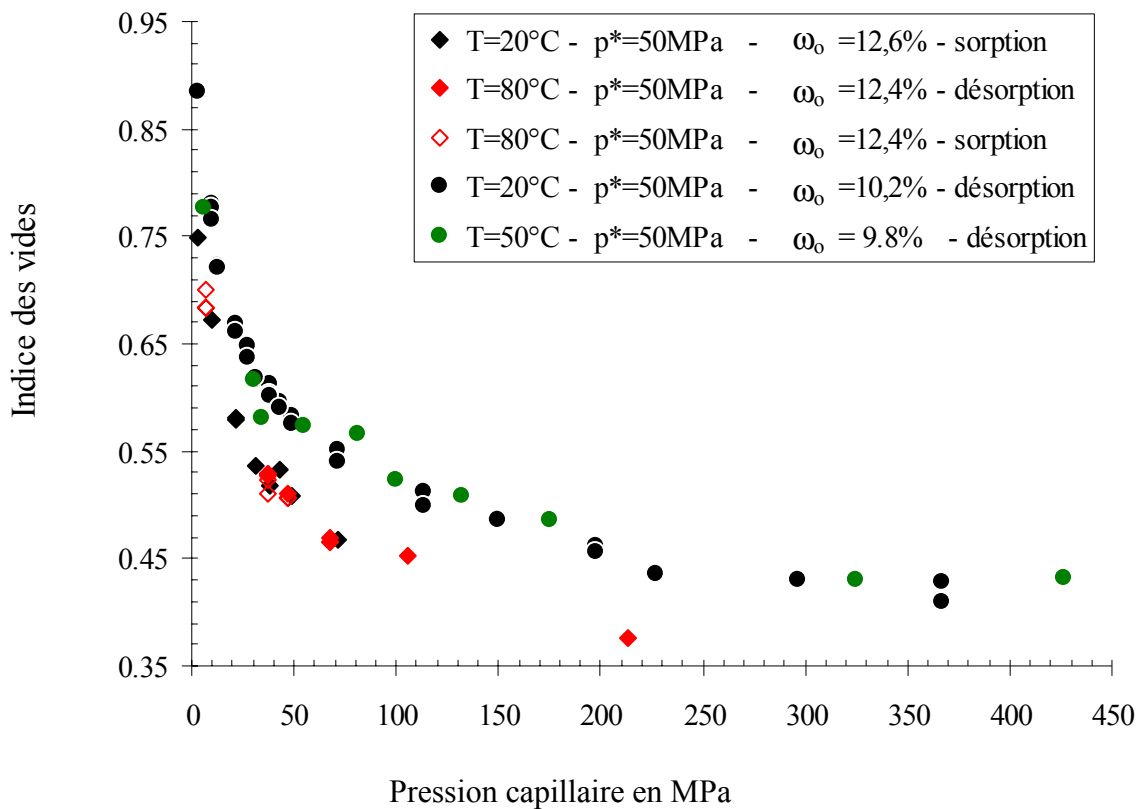
On considèrera donc que la façon dont les échantillons sont mis en température n'a pas d'influence sur le comportement.

### I.4.3.3. Comportement mécanique entre 20 et 80°C

Sur la figure I.21 sont représentées :

- l'évolution de l'indice des vides à 20°C et à 80°C pour l'argile FoCa 7 compactée avec une pression de compactage,  $p^*$ , égale à 50 MPa et une teneur en eau initiale,  $\omega_0$  de 12.6 % et 12.4 %.
- l'évolution de l'indice des vides à 20°C et à 50°C pour l'argile FoCa 7 compactée avec une pression de compactage,  $p^*$ , égale à 50 MPa et une teneur en eau initiale,  $\omega_0$  de 10.2 % et 9.8 %.

Les coordonnées des points sont données en annexe.



**Figure I.21. : Influence de la température sur le comportement mécanique à volume libre.**

#### **hystérésis**

A 80°C, pour chaque valeur de  $p_c$  imposée, l'indice des vides est le même en sorption et en désorption (mesures représentées par des losanges rouges et des losanges blancs sur la figure I.21). Tout comme à température ambiante, les courbes  $e(p_c)$  ne présentent pas d'hystérésis.

## Couplage thermomécanique

Concernant maintenant l'influence de la température, on constate qu'à 50°C et à 80°C, les résultats sont quasiment identiques aux valeurs trouvées à 20°C. Ce qui signifie que la dilatation thermique du matériau est très faible, voir négligeable.

En conclusion, on peut donc dire que l'influence de la température sur le comportement mécanique est négligeable, entre 20°C et 80°C, lorsque la pression capillaire est comprise entre 10 et 440 MPa.

## Limite de retrait

Les mesures à 50°C ajoutées à celles à 20°C montrent que pour l'argile compactée à 50 MPa avec  $\omega_0 \approx 10\%$ , la limite de retrait se situe aux alentours de 300 MPa, puisque comme on peut l'observer sur la figure I.22, au delà de 300 MPa l'indice des vides est quasiment constant.

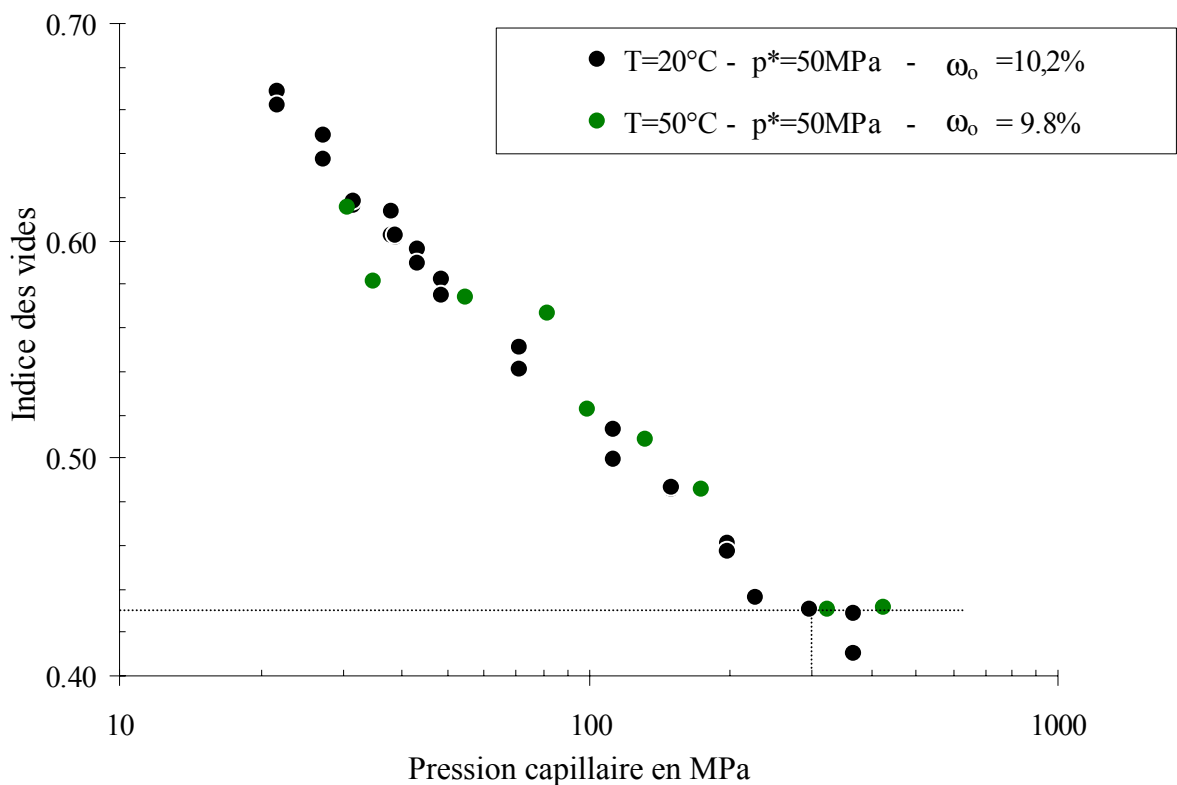


Figure I.22. : Limite de retrait

#### I.4.3.4. Comportement hydrique entre 20 et 80°C

Sur la figure I.23 sont représentées :

- l'évolution de la teneur en eau massique à 20°C et à 80°C pour l'argile FoCa 7 compactée avec une pression de compactage,  $p^*$ , égale à 50 MPa et une teneur en eau initiale,  $\omega_0$  de 12.6 % et 12.4 %.
- l'évolution de la teneur en eau massique à 20°C et à 50°C pour l'argile FoCa 7 compactée avec une pression de compactage,  $p^*$ , égale à 50 MPa et une teneur en eau initiale,  $\omega_0$  de 10.2 % et 9.8 %.

Les coordonnées des points sont données en annexe.

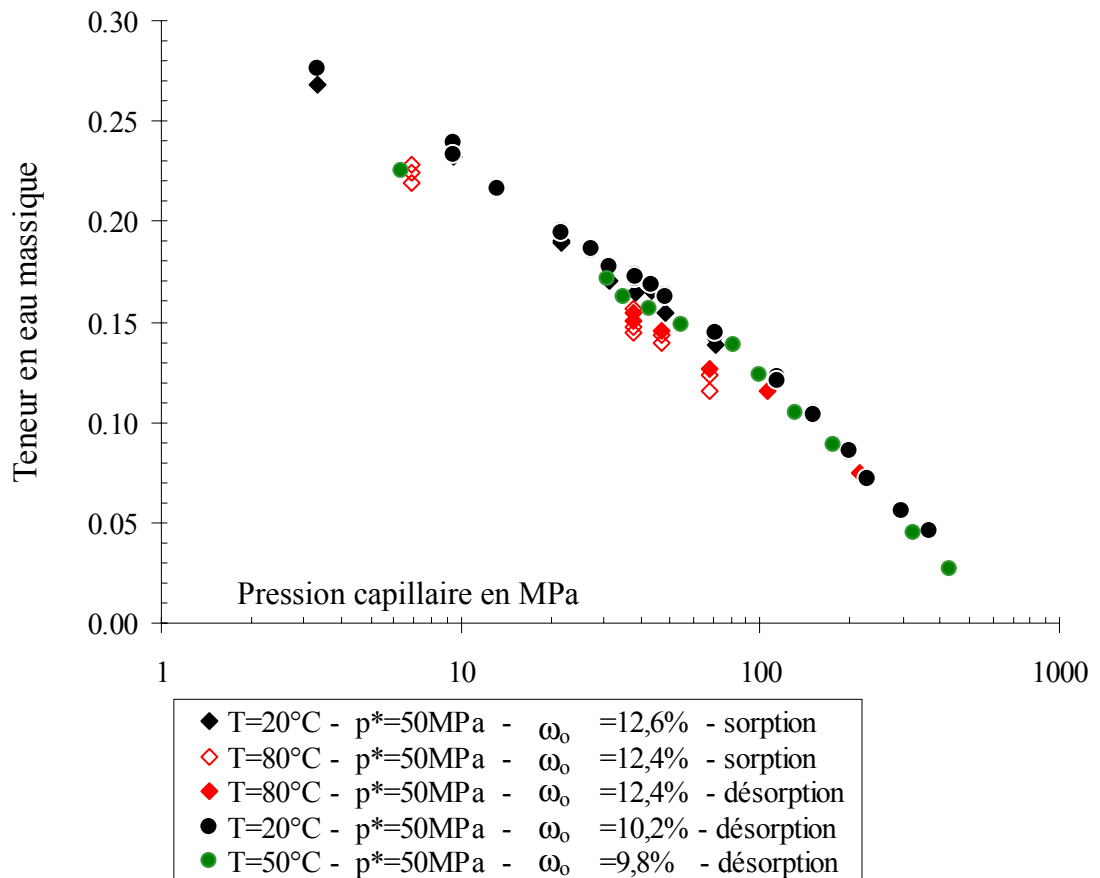


Figure I.23. : Influence de la température sur le comportement hydrique à volume libre.

## Hystérésis

A 80°C, les résultats en sorption sont légèrement inférieurs à ceux en désorption. L'écart entre les résultats est de 2 à 5%. Ce qui correspond à ce qui a été observé à température ambiante. Pour les mêmes raisons qu'à température ambiante, on peut considérer que ce phénomène est négligeable.

## Influence de la température

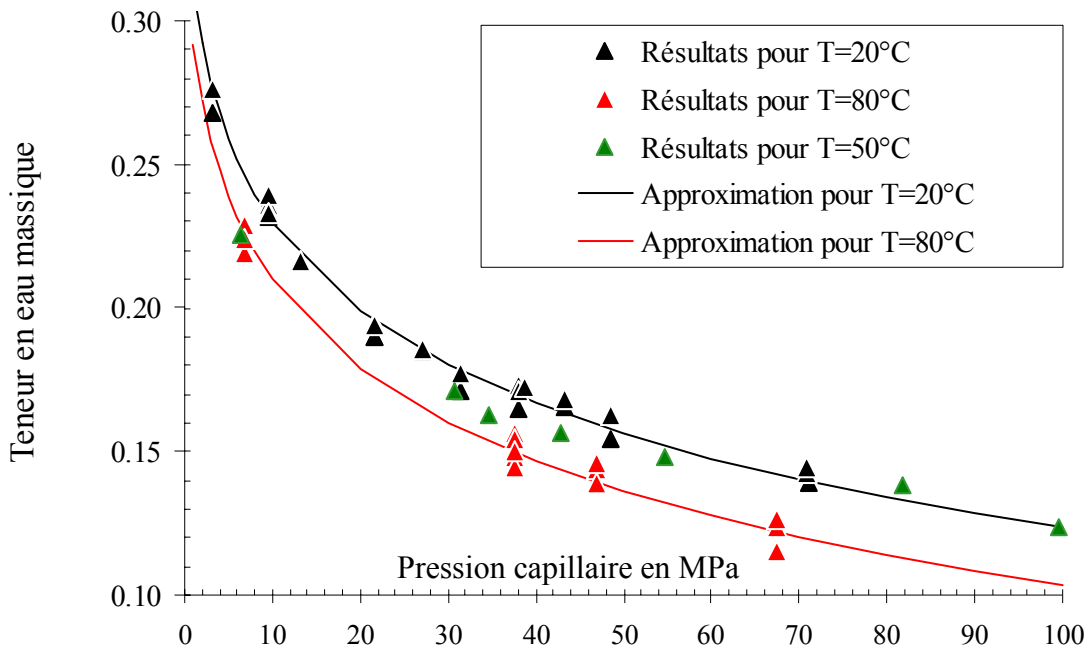
Sur la figure I.23, on constate que la teneur en eau diminue avec la température, lorsque la pression capillaire est inférieure à 100 MPa. Au delà de 100 MPa, les valeurs sont par contre identiques.

Pour évaluer, l'importance de la diminution de la teneur en eau avec la température, les mesures à 20°C et à 80°C sont approchées par les courbes suivantes :

A 20°C :  $\omega = -0.048 \ln(p_c + 1) + 0.345$ .

A 80°C :  $\omega = -0.048 \ln(p_c + 1) + 0.325$ . ( $\omega$  est sans unité,  $p_c$  est en MPa)

Ces deux courbes et les résultats expérimentaux à 20°C, 50°C et 80°C sont représentés sur la figure I.24.



**Figure I.24. : Influence de la température sur le comportement hydrique à volume libre entre 3 et 100 MPa. Résultats expérimentaux et courbes approchées.**

Les équations des courbes utilisées pour approcher les résultats à 20°C et 80°C soulignent le fait que l'augmentation de la température s'est traduit par une perte d'eau constante entre 3 et 100 MPa.

Il est également intéressant de remarquer que l'influence de la température s'arrête là où l'on a également pu observer un changement de comportement (dès que  $p_c > 100$  MPa). La réalisation de cycles supplémentaires de sorption/désorption pourrait là encore permettre de préciser si ce phénomène est lié ou pas à un comportement hydrique élastoplastique.

#### I.4.3.5. Evolution du degré de saturation

On a vu précédemment que l'influence de la température sur l'indice des vides était négligeable et qu'elle se traduisait par une diminution de la teneur en eau.

En plus de ces deux variables ( $e$  et  $\omega$ ), la température peut encore intervenir sur le degré de saturation à travers :

- la masse volumique de l'eau,  $\rho_l$ ,
- la masse volumique du constituant solide,  $\rho_s$ .

$$(S_l = \frac{\rho_s}{\rho_l(T)} \frac{\omega}{e})$$

La diminution de la masse volumique de l'eau avec la température est une donnée parfaitement connue. A 20°C, 50°C et 80°C, on a en  $\text{g/cm}^3$  :

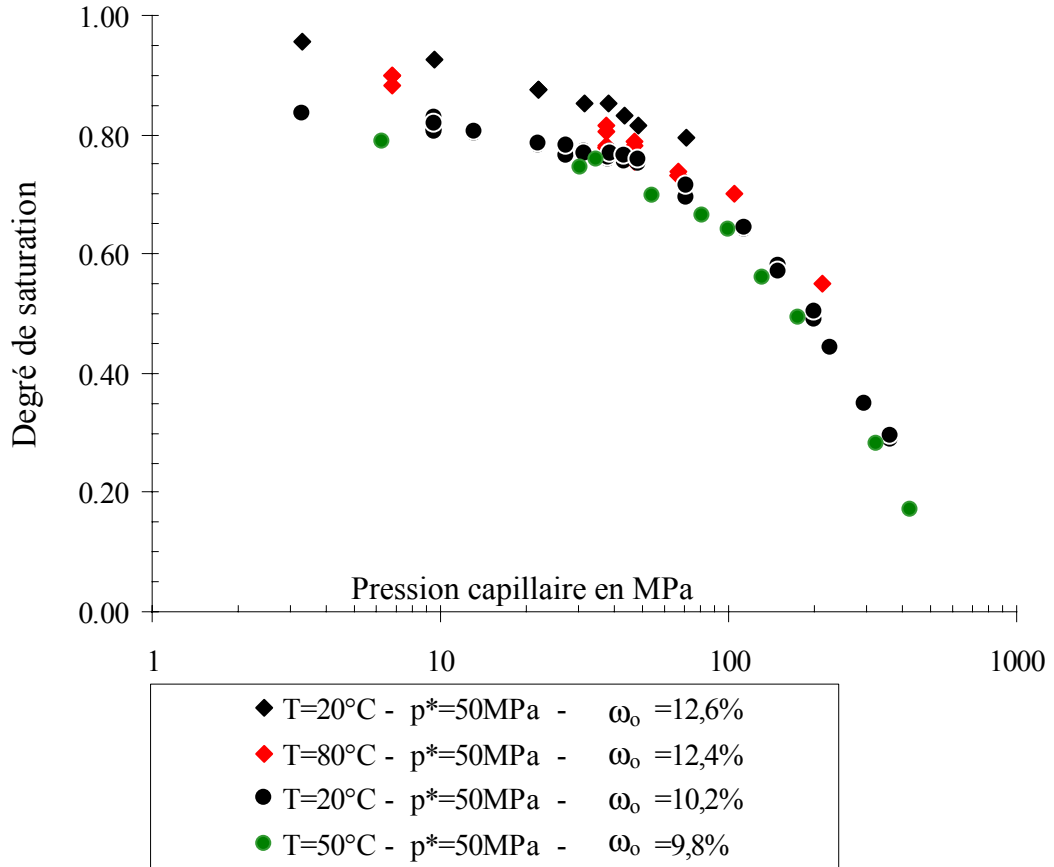
$$\rho_l(20^\circ\text{C}) = 0.998, \quad \rho_l(50^\circ\text{C}) = 0.989, \quad \rho_l(80^\circ\text{C}) = 0.972$$

(soit pour le coefficient  $1/\rho_l$  une diminution de 1% de 20°C à 50°C et une diminution de 2,7% de 20°C à 80°C)

L'influence de la température sur la masse volumique du constituant solide est par contre moins bien établie. Cependant, d'après nos mesures d'indice des vides, la dilatation thermique du matériau est négligeable. On supposera donc qu'entre 20°C et 80°C, la masse volumique du constituant solide est constante :  $\rho_s = 2.67 \text{ g/cm}^3$ .

L'influence de la température sur le degré de saturation résulte donc de la diminution de la teneur en eau massique et de la diminution de la masse volumique de l'eau. La diminution de la masse volumique de l'eau étant cependant plus faible que celle de la teneur en eau, l'augmentation de la température se traduit finalement, comme le montre les résultats de la figure I.25 par une diminution du degré de saturation entre 3

et 100 MPa. Au delà de 100 MPa, la température n'intervient plus que sur la masse volumique de l'eau. Les résultats à 20°C et 50°C deviennent quasiment identiques.



**Figure 1.25. :Influence de la température et du compactage sur le degré de saturation entre 3 et 450 MPa.**

#### I.4.3.6. Degré de saturation et tension superficielle

Une hypothèse souvent émise dans la littérature pour expliquer l'influence de la température sur le degré de saturation, est que ce dernier dépend du rapport entre la pression capillaire et la tension superficielle aux interfaces air/eau,  $\gamma$ . Cette relation suppose que la désaturation observée avec l'augmentation de la température est due à la diminution de  $\gamma$ .

$$\text{Hypothèse : } S_1 = S_1 \left( \frac{p_c}{\gamma(T)} \right)$$

Où  $\gamma$ , la tension interfaciale air/eau est une fonction décroissante de la température.



Entre 20 et 80°C, l'évolution de  $\gamma$  avec la température est une donnée disponible dans la littérature.

A 20°C, 50°C et 80°C,  $\gamma$  vaut respectivement en mN/m : 72.75, 67.94 et 62.67.

Sous l'hypothèse  $S_l = S_l\left(\frac{p_c}{\gamma(T)}\right)$ , le degré de saturation est une fonction décroissante

du rapport  $(p_c/\gamma(T))$ . Lorsque la température augmente, la tension  $\gamma$  diminue : le rapport  $(p_c/\gamma(T))$  augmente. Autrement dit avec cette hypothèse, l'augmentation de la température entraîne une diminution du degré de saturation, ce qui, pour  $p_c$  comprise entre 3 et 100 MPa, est bien conforme à la réalité.

Pour examiner maintenant si la désaturation prévue par cette hypothèse est du même ordre que celle observée, on doit :

→ tout d'abord modéliser les deux isothermes obtenues à 20°C par deux fonctions de la forme  $S_l = S_l(p_c)$ .

→ Puis, la variable  $p_c$  est remplacée par  $\left(p_c \cdot \frac{\gamma(20)}{\gamma(T)}\right)$ , afin de prendre en compte l'influence de la température par l'intermédiaire de  $\gamma$ .

→ On a alors deux fonctions de la forme  $S_l = S_l\left(\frac{p_c}{\gamma(T)}\right)$ .

La première fonction que l'on appellera  $S_{l1}$  est égale à 20°C aux résultats trouvés pour l'argile FoCa 7 compactée avec  $p^* = 50$  MPa et  $\omega_0 = 10.2$  %.

La seconde fonction,  $S_{l2}$  est égale à 20°C aux résultats pour l'argile FoCa 7 compactée avec  $p^* = 50$  MPa et  $\omega_0 = 12.6$  %

→ Enfin, pour  $T = 50^\circ\text{C}$ ,  $S_{l1}$  est comparée aux résultats expérimentaux obtenus à 50°C, et  $S_{l2}$  est comparée pour  $T = 80^\circ\text{C}$  aux résultats expérimentaux obtenus à 80°C.

Pour les fonctions  $S_{l1}$  et  $S_{l2}$ , on choisit des polynômes du second degré. Identifiées par rapport aux résultats à 20°C, on a :

$$(p^*= 50 \text{ MPa et } \omega_0=10.2 \text{ \%}) \rightarrow S_{l1} = 10^{-6} p_c^2 - 0.0019 p_c + 0.835$$

$$(p^*= 50 \text{ MPa et } \omega_0=12.6 \text{ \%}) \rightarrow S_{l2} = 10^{-6} p_c^2 - 0.0030 p_c + 0.960$$

( $p_c$  est en MPa)

Lorsque l'on remplace  $p_c$  par  $\left[ p_c \left( \frac{\gamma(20)}{\gamma(T)} \right) \right]$ , ces deux fonctions deviennent :

$$S_{I1} = 10^{-6} \gamma^2(20) \left( \frac{p_c}{\gamma(T)} \right)^2 - 0.0019 \gamma(20) \left( \frac{p_c}{\gamma(T)} \right) + 0.835$$

$$S_{I2} = 10^{-6} \gamma^2(20) \left( \frac{p_c}{\gamma(T)} \right)^2 - 0.0030 \gamma(20) \left( \frac{p_c}{\gamma(T)} \right) + 0.960$$

Sur la figure I.26. la fonction  $S_{I1}$  est représentée pour  $T=20^\circ\text{C}$  et  $T=50^\circ\text{C}$  aux côtés des résultats expérimentaux obtenus pour ces deux températures (est également représentée une courbe nommée Modélisation sur laquelle on reviendra).

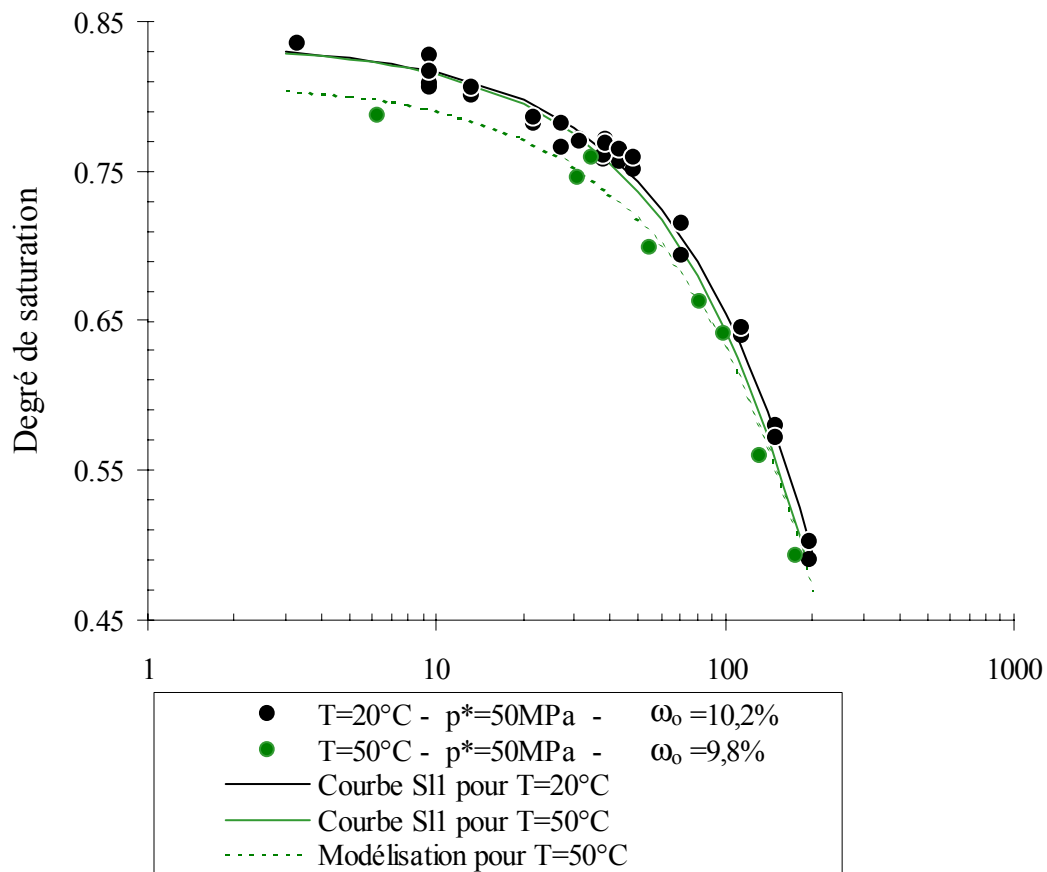


Figure I.26. : Hypothèse  $S_I = S_{I1} \left( \frac{p_c}{\gamma(T)} \right)$  et résultats expérimentaux.

Ce que l'on observe c'est que :

- D'une part, la diminution de la tension superficielle n'entraîne pas une désaturation du matériau du même ordre que celle mesurée expérimentalement. La désaturation prédite par l'hypothèse est beaucoup plus faible.
- D'autre part, le phénomène de désaturation va en augmentant avec la pression capillaire ce qui ne correspond pas à la réalité, puisqu'entre 3 et 100 MPa, la différence entre les valeurs à 20°C et 50°C est quasiment constante.

Si on modélise l'isotherme à 50°C (représentée sur la figure I.25 par la courbe nommée modélisation) on obtient une courbe d'équation :

$$S_1 = 10^{-6} p_c^2 - 0.0019 p_c + 0.810$$

Ce qui montre bien que la différence entre les résultats à 20°C et ceux à 50°C est constante.

La comparaison pour l'argile FoCa 7 compactée à 50 MPa avec  $\omega_0 = 12.6 \%$ , de la courbe  $S_{12}$  aux résultats à 80°C conduit au même constat.

On en conclut donc que pour l'argile FoCa 7 compactée, l'hypothèse  $S_1 = S_1\left(\frac{p_c}{\gamma(T)}\right)$

ne permet pas de rendre compte de l'influence de la température sur le degré de saturation.

# **PARTIE I**

## **Comportement hydromécanique**

### **A. Caractérisation**

#### I.1. Cadre de l'étude

#### I.2. Méthode des solutions salines saturées

→ Protocole expérimental

→ Mesures

#### I.3. Résultats bibliographiques

→ Hystérésis

→ Influence de la pression de compactage,  $p^*$ , sur le comportement du matériau compacté

#### I.4. Nouvelles données

→ Influence de la teneur en eau de la poudre au moment du compactage,  $\omega_0$ , sur le comportement du matériau compacté.

→ Influence de la température

### **B. Modélisation**

#### I.5. Modélisation

→ Le modèle

→ Validation

### **I.5.1. Introduction**

Dans notre domaine d'étude, c'est-à-dire des fortes pressions capillaires et entre 20°C et 80°C, l'évolution du degré de saturation en fonction de la pression capillaire et de la température est maintenant suffisamment bien connue pour pouvoir être utilisée au niveau de la modélisation du comportement du matériau. Notre objectif ici est d'examiner dans quelle mesure le modèle thermohydromécanique présenté par Coussy et Dangla dans (Coussy 2002) est à même de reproduire le comportement de notre argile.

Le choix de ce modèle est lié à la particularité du concept sur lequel il repose. Dans ce modèle, on considère que le milieu poreux (saturé ou non) se comporte comme s'il n'était saturé que par un seul fluide. La pression de ce fluide équivaut à la résultante des pressions des différents fluides saturants réellement le milieu poreux et des efforts exercés par les interfaces. Ce concept de pression interstitielle équivalente permet ainsi d'établir (en théorie) l'existence d'une seule et même contrainte effective responsable des déformations à la saturation comme pour les états non saturés. Ce résultat, particulièrement novateur, souligne la nécessité de valider un tel modèle.

### **I.5.2. Le modèle**

L'approche sur laquelle est fondé le modèle est une approche énergétique, ce qui consiste à étudier l'état et l'évolution d'un sol par l'intermédiaire de ses variations d'énergies (énergie interne, entropie,...). Par cette démarche, les principes de la thermodynamique permettent d'identifier l'ensemble des variables dont dépend l'état du matériau, et d'établir la forme générale des équations du modèle.

Les équations de ce modèle sont des lois de comportement poroélastique. D'après les expériences menées à volume libre (voir chapitres 2 et 3), on sait que d'un point de vue mécanique, le comportement de l'argile FoCa 7 à volume libre est parfaitement élastique. Pour le comportement hydrique, des expériences complémentaires doivent encore être réalisées pour confirmer la réversibilité pour les pressions capillaires supérieures à 100 MPa. A ce stade, on fera donc l'hypothèse ici qu'au delà de 100 MPa, la réversibilité du comportement hydrique est vérifiée.

L'objectif du paragraphe suivant est de rappeler les principales équations du modèle, de montrer où la courbe de sorption intervient dans la modélisation, et comment l'existence de la contrainte effective est établie.

### 1.5.2.1. Obtention des lois de comportement

Soit  $d\Omega$  le volume infinitésimal de l'élément de sol sur lequel porte l'étude énergétique. Cet élément de sol est constitué :

- d'un squelette solide comprenant la matrice solide et l'espace poreux,
- d'une phase d'eau liquide,
- d'une phase gazeuse composée d'un mélange d'air sec et de vapeur d'eau.

Ces phases exercent des forces les unes sur les autres par l'intermédiaire de leurs interfaces. Ces interfaces possèdent leurs propres énergies qui sont à prendre en compte dans les bilans d'énergie.

Afin de différencier la contribution des interfaces de celle du constituant solide, la notion de '*squelette*' vient compléter celle de '*constituant solide*'. Le squelette comprend le constituant solide + les interfaces fluide-fluide et fluide-solide.

Dans les équations, les grandeurs associées au squelette, à l'eau liquide, à l'air sec, à la vapeur ou encore au gaz sont respectivement repérées par les indices suivants : sq, l, a, v et g.

La convention de sommation sur l'indice répété est également utilisée dans l'écriture des équations.

Les hypothèses formulées sur le comportement des fluides sont les suivantes :

- le comportement des fluides est supposé idéal,
- l'air sec et la vapeur d'eau sont considérés comme des gaz parfaits,
- les variations de volume de l'eau sont négligeables.

Concernant le constituant solide, on suppose que ses variations de volume sont négligeables respectivement aux variations de volume de l'espace poreux :

$$\varepsilon_{ii} \approx \phi - \phi_0$$

Les équations nécessaires pour d'écrire l'état du sol sont :

- les équations d'état des fluides :

$$p_\alpha = \left( \frac{\rho}{M} \right)_\alpha RT \quad (5.1)$$

$$s_\alpha = s_{\alpha_0} + C_{p\alpha} \ln \left( \frac{T}{T_0} \right) - R \left( \frac{1}{M} \ln \left( \frac{p}{p_0} \right) \right)_\alpha \quad (\alpha = a \text{ ou } v) \quad (5.2)$$

$$\rho_l = C^{ste} \quad (5.3)$$

$$s_l = s_{l_0} + C_{p_l} \ln \left( \frac{T}{T_0} \right) \quad (5.4)$$

- les équations d'état du squelette :

$$\sigma_{ij} + (S_g p_g + S_l p_l) \delta_{ij} = \left( \frac{\partial \psi_{sq}}{\partial \varepsilon_{ij}} \right)_{S_l, T} \quad (5.5)$$

$$\phi p_c = - \left( \frac{\partial \psi_{sq}}{\partial S_l} \right)_{\varepsilon_{ij}, T} \quad (5.6)$$

$$s_{sq} = - \left( \frac{\partial \psi_{sq}}{\partial T} \right)_{\varepsilon_{ij}, S_l} \quad (5.7)$$

$p_\alpha$ ,  $p_{\alpha_0}$ ,  $\rho_\alpha$  et  $M_\alpha$ ,  $s_\alpha$ ,  $s_{\alpha_0}$  et  $C_{p\alpha}$  représentent pour le fluide  $\alpha$ , les caractéristiques suivantes : la pression du fluide, la pression du fluide prise dans les conditions de référence, la masse volumique, la masse molaire, l'entropie spécifique, la valeur de l'entropie spécifique dans l'état de référence, la chaleur spécifique à pression constante.

R est la constante des gaz parfaits, T la température,

$\sigma_{ij}$  le tenseur des contraintes totales reprises par l'ensemble des constituants du sol,

$\varepsilon_{ij}$  le tenseur des déformations du sol, qui est aussi celui des déformations du squelette solide,

$p_g$  la pression du mélange gazeux,  $p_g = p_a + p_v$ ,

$S_g$  le degré de saturation en gaz,  $S_l$  le degré de saturation en eau liquide,

$\phi$  la porosité,

$p_c$  la pression capillaire,  $p_c = p_g - p_l$

$\psi_{sq}$  l'énergie libre du squelette, fonction des variables indépendantes  $(\varepsilon_{ij}, S_l, T)$ .

L'expression du potentiel  $\psi_{sq}$  en fonction de  $(\epsilon_{ij}, S_1, T)$  est jusque là inconnue. C'est à ce stade qu'intervient la courbe de sorption. Pour les matériaux indéformables, le lien entre  $\psi_{sq}$  et la courbe de sorption est directement établi grâce à l'équation (5.6). La détermination expérimentale de  $p_c(S_1, T)$  conduit alors l'expression de  $\psi_{sq}$ .

$$\psi_{sq} = \phi_0 U(S_1, T) \text{ avec } U(S_1, T) = - \int_1^{S_1} p_c(x, T) dx$$

Lorsqu'au contraire le sol est déformable, la relation  $p_c = p_c(S_1, T)$  n'est plus démontrée, puisque sans autre hypothèse on a  $p_c = p_c(\epsilon_{ij}, S_1, T)$ .

L'identification de  $\psi_{sq}$  nécessite alors une hypothèse supplémentaire, qui consiste à supposer que l'énergie libre du squelette est la somme de deux énergies distinctes,  $\phi U(\epsilon_{ij}, S_1, T)$  et  $\psi_s(\epsilon_{ij}, T)$ .

$$\text{Hypothèse : } \psi_{sq}(\epsilon_{ij}, S_1, T) = \phi U(\epsilon_{ij}, S_1, T) + \psi_s(\epsilon_{ij}, T) \quad (5.8)$$

Où  $\phi U(\epsilon_{ij}, S_1, T)$  représente l'énergie fournie aux interfaces (par unité de volume  $d\Omega$ ) pour amener l'échantillon de la saturation à son degré de saturation actuel,  $S_1$ .

$\psi_s(\epsilon_{ij}, T)$  est l'énergie libre du constituant solide augmentée de l'énergie libre des interfaces liquide-solide à la saturation<sup>12</sup>.

(Remarque : Cette hypothèse est moins restrictive que l'hypothèse plus classique  $S_1 = S_1(p_c, T)$ , puisqu'elle élargit le cadre des applications du modèle aux sols dont la courbe capillaire dépend des déformations :  $p_c(\epsilon_{ij}, S_1, T)$ .)

U est alors déterminée grâce à l'équation (5.6) et la caractérisation expérimentale de la courbe capillaire :

$$U(\epsilon_{ij}, S_1, T) = - \int_1^{S_1} p_c(\epsilon_{ij}, x, T) dx \quad (5.9)$$

Compte tenu de l'hypothèse (5.8) et de l'équation (5.7), l'entropie du squelette apparaît comme la somme :

- de la variation d'entropie des interfaces par rapport à l'état saturé,
- et de l'entropie du constituant solide (augmentée de l'entropie des interfaces liquide-solide à la saturation).

---

<sup>12</sup>suite à la référence choisie pour U (U=0 pour  $S_1 = 1$  voir (5.9)).



$$S_{sq} = S_{int} + S_s \quad \text{avec } S_{int} = -\phi \left( \frac{\partial U}{\partial T} \right)_{\epsilon_{ij}, S_l} \quad \text{et } S_s = - \left( \frac{\partial \psi_s}{\partial T} \right)_{\epsilon_{ij}} \quad (5.10)$$

Les variations de volume du constituant solide étant par hypothèse négligeables, l'expression de l'entropie du constituant solide,  $S_s$ , est celle d'un solide classique :

$$S_s = s_{s0} + C_s \ln \frac{T}{T_0} \quad (5.11)$$

$s_{s0}$  est la valeur de l'entropie du constituant solide prise dans l'état de référence et  $C_s$ , la chaleur spécifique du constituant solide, chacune d'elles augmentées de la contribution des interfaces liquide-solide à la saturation (dû à la référence prise pour  $U$ ).

(5.11) permet alors de compléter l'expression du potentiel  $\psi_{sq}$  :

$$\psi_{sq}(\epsilon_{ij}, S_l, T) = (\phi_0 + \epsilon_{ii})U(\epsilon_{ij}, S_l, T) + \psi_s(\epsilon_{ij}, T)$$

$$\text{avec } U(\epsilon_{ij}, S_l, T) = - \int_1^{S_l} p_c(\epsilon_{ij}, x, T) dx$$

$$\psi_s = w_s(\epsilon_{ij}) + (T - T_0)(s_{s0} - C_s) + C_s T \ln \frac{T}{T_0} \quad (5.12)$$

$w_s(\epsilon_{ij})$  est l'énergie élastique du constituant solide augmentée de l'énergie des interfaces liquide-solide présentes à la saturation.

Considérons maintenant le type de sol auquel se rapporte l'argile FoCa 7 compactée. A volume libre, lorsque  $p_c$  varie, l'argile FoCa 7 se déforme de façon réversible. Comme on a pu l'observer, l'évolution du degré de saturation ne dépend pas des déformations élastiques (les seules déformations dont dépend cette courbe, sont les déformations plastiques dûes au compactage, qui restent constantes lors des essais de sorption ou de désorption). Dans ce cas là, bien que le sol soit déformable, à volume libre, l'évolution du degré de saturation vérifie :

$$S_l = S_l(p_c, T), \text{ soit : } p_c = p_c(S_l, T).$$

Les lois de comportement du squelette deviennent alors :

$$\sigma_{ij} + (S_g p_g + S_l p_l) \delta_{ij} = U(S_l, T) \delta_{ij} + \frac{\partial w_s}{\partial \varepsilon_{ij}} \quad (5.13)$$

$$p_c = - \left( \frac{\partial U(S_l, T)}{\partial S_l} \right)_T \quad (5.14)$$

$$s_{sq} = -\phi \left( \frac{\partial U(S_l, T)}{\partial T} \right)_{S_l} + s_{so} + C_s \ln \frac{T}{T_o} \quad (5.115)$$

(Remarque : Ces équations auraient pu être directement obtenues depuis les équations (5.5) (5.6) et (5.7) en remplaçant l'hypothèse (5.8) par l'hypothèse  $p_c = p_c(S_l, T)$ . La seule précaution à prendre alors est de ne pas oublier l'énergie élastique  $w_s$ .)

Soit  $\pi$  la variable définie par :

$$\pi = (S_g p_g + S_l p_l) - U \quad (5.16)$$

(par définition de U, lorsque  $S_l = 1 \rightarrow \pi = p_l$

$$S_l = 0 \rightarrow \pi = p_g + \int_1^0 p_c(x, T) dx )$$

La loi de comportement (5.15) devient :  $\sigma_{ij} + \pi \delta_{ij} = \frac{\partial w_s}{\partial \varepsilon_{ij}}$  (5.17)

Cette équation montre alors qu'au niveau des déformations, les différents fluides qui occupent l'espace poreux peuvent être remplacés par un seul fluide de pression,  $\pi$ .

La pression interstitielle,  $\pi$ , ainsi définie est la somme :

- des pressions des fluides présents dans l'espace poreux, pondérées de leur degré de saturation respectif,
- de la contribution des interfaces (dont l'énergie intervient dans le terme U).

Enfin, l'équation (5.17) fait également apparaître le concept de tenseur des contraintes effectives défini de façon continue sur les domaines saturé et non saturé.

### I.5.3. Validation

Expérimentalement, les résultats sont plus généralement exploités en terme d'indice des vides plutôt que de déformation. Les déformations contraignent en effet à se donner un état de référence, ce qui n'est pas le cas avec l'indice des vides. On choisit donc de réécrire la loi de comportement (5.17) de façon à faire apparaître l'indice des vides,  $e$ , en fonction de la contrainte effective,  $\sigma + \pi$ .

Pour cela une hypothèse supplémentaire est nécessaire. On pose comme hypothèse que le comportement déviatorique est découplé du comportement isotrope. On a alors que :

$$\text{INCORPORER} \left( \frac{\partial^2 w_s}{\partial \varepsilon \partial e_{ij}} \right) = 0$$

Où  $\varepsilon = \varepsilon_{ii}$  est la déformation volumique et  $e_{ij}$  le déviateur des déformations.

D'autre part, sous l'hypothèse initiale que les déformations du constituant solide sont négligeables respectivement aux variations de volume de l'espace poreux, on a :

$$\varepsilon = \frac{e - e_0}{1 + e_0} \quad (5.18)$$

Soit  $\sigma$  la contrainte hydrostatique moyenne,  $\sigma = \sigma_{ii} / 3$ , alors l'équation (5.17) est équivalente à l'équation différentielle :

$$\boxed{de = -\frac{1}{\kappa} \frac{d(\sigma + \pi)}{(\sigma + \pi)}} \quad (5.19)$$

avec

$$\kappa = -\frac{\left( \frac{\partial^2 w_s}{\partial \varepsilon^2} \right) (\varepsilon(\sigma + \pi))}{1 + e_0} \quad (5.20)$$

La validation expérimentale du modèle repose sur l'identification de la fonction  $(1/\kappa)$ . Pour que le modèle soit validé,  $(1/\kappa)$  doit être la même que le matériau soit saturé ou non.

### 1.5.3.1. Comportement saturé

A la saturation,  $(1/\kappa)$  est déterminée à partir de résultats bibliographiques extraits de (Plas 1987).

Les essais sur l'argile FoCa 7 à la saturation sont des essais de consolidation, suivis d'une première décharge élastique puis de deux cycles de charge/ décharge.

Le protocole est le suivant :

- après avoir rempli la cellule oedométrique avec de la poudre d'argile FoCa 7, la poudre est saturée en eau sous une charge verticale de 1 bar (0.1 MPa).
- Le contact avec l'eau est maintenu durant tout l'essai, afin de conserver la saturation. L'eau alimentant le système est à la pression atmosphérique.
- Par paliers de charge successifs, l'éprouvette d'argile est progressivement consolidée uniaxialement. A la fin de chaque palier, une fois l'équilibre atteint, la déformation axiale est mesurée afin de calculer l'indice des vides (la déformation radiale est nulle).
- La charge maximale (35,4 MPa) atteinte, l'échantillon est progressivement déchargé suivant le trajet inverse. A la fin de chaque palier de relâchement, la déformation verticale est mesurée.

Trois cycles de charge/ décharge sont réalisés au total.

Les résultats conduisent à l'évolution de l'indice des vides en fonction de la contrainte verticale. Cependant, si on admet l'existence d'un coefficient,  $K_o$ , de poussée de l'argile sur les parois verticales de la cellule oedométrique, on a alors :

$$\sigma = (1 + 2K_o) \sigma_v$$

( $\sigma$  est la contrainte moyenne volumique,  $\sigma_v$  la contrainte verticale)

D'autre part, à la saturation, l'expression de la pression interstitielle équivalente conduit à :  $\pi = p_1$

Finalement, pour chaque indice des vides mesurés, la contrainte effective peut être calculée à partir de la contrainte verticale imposée et de la pression d'eau (constante et égale à 0.1 MPa). On a :

$$\sigma + \pi = (1 + 2K_o) \sigma_v + p_1$$

Pour chaque cycle de charge/décharge réalisé, le trajet suivi est le suivant :

### Charge

- 1<sup>ière</sup> charge appliquée → 0.088 MPa
- 2<sup>ième</sup> charge appliquée → 0.265 MPa
- 3<sup>ième</sup> charge appliquée → 0.708 MPa
- 4<sup>ième</sup> charge appliquée → 2.213 MPa
- 5<sup>ième</sup> charge appliquée → 4.425 MPa
- 6<sup>ième</sup> charge appliquée → 6.637 MPa
- 7<sup>ième</sup> charge appliquée → 8.850 MPa
- 8<sup>ième</sup> charge appliquée → 17.70 MPa
- 9<sup>ième</sup> charge appliquée → 35.40 MPa

### Décharge

- 10<sup>ième</sup> charge appliquée → 17.70 MPa
- 11<sup>ième</sup> charge appliquée → 8.850 MPa
- ...
- 17<sup>ième</sup> charge appliquée → 0.088 MPa

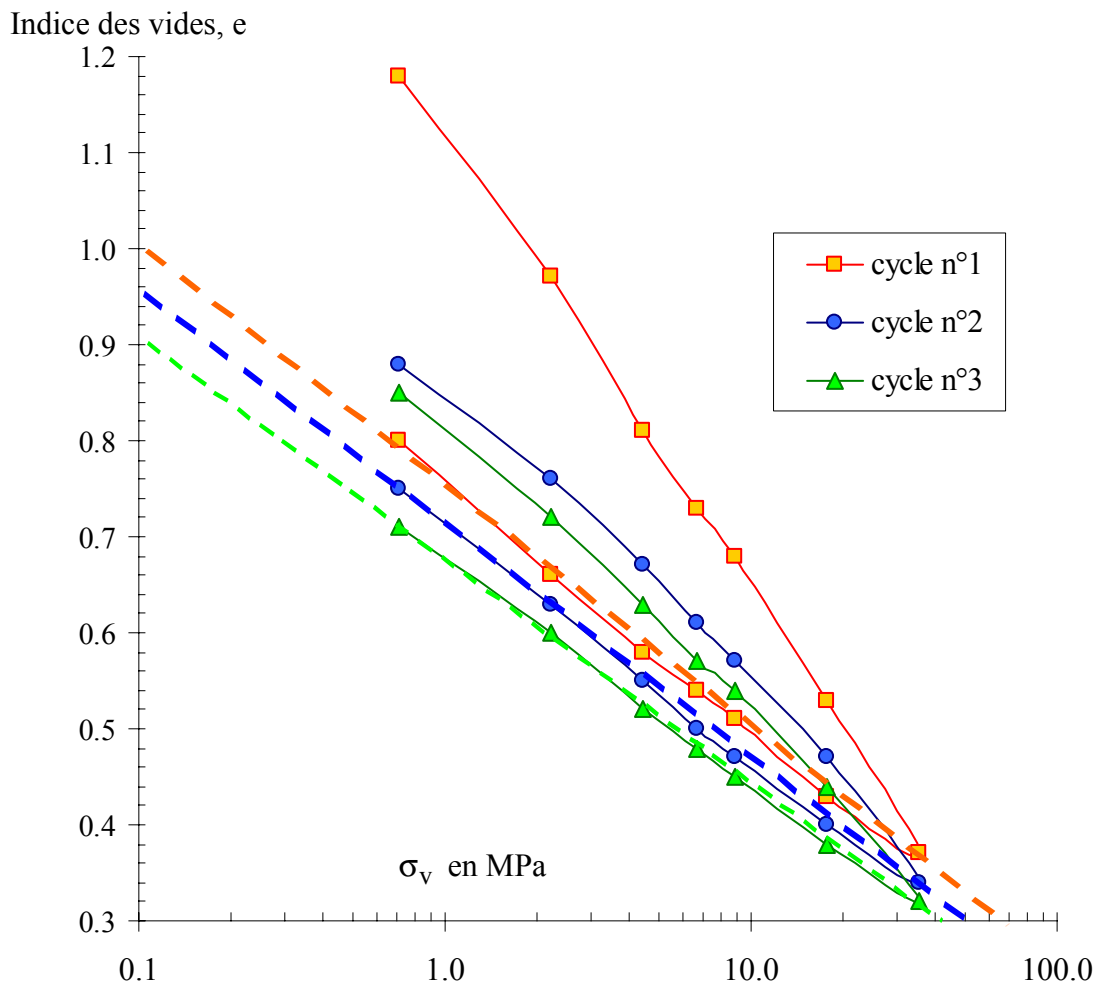
A l'exception des équilibres correspondants aux deux premières charges appliquées et aux charges n° 16 et 17, pour les autres paliers, la valeur de la pression d'eau est négligeable par rapport à la valeur de la contrainte verticale. On a alors :

$$\sigma + \pi \approx (1 + 2K_o) \sigma_v$$

Soit,

$$de = -\frac{1}{\kappa} \frac{d(\sigma + \pi)}{(\sigma + \pi)} \approx -\frac{1}{\kappa} \frac{d(\sigma_v)}{\sigma_v}$$

Le coefficient  $\frac{1}{\kappa}$  sur lequel repose la validation du modèle est déterminé à la saturation d'après les résultats représentés sur la figure I.27.



**Figure I.27. : Evolution de l'indice des vides de l'argile FoCa 7 saturée sous l'effet d'un chargement (évolution de l'état pulvérulent à l'état compacté). Données bibliographiques (Plas 1987).**

En plus des résultats expérimentaux, on a également représenté sur la figure I.27, les droites de gonflement obtenues pour chaque cycle. Pour le cycle n°1, la droite de gonflement est représentée par des pointillés oranges, pour le cycle n°2, elle est représentée par des pointillés bleus et pour le cycle n°3, par la droite en pointillés verts.

La pente de chacune de ces droites est de :

cycle n°1 → 0.107

cycle n°2 → 0.105

cycle n°3 → 0.100

Soit finalement une valeur moyenne pour le coefficient  $\frac{1}{\kappa}$  à la saturation de :

$$\frac{1}{\kappa} \approx 0.10$$

### 1.5.3.2. Comportement non saturé

La valeur du coefficient  $\frac{1}{\kappa}$  est ici déterminée à partir des résultats de sorption et de désorption à volume libre pour :

- l'argile FoCa 7 compactée avec une pression de compactage de 50 MPa et une teneur en eau de l'ordre de 10 %. On regardera à la fois les résultats à 20°C et ceux à 50°C.
- l'argile FoCa 7 compactée avec une pression de compactage de 50 MPa et une teneur en eau d'environ 12.5 %. Là aussi, on examinera à la fois les résultats à 20°C et ceux à 80°C

A volume libre, l'expression de la contrainte,  $\sigma + \pi$ , se réduit à :

$$\sigma + \pi = -S_l p_c + \int_1^{S_l} p_c(x, T) dx \quad (5.21)$$

$$(\sigma = -p_g = -p_{atm})$$

Pour simplifier le calcul de l'intégrale dans l'équation (5.21), les isothermes capillaires sont linéarisées par partie de la façon suivante :

- pour l'argile FoCa 7 compactée avec  $p^* = 50$  MPa et  $\omega_0 \approx 10$  %

- pour  $T = 20^\circ\text{C}$  :  $0 \leq S_l \leq 0.37 \rightarrow p_c = -1225 \times S_l + 723$

$0.37 < S_l \leq 1 \rightarrow p_c = -572 \times S_l + 480$

- pour  $T = 50^\circ\text{C}$  :  $0 \leq S_l < 0.38 \rightarrow p_c = -908 \times S_l + 581$

$0.38 \leq S_l \leq 1 \rightarrow p_c = -562 \times S_l + 450$

( $p_c$  est en MPa)

- pour l'argile FoCa 7 compactée avec  $p^* = 50$  MPa et  $\omega_0 \approx 10$  %

- pour  $T = 20^\circ\text{C}$  :  $0 \leq S_l \leq 0.81 \rightarrow p_c = -1125 \times S_l + 965$

$0.81 < S_l < 0.93 \rightarrow p_c = -386 \times S_l + 365$

$0.93 \leq S_l \leq 1 \rightarrow p_c = -88.6 \times S_l + 88.6$

- pour  $T = 80^\circ\text{C}$  :  $0 \leq S_l < 0.74 \rightarrow p_c = -1141 \times S_l + 905$

$0.74 \leq S_l \leq 0.88 \rightarrow p_c = -361 \times S_l + 326$

$0.88 < S_l \leq 1 \rightarrow p_c = -58 \times S_l + 58$

Les isothermes capillaires et leurs linéarisations sont représentées sur les figures I.28 et I.29.

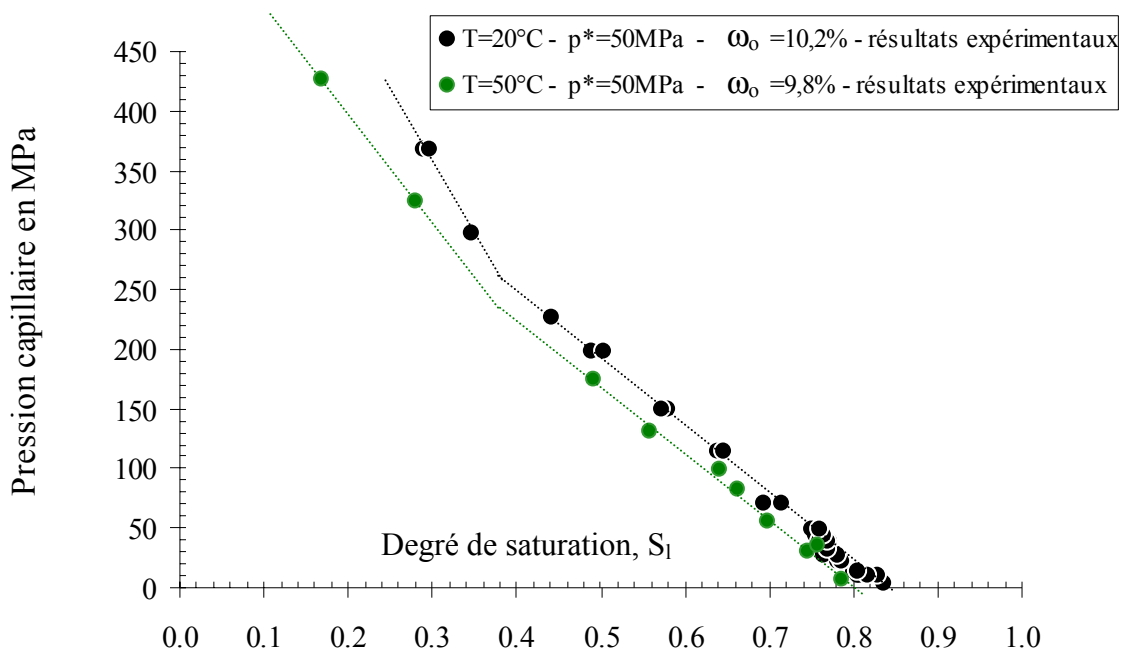


Figure I.28. : Isothermes capillaires à 20°C et à 50°C de l'argile FoCa 7 compactée avec une pression  $p^*$  de 50 MPa et une teneur en eau d'environ 10 %. Résultats expérimentaux et linéarisations (en pointillé).

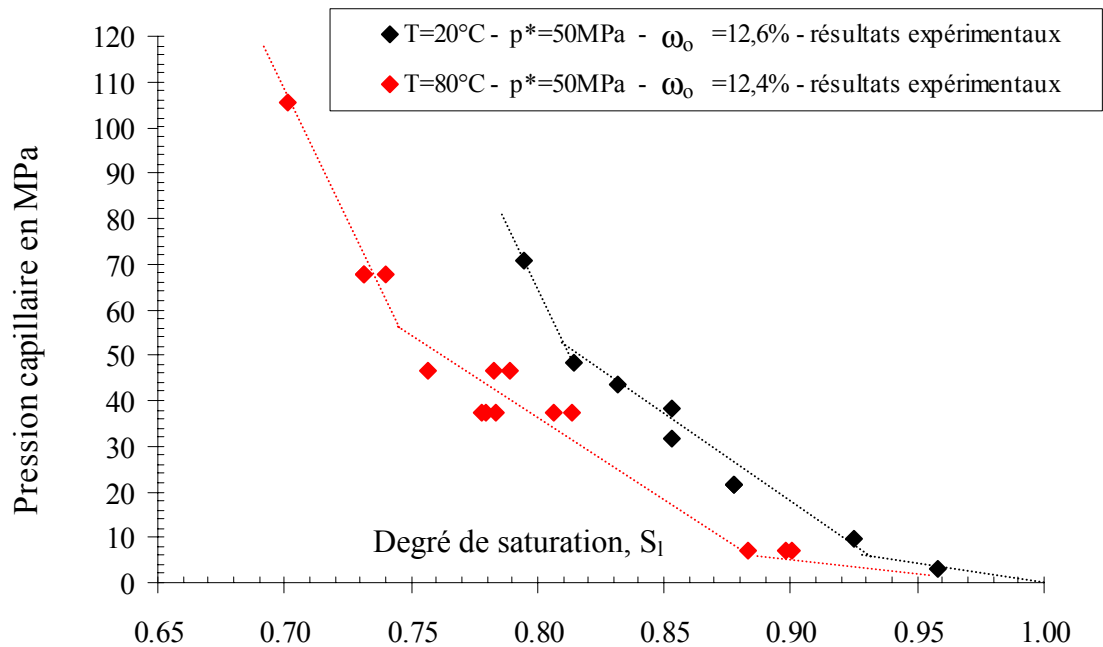


Figure I.29. : Isothermes capillaires à 20°C et à 80°C de l'argile FoCa 7 compactée avec une pression  $p^*$  de 50 MPa et une teneur en eau d'environ 12.5 %. Résultats expérimentaux et linéarisations (en pointillé).



Pour chaque température et chaque valeur de  $(p^*, \omega_0)$ , le coefficient  $(1/\kappa)$  est déterminée en identifiant graphiquement la loi de comportement (5.19) sous sa forme intégrée, à savoir :

$$e = e_0 - \frac{1}{\kappa} \ln \left( \frac{\sigma + \pi}{(\sigma + \pi)_0} \right) \quad (5.22)$$

aux valeurs expérimentales de l'indice des vides exprimées en fonction de  $(\sigma + \pi)$ .

Remarque 1 : Calcul de  $(\sigma + \pi)$

Pour calculer la valeur de la contrainte  $(\sigma + \pi)$  correspondant à chaque mesure expérimentale de l'indice des vides, on se sert de la valeur de la pression capillaire imposée à laquelle correspond chacune de ces mesures. A partir de la valeur de la pression capillaire imposée, on détermine alors, grâce aux isothermes linéarisées, la

valeur du degré de saturation et la valeur de l'intégrale  $\int_1^{S_1} p_c(x, T) dx$ .

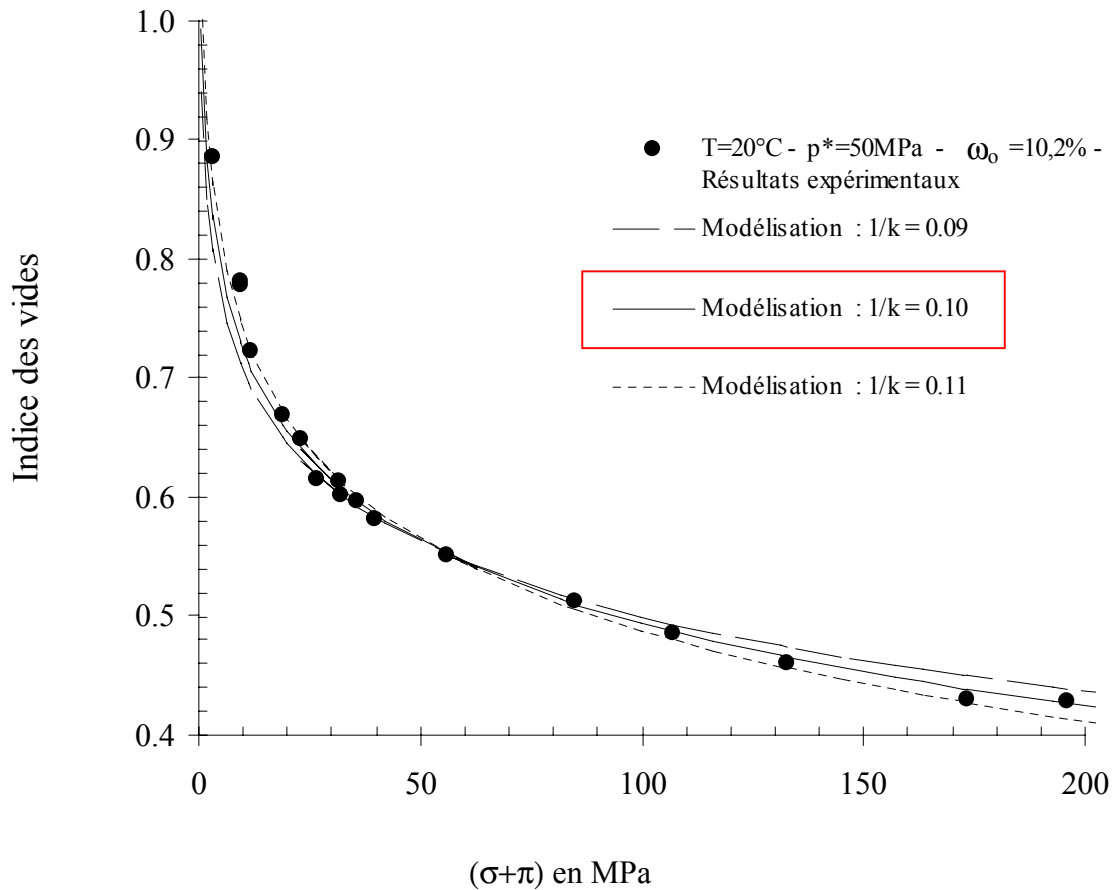
$(\sigma + \pi)$  est finalement calculée par l'équation (5.21) :  $\sigma + \pi = -S_1 p_c + \int_1^{S_1} p_c(x, T) dx$ .

Remarque 2 : Valeur de  $((\sigma + \pi)_0, e_0)$

Pour que la loi de comportement (5.22) ne soit plus paramétrée que par le coefficient  $(1/\kappa)$ , il est également nécessaire de se donner un état de référence  $((\sigma + \pi)_0, e_0)$ . On choisit arbitrairement une des valeurs de  $e$  mesurée expérimentalement et la valeur de  $(\sigma + \pi)$  lui correspondant.

L'identification de (5.22) aux mesures expérimentales, qui conduit à la valeur de  $(1/\kappa)$  est représentée :

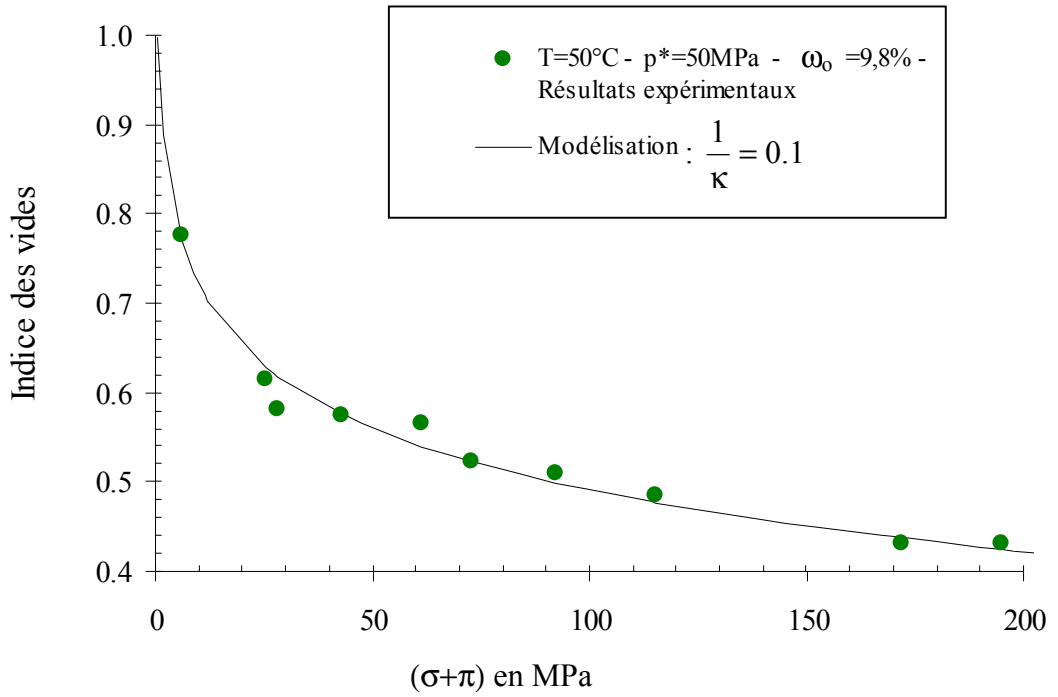
- sur la figure I.30 pour le comportement à 20°C de l'argile compactée avec une pression  $p^*$  de 50 MPa et une teneur en eau  $\omega_0$  de 10.2 %,
- sur la figure I.31 pour le comportement à 50°C de l'argile compactée avec  $p^* = 50$  MPa et  $\omega_0 = 9.8$  %,
- sur la figure I.32 pour le comportement à 20°C de l'argile compactée avec  $p^* = 50$  MPa et  $\omega_0 = 12.6$  %,
- sur la figure I.33 pour le comportement à 80°C de l'argile compactée avec  $p^* = 50$  MPa et  $\omega_0 = 12.4$  %.



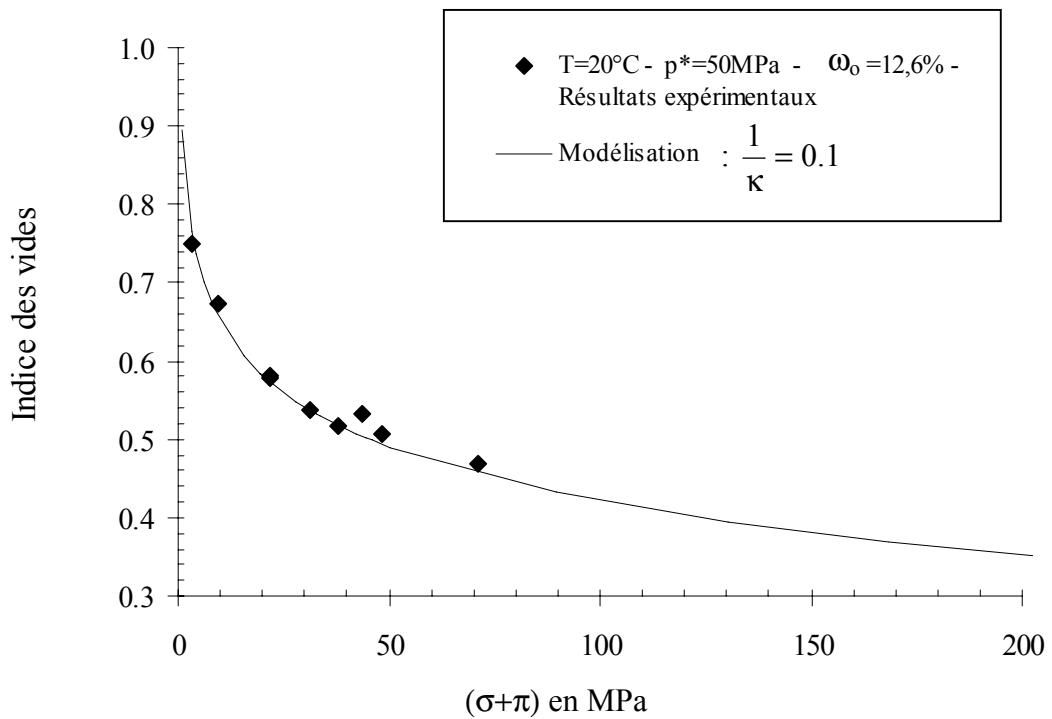
**Figure I.30. : Valeur du coefficient ( $1/K$ ) à  $20^{\circ}\text{C}$  pour l'argile FoCa 7 compactée avec une pression de 50 MPa et une teneur en eau de 10.2 %.**

Sur cette figure la loi de comportement (5.22) est représentée pour différentes valeurs du coefficient ( $1/\kappa$ ). On voit que la valeur 0.1 pour le coefficient  $1/\kappa$  est bien celle qui correspond le mieux aux résultats expérimentaux.

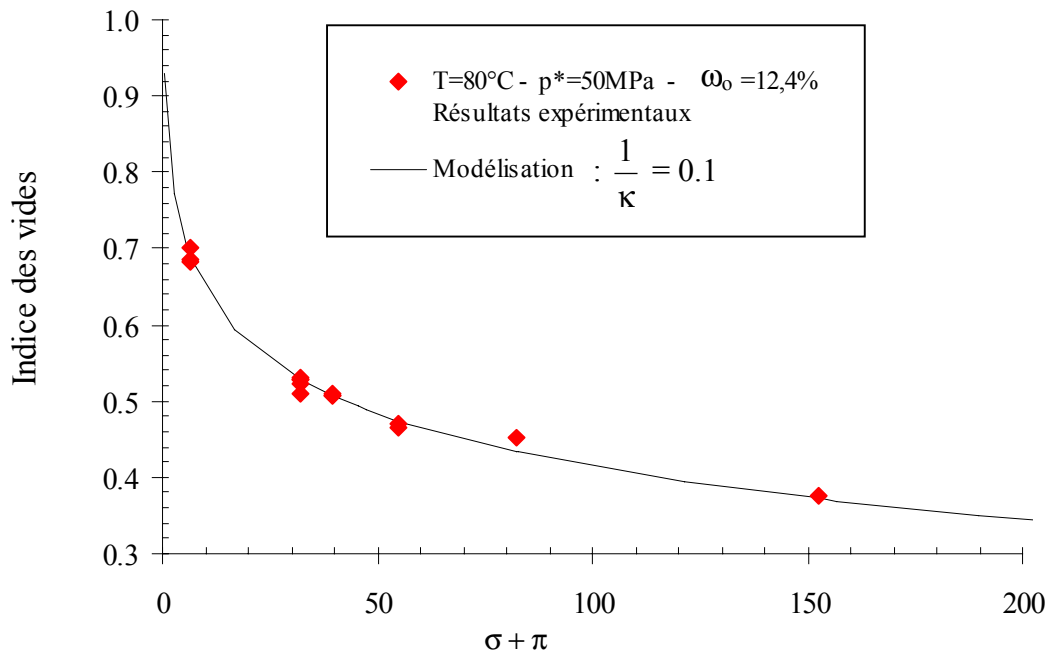
Comme on peut le voir sur les figures suivantes, cette valeur est également confirmée pour les autres cas traités, quelque soit la température et les paramètres de compactage ( $p^*$ ,  $\omega_0$ ).



**Figure I.31. : Valeur du coefficient ( $1/K$ ) à 50°C pour l'argile FoCa 7 compactée avec une pression de 50 MPa et une teneur en eau de 10.2 %..**



**Figure I.32. : Valeur du coefficient ( $1/K$ ) à 20°C pour l'argile FoCa 7 compactée avec une pression de 50 MPa et une teneur en eau de 12.6 %..**



**Figure I.33. :** Valeur du coefficient ( $1/K$ ) à  $80^{\circ}\text{C}$  pour l'argile FoCa 7 compactée avec une pression de 50 MPa et une teneur en eau de 12.4 %..

#### 1.5.4. Conclusion

Finalement, ces résultats montrent que dans le cadre du comportement à volume libre de l'argile FoCa 7 compactée, pour des pressions de compactage comprises entre 30 et 60 MPa et une teneur en eau initiale de 9.8 à 12.6 %, son comportement entre 20 et  $80^{\circ}\text{C}$  obéit à une seule et même loi qui est :

$$de = -0.1 \frac{d(\sigma + \pi)}{\sigma + \pi}$$

Cette loi reste continuellement valable au passage à la saturation, puisque la même valeur pour le coefficient ( $1/\kappa$ ) a été trouvée dans ce domaine (saturé).

Le concept de pression interstitielle équivalente tel qu'il est développé par Coussy et Dangla dans (Coussy 2002) semble donc tout à fait correspondre au comportement de l'argile FoCa 7 compactée.

## **PARTIE II**

### **Perméabilité à l'eau dans le domaine non saturé**

## **PARTIE II**

### **Perméabilité à l'eau dans le domaine non saturé**

#### II.1. Introduction

#### II.2. Evaluation de la perméabilité à l'eau

→ Notations

→ Principe général de la méthode proposée

→ Le protocole expérimental

→ Le problème analytique

→ Hypothèses et équations

→ Solution

#### II.3. Application à l'argile FoCa 7

#### II.4. Comparaison avec les données bibliographiques

## II.1. INTRODUCTION

A la différence de la teneur en eau ou de l'indice des vides, la perméabilité à l'eau caractérise non pas l'état à proprement dit du matériau, mais sa capacité à évoluer. De ce fait, la perméabilité ne peut pas être directement mesurée lors des expériences. En règle générale, elle est recalculée à partir des variations de flux d'eau durant le régime transitoire, ou encore, à partir de l'évolution des déformations.

A la saturation, la perméabilité à l'eau de l'argile FoCa 7 est une donnée relativement bien établie. Les données existantes ont globalement été obtenues à l'aide de l'une des deux méthodes suivantes :

- 1<sup>ière</sup> méthode (Dardaine 1988) : un échantillon d'argile est initialement saturé dans une cellule d'essai latéralement indéformable. L'échantillon est ensuite continuellement alimenté en eau pour maintenir la saturation. L'essai consiste à imposer un gradient de pression hydraulique grâce au contrôle de la pression d'eau à chaque extrémité de l'échantillon. Le flux d'eau résultant de la différence de pression est mesuré. Ce flux étant par ailleurs régi par la loi de Darcy dans laquelle intervient la perméabilité à l'eau, la valeur de cette dernière est alors déterminée à partir des mesures de flux.
- 2<sup>nde</sup> méthode (Plas 1988) : elle consiste à consolider l'échantillon saturé au lieu de le soumettre à un gradient de pression. La perméabilité à l'eau est alors calculée à partir du tassement de l'échantillon et de la théorie de la consolidation de Terzaghi (Terzaghi 1943).

Les résultats obtenus par chacune de ces méthodes sont similaires. Pour des masses volumiques sèches<sup>13</sup> allant de 1,3 à 2g/cm<sup>3</sup>, la conductivité hydraulique de l'argile FoCa 7 saturée varie globalement de 10<sup>-12</sup> m/s à 10<sup>-14</sup> m/s (soit une perméabilité intrinsèque comprise entre 10<sup>-19</sup> et 10<sup>-21</sup> m<sup>2</sup> ou encore une perméabilité telle qu'elle apparaît dans l'équation de conduction de Darcy de 10<sup>-16</sup> à 10<sup>-18</sup> m<sup>2</sup>/(Pa.s)). A la saturation, une loi empirique est proposée par Dardaine et Gatabin (Dardaine 1987) :

$$k = 5.38 \times 10^{-8} e^{-7.21\rho_d}$$

(La conductivité hydraulique  $k$  est en m/s et la masse volumique sèche  $\rho_d$  est en g/cm<sup>3</sup>).

---

<sup>13</sup> Rapport de la masse de la partie solide de l'échantillon au volume total de l'échantillon

A la saturation, la conductivité hydraulique,  $k$ , la perméabilité intrinsèque,  $k_{int}$ , et la perméabilité à l'eau,  $k_1$  qui apparaît dans l'équation de Darcy sont liées par la relation :

$$k = \frac{\rho_l g}{\mu} k_{int} = \rho_l g k_1$$

Où  $\rho_l$  est la masse volumique de l'eau liquide en  $\text{kg/m}^3$ ,  $\mu$  sa viscosité dynamique en  $\text{kg}/(\text{m}\cdot\text{s})$  et  $g$  l'accélération de la pesanteur en  $\text{m/s}^2$ .)

Ces méthodes ne sont pas applicables sur le matériau non saturé. Peu de données expérimentales existent dans ce domaine. Notre objectif ici est de proposer une méthode d'évaluation de la perméabilité à l'eau pour les matériaux poreux en fonction de leur état de saturation. Cette méthode repose sur l'utilisation couplée d'une solution analytique et de mesures expérimentales (suivi de la perte de masse d'un échantillon au cours d'un essai de désorption). Les résultats obtenus grâce à cette méthode pour l'argile FoCa 7 seront présentés à la fin de notre exposé.

Comme pour les chapitres précédents, la méthode proposée ici a été développée dans le cadre du comportement à volume libre et pour des évolutions supposées réversibles.



## **PARTIE II**

### **Perméabilité à l'eau dans le domaine non saturé**

#### II.1. Introduction

#### II.2. Evaluation de la perméabilité à l'eau

→ Notations

→ Principe général de la méthode proposée

→ Le protocole expérimental

→ Le problème analytique

→ Hypothèses et équations

→ Solution

#### II.3. Application à l'argile FoCa 7

#### II.4. Comparaison avec les données bibliographiques

## II.2. EVALUATION DE LA PERMEABILITE A L'EAU

### II.2.1. Notations

Les essais que l'on va utiliser pour évaluer de la perméabilité sont des essais de désorption, réalisés par la méthode des solutions salines saturées.

Pour chaque essai, la pression capillaire varie d'une valeur initiale que l'on notera  $p_{c_0}$  à une valeur finale imposée par la solution saline que l'on appellera  $p_{c_{imp}}$ .

D'autre part, dans le cadre des hypothèses qui seront formulées, parmi lesquelles se trouve la linéarité du comportement entre  $p_{c_0}$  et  $p_{c_{imp}}$ , on notera par  $k_{l_0}$  la valeur de la perméabilité à l'eau lorsque la pression capillaire varie de  $p_{c_0}$  à  $p_{c_{imp}}$  :

$$k_{l_0} = k_l(p_{c_0} < p_c < p_{c_{imp}})$$

Pour les autres grandeurs citées ici, comme le rayon, la hauteur des échantillons, le degré de saturation (...), l'indice "o" se réfèrera à la valeur initiale de ces grandeurs et l'indice "∞" à leur valeur à la fin de l'essai, lorsque l'équilibre a été rétabli.

### II.2.2. Principe général de la méthode proposée

Sous certaines conditions (que l'on précisera ultérieurement) la quantité d'eau perdue par l'échantillon durant un essai de désorption peut être calculée analytiquement. L'expression analytique de la masse de l'échantillon dépend alors du temps et des caractéristiques du matériau. Si les caractéristiques du matériau sont toutes connues, à l'exception de la perméabilité à l'eau, l'expression de la masse de l'échantillon,  $M$ , se réduit à une fonction du temps,  $t$ , paramétrée par  $k_{l_0}$  :

$$M=M(t, k_{l_0}).$$

Le principe général de la méthode que l'on se propose d'utiliser pour évaluer la perméabilité à l'eau, lorsque le matériau n'est que partiellement saturé, consiste, pour une même expérience :

- d'une part à calculer analytiquement l'évolution du matériau,
- et d'autre part, à mettre ce calcul en vis à vis avec les mesures faites de l'évolution réelle du matériau.

En effet, pour les mêmes conditions où l'évolution de la masse de l'échantillon a été calculée analytiquement, des pesées régulières de l'échantillon permettent de suivre expérimentalement l'évolution de  $M$ , depuis le début de la perturbation jusqu'au

retour à l'équilibre. Grâce à ces mesures, l'évolution de  $M$  au cours du temps est donc parfaitement connue. L'ajustement de la solution analytique à l'évolution tracée expérimentalement conduit alors à la valeur de  $k_{l_0}$ .

Grâce à la méthode des solutions salines saturées, de faibles incréments de pression capillaire peuvent être indirectement réalisés entre 3 et 360 MPa. Les valeurs de  $k_{l_0}$  obtenues sur chaque palier permettent alors d'obtenir une première approche discrète de l'évolution de la perméabilité à l'eau en fonction de la pression capillaire.

### **Remarque : comparaison avec la méthode de Vicol**

Le principe général de la méthode présentée ici est semblable à celle utilisée par Vicol (Vicol 1990) pour déterminer la perméabilité à l'eau d'un sol fin non saturé. Dans les deux cas, des mesures de l'évolution de la quantité d'eau contenue dans l'échantillon sont comparées à une solution analytique. Une des différences principales entre les deux méthodes se situe essentiellement au niveau de la gamme de pression capillaire balayée. Dans le protocole proposé par Vicol, l'échantillon est placé dans un oedomètre et mis en contact avec une solution de Polyéthylène Glycol. La pression capillaire est contrôlée grâce à la concentration de cette solution osmotique. Les pressions capillaires ainsi imposées vont de 0 à 1.5 MPa (contre 3 à 360 MPa pour notre méthode).

Une autre différence importante (qui d'une certaine façon est liée à la gamme de saturation sur laquelle porte chacune des méthodes) concerne le contrôle du comportement mécanique. Dans la méthode de Vicol, l'échantillon est placé dans une cellule oedométrique : le volume est bloqué, et l'échantillon peut éventuellement être soumis à une charge verticale. Dans notre méthode, l'échantillon est libre de se déformer. Ses dimensions (rayon et hauteur) sont mesurées au début et à la fin de l'essai. La solution analytique utilisée par Vicol est une solution purement hydraulique alors que dans notre cas elle prend en compte la déformation volumique.

Finalement, comme pour l'acquisition des isothermes de sorption où l'utilisation des solutions de Polyéthylène Glycol vient compléter celle des solutions salines saturées, la méthode proposée ici et celle présentée par Vicol se complètent afin de déterminer l'évolution de la perméabilité à l'eau du matériau depuis la saturation jusqu'aux limites de la saturation résiduelle.

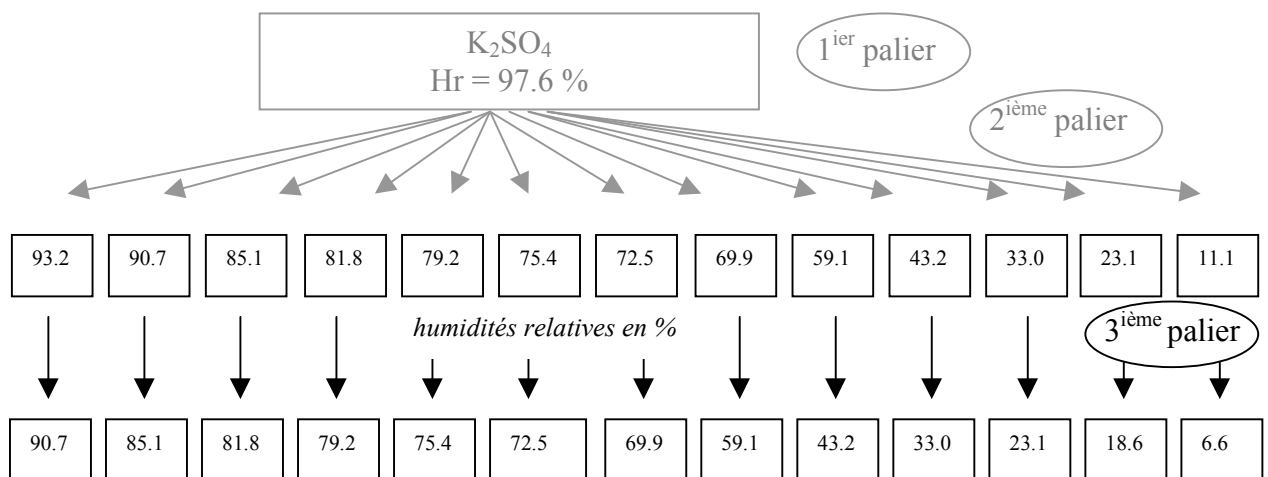
### II.2.3. Le Protocole expérimental

Une des conditions, pour que l'on puisse associer un calcul analytique aux mesures expérimentales, est que le comportement du matériau soit linéaire, ou linéarisable entre  $p_{c_0}$  et  $p_{c_{imp}}$ . Comme on a pu le constater dans la 1<sup>ère</sup> partie du mémoire, pour les fortes pressions capillaires (ici, de 3 à 360 MPa), le comportement de l'argile FoCa 7, aussi bien mécanique qu'hydrique, est fortement non linéaire ( $e=e(\ln(p_c))$  et  $\omega=\omega(\ln(p_c))$ ). Pour une évolution recouvrant une importante partie du domaine non saturé, la linéarisation du comportement n'est donc pas possible.

Ceci étant, il n'en demeure pas moins que pour des évolutions ne concernant que de petites variations de pression capillaire (ou plus exactement d'humidité relative) le comportement de l'argile FoCa 7 devient linéarisable.

Pour que les mesures expérimentales puissent être associées à une solution analytique, on doit donc veiller à réaliser des essais où les variations de pression capillaire sont relativement faibles. C'est ce que nous avons fait ici dans la limite où l'utilisation de solutions salines saturées le permettait.

Avant de commencer les essais où la perméabilité va être calculée, les échantillons doivent d'abord subir deux paliers préliminaires. Lors du premier palier, tous les échantillons sont mis à l'équilibre à 97.6 % d'humidité relative afin de s'assurer que les essais suivants sont bien des essais de désorption. Le deuxième palier permet quant à lui de placer chaque échantillon au degré de saturation au voisinage duquel on va ensuite calculer la perméabilité.

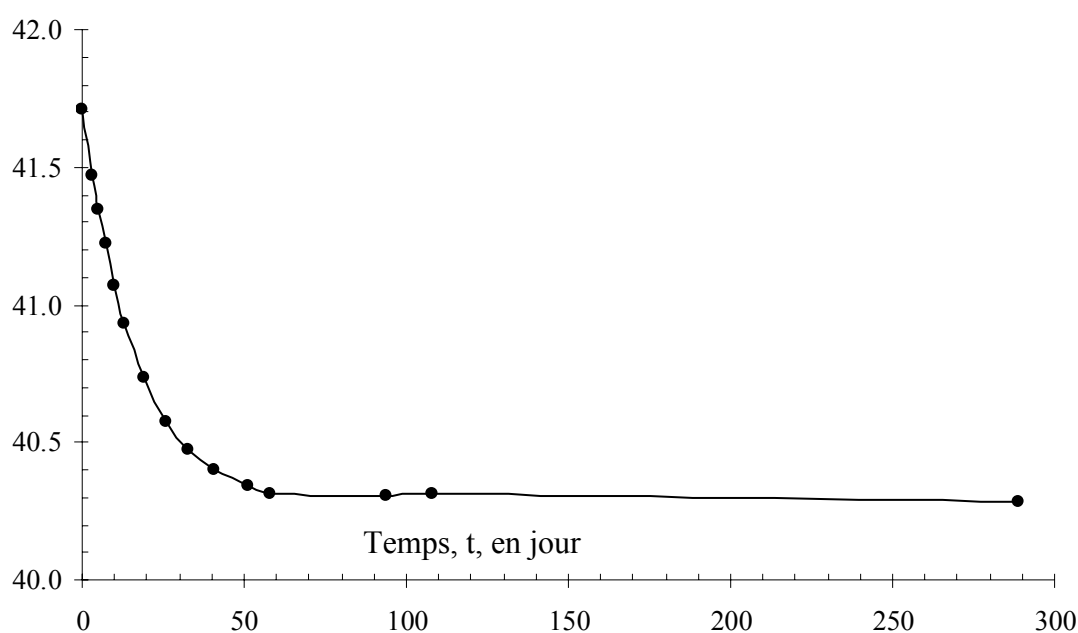


**Figure II.1. : Protocole expérimental,  $T = 20^{\circ}C$ .**

(Les mesures qui nous intéressent sont celles des évolutions tracées en noir, soit celles du 3<sup>ème</sup> palier.)

Lors du deuxième palier, les variations de pression sont beaucoup trop importantes pour permettre l'exploitation des mesures pour le calcul de la perméabilité (le comportement n'est pas linéarisable). Une fois le deuxième équilibre effectué, la pression capillaire est à nouveau légèrement augmentée en changeant les échantillons de dessiccateur (évolution représentée en noir sur la figure II.1). Durant cette troisième étape, les échantillons sont pesés très fréquemment (un exemple des cinétiques obtenues est montré sur la figure II.2). C'est sur ce troisième palier que la solution analytique sera appliquée, et la perméabilité à l'eau calculée.

Masse de l'échantillon et de sa tare ( $\approx 10$  g), M, en g



**Figure II.2. : Evolution de la masse de l'échantillon 1541 iC initialement à l'équilibre avec  $h_r = 97,9\%$ . Le degré d'humidité relative imposé est de  $93,2\%$ . La température de l'essai est de  $20^\circ\text{C}$ .**

Comme on peut le voir sur la figure II.2, la majeure partie de l'eau est perdue très rapidement au cours des vingt premiers jours. De nombreuses mesures sont donc recommandées les trois premières semaines. La fréquence des pesées est toutefois limitée par le temps nécessaire à la solution saline pour restaurer le taux d'humidité, perturbé par l'ouverture du dessiccateur pour la pesée. Afin d'évaluer la durée de la perturbation, un capteur d'humidité est placé dans le dessiccateur. Les mesures réalisées avec des solutions salines saturées de  $\text{K}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{NaCl}$  et  $\text{LiCl}$ , montrent que 6 heures sont (au maximum) nécessaires pour que le taux d'humidité relative soit à nouveau constant. Un intervalle de deux ou trois jours a semblé être un bon compromis pour les mesures. L'ensemble des mesures est rapporté en annexe.

Remarque : La méthode proposée ici permet uniquement de calculer la perméabilité du matériau aux alentours de 20°C (qui est la température à laquelle est climatisée le laboratoire où les mesures sont réalisées, et la température de l'armoire thermostatée où sont conservés les dessiccateurs). Cette méthode ne peut pas être utilisée en température à cause de la condensation qui se créerait entre l'échantillon et le plateau de la balance, du fait de la différence de température.

Néanmoins, concernant l'influence de la température sur la perméabilité, des essais menés entre 20°C et 150°C sur la matériau saturé (Gatabin 1999), ont montré qu'à la saturation, l'augmentation de la perméabilité à l'eau avec la température correspondait bien à la diminution de la viscosité de l'eau.

## **II.2.4. Le problème analytique**

### **II.2.4.1. Hypothèses et équations**

La première hypothèse concerne tout d'abord la linéarisation du comportement, rendue possible grâce aux faibles sollicitations imposées.

En raison justement du faible incrément de pression capillaire qui est imposé (voir figure II.1), les échantillons se déforment peu lors du troisième palier. La déformation volumique est sur ce palier globalement inférieure à 4 %. On est donc à la fois dans le cadre de petites perturbations et de petites transformations.

Au début des essais, la pression de gaz dans les échantillons est en équilibre avec la pression atmosphérique. Cette valeur de pression de gaz reste ensuite imposée sur les bords des échantillons durant tout l'essai. Les variations de la pression de gaz sont donc faibles, notamment si on les compare aux variations de la pression d'eau. On supposera donc ici que les variations de pression du gaz sont négligeables, autrement dit, que la pression de gaz est constante et égale à la pression atmosphérique durant tout l'essai. La diffusion relative de la vapeur dans le gaz est également négligée.

Dès lors qu'un échantillon est soumis à de nouvelles conditions d'humidité, son évolution est suivie en le pesant régulièrement. Lorsque son poids n'évolue plus, on considère expérimentalement que l'échantillon est à l'équilibre. Cette démarche expérimentale suppose donc que les déformations suivent la même cinétique que la pression d'eau. Cette hypothèse est conservée pour le problème analytique.

Soient  $\varepsilon$  la déformation volumique d'un volume infinitésimal de notre échantillon,  $d\Omega$ , et  $p_l$  la pression de l'eau contenue dans ce volume. Le comportement étant linéaire, on considère donc que :

$$\varepsilon = \alpha(p_l - p_{l_0}) \quad (1)$$

Où  $\alpha$  est un coefficient constant, propre à chaque essai, déterminé grâce aux mesures et aux conditions de l'essai :

- A l'état initial, la pression d'eau est égale à  $p_{l_0}$  et la déformation est nulle.
- A la fin de l'essai, lorsque l'échantillon est à nouveau à l'équilibre, la pression d'eau est égale à la valeur indirectement imposée grâce à  $h_r$ , soit  $p_{l_{imp}}$ .

Les échantillons évoluent à volume libre. La seule sollicitation imposée ici est la pression d'eau. A l'équilibre finale, la déformation est donc homogène dans tout l'échantillon. La déformation finale des échantillons,  $\varepsilon_\infty$ , étant mesurée, l'équation 1 s'écrit alors :

$$\varepsilon = \frac{\varepsilon_\infty}{p_{l_{imp}} - p_{l_0}} (p_l - p_{l_0}) \quad (2)$$

Enfin, on fera l'hypothèse classique que la loi de Darcy est représentative de la conduction de l'eau liquide dans le milieu poreux. L'évolution de la masse d'un échantillon soumis à un incrément de pression capillaire est alors déterminée analytiquement grâce aux équations ci-dessous.

Soit  $m_l$  masse de l'eau liquide contenue dans  $d\Omega$ . Par définition, on a :

$$m_l = \rho_l \phi S_l$$

$$\text{Avec } S_l = S_l(p_c) \text{ et } \phi = \phi_0 + \varepsilon$$

(La température des essais est constante. Le seul paramètre élastique intervenant sur la courbe de désorption est donc la pression capillaire)

Dans le cadre de la linéarisation, cette relation devient :

$$m_l - m_{l_0} = \rho_l (S_{l_0} \varepsilon + \phi_0 S'_{l_0} (p_c - p_{c_0})) \quad (3)$$

$$\text{Avec } S'_{l_0} = \left. \frac{dS_l}{dp_c} \right|_{p_{c_0}}$$

Soit, en tenant compte des hypothèses :

$$S'_{l_0} = -\frac{S_{l_\infty} - S_{l_0}}{p_{l_{imp}} - p_{l_0}}$$

On a donc :

$$m_l - m_{l_0} = \rho_l \left( \frac{\phi_0 S_{l_\infty} - S_{l_0} (\phi_0 - \varepsilon_\infty)}{p_{l_{imp}} - p_{l_0}} \right) (p_l - p_{l_0}) \quad (4)$$

Les équations de conservation de la masse et de conduction fournissent les relations suivantes :

Conservation de la masse :

$$\text{INCORPORER } \frac{\partial}{\partial t} m_l = -\text{div}(\underline{w}_l) \quad (5)$$

Conduction (loi de Darcy) :

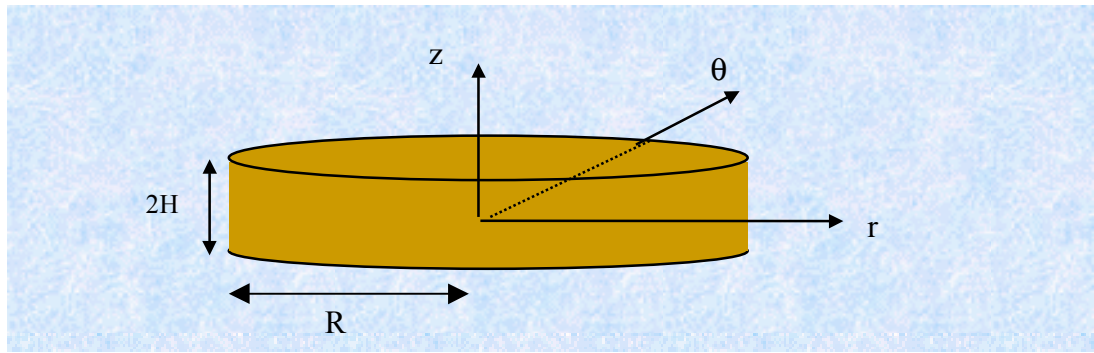
$$\frac{\underline{w}_l}{\rho_l} = -k_{l_0} \underline{\text{grad}} p_l \quad (6)$$

$\underline{w}_l$  représente le flux de masse d'eau liquide

Les équations (4), (5) et (6) permettent d'établir l'équation de diffusion :

$$\text{INCORPORER } \frac{\partial}{\partial t} p_l = \frac{p_{l_{imp}} - p_{l_0}}{(\phi_0 S_{l_\infty} - (\phi_0 - \varepsilon_\infty) S_{l_0})} k_{l_0} \Delta p_l \quad (7)$$





**Figure II.3. : Le problème analytique**

Le comportement étant linéaire, le temps caractéristique de diffusion dans la direction radiale et le temps caractéristique de diffusion dans la direction axiale sont ici inversement proportionnels à (respectivement)  $R^2$  et  $H^2$ .

On suppose que la perméabilité est une caractéristique isotrope. Le rayon,  $R$ , des échantillon est de l'ordre 20 mm et la demi-hauteur,  $H$ , de 5 mm. Dans le cadre de nos hypothèses (comportement linéaire et perméabilité isotrope), le temps caractéristique de diffusion dans la direction radiale est donc 16 fois supérieur au temps caractéristique de diffusion dans la direction axiale.

En première approximation, on supposera donc que le phénomène de désorption se produit principalement dans la direction axiale, autrement dit que :  $p_1 = p_1(z, t)$ .

Une solution approchée de notre problème est donc la solution de l'équation (8) :

$$\frac{\partial}{\partial t} p_1 = \frac{p_{1_{imp}} - p_{1_0}}{(\phi_0 S_{l_\infty} - (\phi_0 - \epsilon_\infty) S_{l_0})} k_{l_0} \frac{\partial^2}{\partial z^2} p_1 \quad (8)$$

### II.2.4.2. Solution

La recherche d'une solution à variables séparées conduit à une fonction de la forme :

$$p_l(z, t) = \sum_n V_n \cos(\omega_n z + \varphi_n) \times \exp(-D \omega_n^2 t) \quad (9)$$

$$\text{Avec } D = \frac{p_{l_{imp}} - p_{l_0}}{(\phi_0 S_{l_\infty} - (\phi_0 - \varepsilon_\infty) S_{l_0}) k_{l_0}} \geq 0$$

Où la suite  $(\omega_n)_{n \in \mathbb{N}}$  est une suite de nombres positifs.

Les constantes  $\{V_n, \omega_n, \varphi_n\}_{n \in \mathbb{N}}$  sont déterminées à l'aide des conditions aux limites et des conditions initiales.

Conditions aux limites :

En  $z = 0$ , le gradient de pression est nul par symétrie.

En  $z = H$ , la pression d'eau est imposée.

On a donc :

$$\text{- en } z = 0 : \frac{\partial}{\partial z} p_l = 0, \text{ soit } \sin(\varphi_n) = 0, \text{ d'où } \varphi_n = 0$$

- en  $z = H$  :  $p_l = p_{l_{imp}}$  . (9) s'écrivant également :

$$p_l(z, t) = V_0 + \sum_{n \geq 1} V_n \cos(\omega_n z) \times \exp(-D \omega_n^2 t),$$

D'où :

$$V_0 = p_{l_{imp}}$$

$$\cos(\omega_n H) = 0 \text{ avec } n \in \mathbb{N}^*, \text{ soit : } \omega_n = \frac{(2n-1)\pi}{2H} \quad n \geq 1$$

Condition initiale :  $p_1 = p_{1_0}$

$$D'où : \sum_{n \geq 1} V_n \cos\left(\frac{(2n-1)\pi}{2H} z\right) = p_{1_0} - p_{1_{imp}}$$

Dans cette égalité, le terme de gauche apparaît comme le développement en série de Fourier de la fonction  $f$ , paire, périodique, de période  $4H$ , égale à :

$$f(z) = \begin{cases} p_{1_0} - p_{1_{imp}} & z \in ]0, H [ \\ p_{1_{imp}} - p_{1_0} & z \in ]H, 2H [ \\ p_{1_{imp}} - p_{1_0} & z \in ]2H, 3H [ \\ p_{1_0} - p_{1_{imp}} & z \in ]3H, 4H [ \end{cases}$$

Il est alors possible, depuis la définition précédente de  $f$ , de recalculer les coefficients ( $f_n$ ) de son développement en série de Fourier, et de procéder à l'identification des  $\{V_n\}_{n \geq 1}$ .

Posons,  $u = \frac{\pi}{2H} z$ , on a alors :

$$f_n = \frac{1}{\pi} \int_{-\pi}^{\pi} f(u) \cos(nu) du = 4 \frac{p_{1_0} - p_{1_{imp}}}{n\pi} \sin\left(\frac{n\pi}{2}\right)$$

Soit :

$$p_{1_0} - p_{1_{imp}} = \sum_{n > 0} f_n \cos(nu) = \sum_{n > 0} \left\{ \left( 4 \frac{p_{1_0} - p_{1_{imp}}}{(2n-1)\pi} \sin\left(\frac{(2n-1)\pi}{2}\right) \right) \cos((2n-1)u) \right\}$$

D'où :

$$\forall n > 0, V_n = 4 \frac{p_{1_0} - p_{1_{imp}}}{(2n-1)\pi} \sin\left(\frac{(2n-1)\pi}{2}\right)$$

Finalement, l'expression cherchée pour la pression d'eau est :

$$p_l(z, t) = p_{l_{imp}} + \sum_n 4 \frac{p_{l_o} - p_{l_{imp}}}{(2n-1)\pi} \sin\left(\frac{(2n-1)\pi}{2} z\right) \cos(\omega_n z) \times \exp(-D \omega_n^2 t) \quad (10)$$

$$\text{Avec } \omega_n = \frac{(2n-1)\pi}{2H} \quad n \geq 1, \text{ et } D = \frac{p_{l_{imp}} - p_{l_o}}{(\phi_o S_{l_\infty} - (\phi_o - \varepsilon_\infty) S_{l_o})} k_{l_o}$$

Soit, pour  $m_l$  :

$$m_l - m_{l_o} = \rho_l (\phi_o S_{l_\infty} - (\phi_o - \varepsilon_\infty) S_{l_o}) \times \left[ 1 - \sum_n \frac{4}{(2n-1)\pi} \sin\left(\frac{(2n-1)\pi}{2} z\right) \cos(\omega_n z) \times \exp(-D \omega_n^2 t) \right]$$

Soient  $M_o$  la masse initiale de l'échantillon et  $M(t)$  sa masse à l'instant  $t$ , alors :

$$M(t) = M_o + 2\pi R_o^2 \int_0^{H_o} (m_l(z, t) - m_{l_o}) dz$$

$$M(t) = M_o + \left[ \rho_l V_o (\phi_o S_{l_\infty} - (\phi_o - \varepsilon_\infty) S_{l_o}) \times \left( 1 - \sum_{n \geq 1} \frac{8}{(2n-1)^2 \pi^2} \times \exp\left(-k_{l_o} \frac{(2n-1)^2 \pi^2}{4H^2} \frac{(p_{l_{imp}} - p_{l_o})}{(\phi_o S_{l_\infty} - (\phi_o - \varepsilon_\infty) S_{l_o})} t\right) \right) \right]$$

(11)

## **PARTIE II**

### **Perméabilité à l'eau dans le domaine non saturé**

#### II.1. Introduction

#### II.2. Evaluation de la perméabilité à l'eau

→ Notations

→ Principe général de la méthode proposée

→ Le protocole expérimental

→ Le problème analytique

→ Hypothèses et équations

→ Solution

#### II.3. Application à l'argile FoCa 7

#### II.4. Comparaison avec les données bibliographiques

### II.3. APPLICATION : PERMEABILITE A L'EAU DE L'ARGILE FOCA 7

Pour chaque échantillon,  $k_{l_0}$  est déterminée en identifiant graphiquement l'évolution de la masse de l'échantillon suivie expérimentalement à la cinétique (paramétrée par  $k_{l_0}$ ) calculée analytiquement.

Quelques uns des résultats obtenus sont représentés sur les figures II.4, II.5 et II.6. Sur ces figures, les valeurs expérimentales sont représentées par des points et les cinétiques calculées analytiquement par des traits continus ou discontinus.

(Remarque : La masse représentée sur les graphes est celle de l'échantillon et de la nacelle dans laquelle il se trouve dans le dessiccateur. Ces nacelles sont en plastique et pèsent environ 10g.)

Pour l'ensemble des expériences, les valeurs de  $k_{l_0}$  sont résumées dans le tableau II.1.

$h_r$ en %	$p_c$ en MPa	$k_{l_0}$ en $m^2/(Pa.s)$
[ 6.6 - 11.1 ]	[ 296.4 – 367.1 ]	$3.10^{-21}$
[ 18.6 – 23.1 ]	[ 197.8 – 227.0 ]	$8.10^{-21}$
[ 23.1 – 33.0 ]	[ 149.6 – 197.9 ]	$1,5.10^{-20}$
[ 33.0 – 43.2 ]	[ 113.5 – 149.6 ]	$2.10^{-20}$
[ 43.2 – 59.1 ]	[ 70.9 – 113.5 ]	$2,5.10^{-20}$
[ 59.1 – 69.9 ]	[ 48.4 – 70.9 ]	$4.10^{-20}$
[ 69.9 – 72.5 ]	[ 43.8 – 48.4 ]	$5.10^{-19}$
[ 72.5 – 75.4 ]	[ 38.6 – 43.4 ]	$5.10^{-20}$
[ 75.4 – 79.2 ]	[ 31.4 – 38.1 ]	$7.10^{-20}$
[ 79.2 – 81.8 ]	[ 27.2 – 31.4 ]	$7.10^{-20}$
[ 81.8 – 85.1 ]	[ 21.7 – 27.2 ]	$6.10^{-20}$
[ 85.1 – 90.7 ]	[ 13.2 – 21.7 ]	$6.10^{-20}$
[ 90.7 – 93.2 ]	[ 9.5 – 13.2 ]	$9.10^{-19}$
[ 93.2 – 97.9 ]	[ 2.8 - 9.5 ]	$1.10^{-19}$

Tableau II.1 :  $k_l(p_c)$

Exemples de résultat :

- Echantillon 1539 iE

Conditions expérimentales :

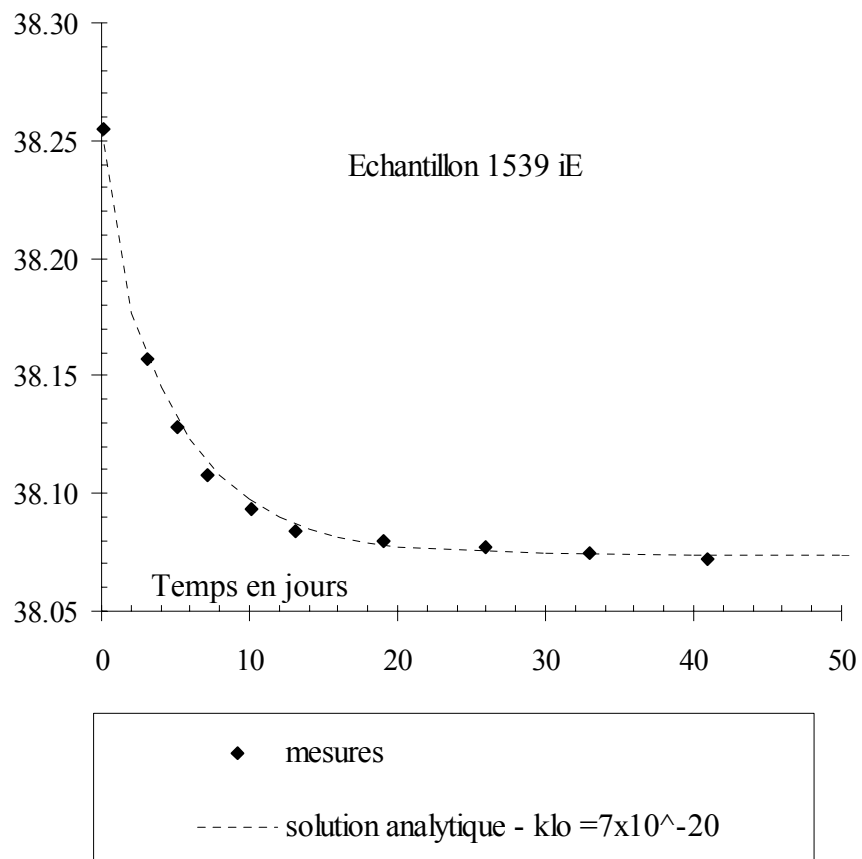
$$h_{r_0} = 81.77 \% \text{ soit } p_{l_0} = 27.2 \text{ MPa}$$

$$h_{r_{\text{imp}}} = 79.23 \% \text{ soit } p_{l_{\text{imp}}} = 31.4 \text{ MPa}$$

Valeurs considérées pour  $M_0$ ,  $\epsilon_\infty$ ,  $S_{l_0}$ ,  $S_{l_\infty}$  :

$M_0$	$\epsilon_\infty$	$S_{l_0}$	$S_{l_\infty}$
38.255	-1,9 %	76.6 %	77,2 %

Masse (échantillon + tare) en g



**Figure II.4. : Evolution de la masse de l'échantillon 1539 iE. Mesures expérimentales et solution analytique.**

- Echantillon 1541 iA

Conditions expérimentales :

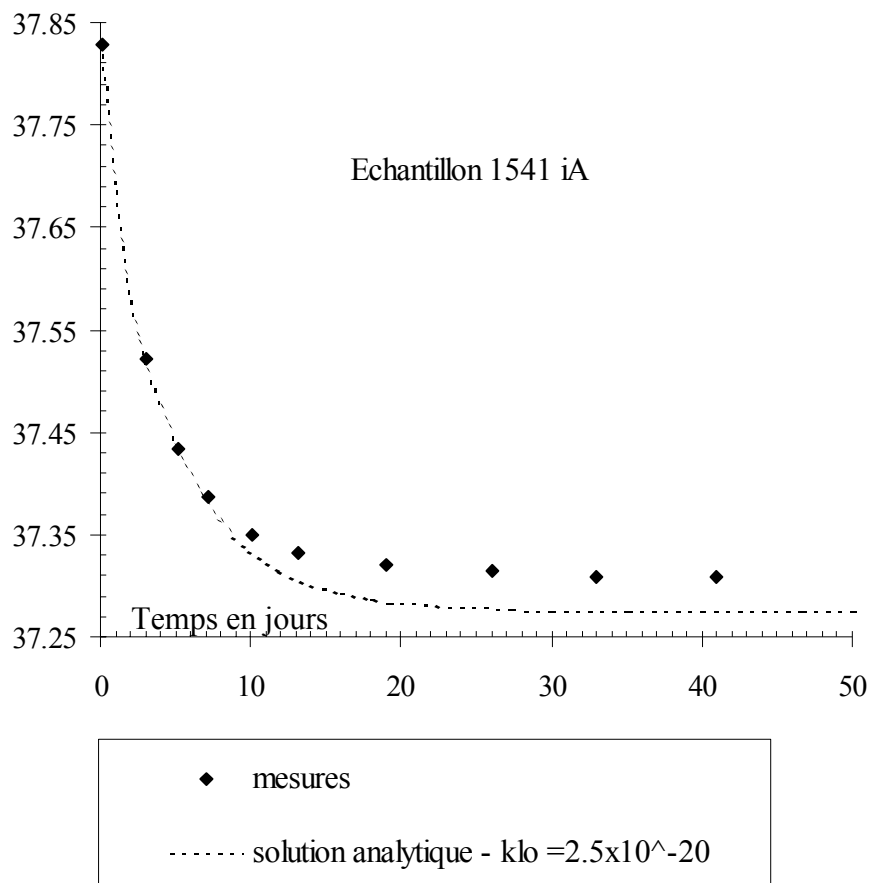
$$h_{r_0} = 59.14 \% \text{ soit } p_{l_0} = 70.9 \text{ MPa}$$

$$h_{r_{imp}} = 43.16 \% \text{ soit } p_{l_{imp}} = 113.5 \text{ MPa}$$

Valeurs considérées pour  $M_0$ ,  $\epsilon_\infty$ ,  $S_{l_0}$ ,  $S_{l_\infty}$  :

$M_0$	$\epsilon_\infty$	$S_{l_0}$	$S_{l_\infty}$
37.829	-3.3 %	69.3%	64.5 %

Masse (échantillon + tare) en g



**Figure II.5. : Evolution de la masse de l'échantillon 1541 iA. Mesures expérimentales et solution analytique.**



- Echantillon 1540 iK

Conditions expérimentales :

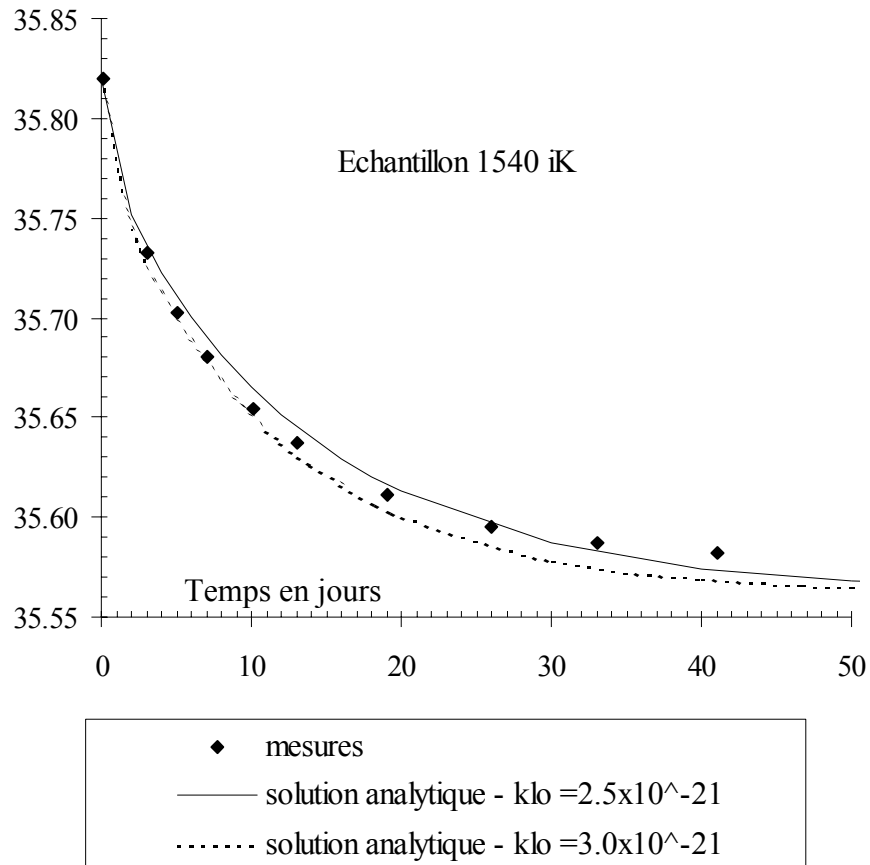
$$h_{r_0} = 11.14 \% \text{ soit } p_{l_0} = 296 \text{ MPa}$$

$$h_{r_{imp}} = 6.61 \% \text{ soit } p_{l_{imp}} = 367 \text{ MPa}$$

Valeurs considérées pour  $M_0$ ,  $\epsilon_\infty$ ,  $S_{l_0}$ ,  $S_{l_\infty}$  :

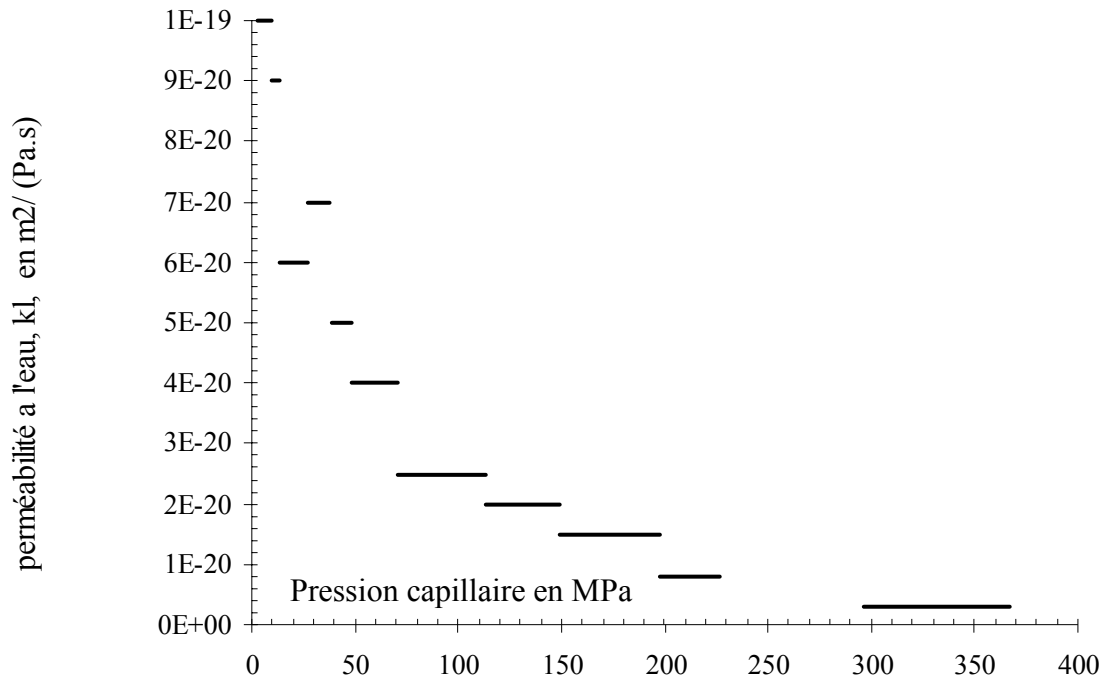
$M_{l_0}$	$\epsilon_\infty$	$S_{l_0}$	$S_{l_\infty}$
35.820	-1.4 %	34,8 %	29.8 %

Masse (échantillon + tare) en g



**Figure II.6. : Evolution de la masse de l'échantillon 1540 iK. Mesures expérimentales et solution analytique.**

L'évolution de la perméabilité en fonction de la pression capillaire est représentée sur la figure II.7.



**Figure II.7. :  $k_l(p_c)$ , valeur obtenue grâce aux mesures expérimentales et à la solution analytique.**

La longueur des segments correspond à l'intervalle  $[p_{c_0}, p_{c_{imp}}]$  de chaque expérience.

Remarque sur le rôle de l'air sec et de la vapeur :

Ces résultats ont été obtenus sous les hypothèses que la pression de gaz était constante et égale à la pression atmosphérique, et que la diffusion de la vapeur dans le gaz était négligeable.

Parallèlement à la solution analytique présentée ici, un autre calcul a été mené en prenant en compte la participation de l'air et de la vapeur, c'est-à-dire en considérant deux équations supplémentaires : une équation de Darcy pour l'écoulement du gaz (air sec + vapeur) et une équation de Fick pour le mouvement relatif de la vapeur dans l'air. Les résultats obtenus alors pour  $k_{l_0}$  sont identiques à ceux obtenus lorsque l'on néglige la contribution de l'air et de la vapeur.

## **PARTIE II**

### **Perméabilité à l'eau dans le domaine non saturé**

#### II.1. Introduction

#### II.2. Evaluation de la perméabilité à l'eau

→ Notations

→ Principe général de la méthode proposée

→ Le protocole expérimental

→ Le problème analytique

→ Hypothèses et équations

→ Solution

#### II.3. Application à l'argile FoCa 7

II.4. Comparaison avec les données bibliographiques
---

## II.4. COMPARAISON AVEC LES DONNEES BIBLIOGRAPHIQUES

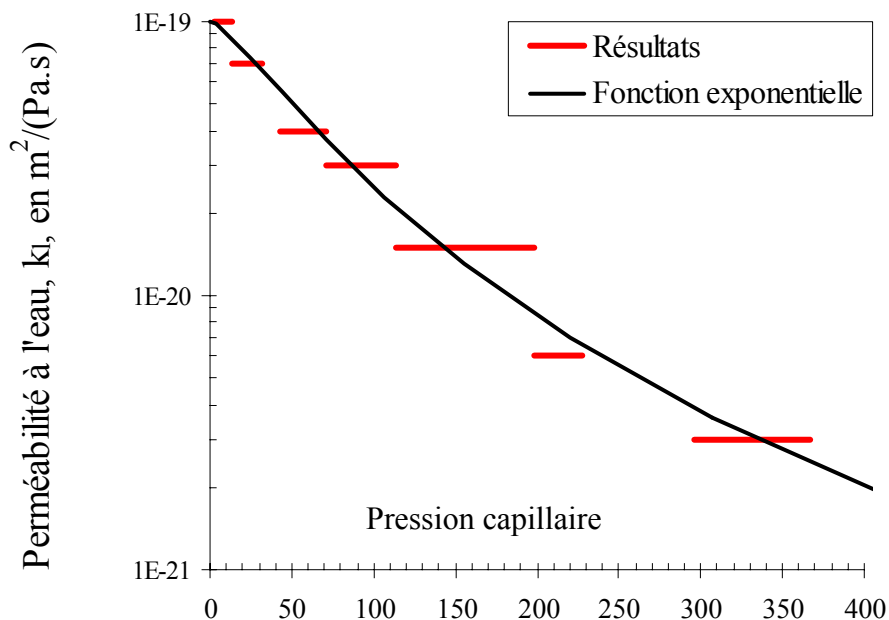
Nos données sont comparées aux valeurs mesurées par Imbert et Landoas par gammadensimétrie (Imbert 1994). Globalement nos valeurs de perméabilité sont dix fois plus faibles que celles déterminées par Imbert et Landoas. Cet écart s'explique aisément par la différence de densité sèche des échantillons ( $\rho_d \approx 1,8 \text{ g/cm}^3$  pour nos essais et  $1,4 \text{ g/cm}^3$  pour leur essai). Ces résultats sont donc compatibles.

Si l'on prolonge par continuité les résultats obtenus jusqu'à la saturation, par une fonction exponentielle de la forme :

$$k_l = \frac{A}{\left(1 + \left(\frac{p_c}{B}\right)^n\right)^m}$$

On trouve  $A = 10^{-19} \text{ m}^2/(\text{Pa.s})$ ,  $B = 100 \text{ MPa}$ ,  $n = 1.3$  et  $m = 2$ .  
(Résultats et fonction sont représentés sur la figure II.8.)

A la saturation, la perméabilité calculée par ce prolongement est de  $10^{-19} \text{ m}^2/(\text{Pa.s})$



**Figure II.8. : Prolongement jusqu'à la saturation, par une fonction exponentielle des valeurs de  $k_l$  obtenues pour  $p_c > 3 \text{ MPa}$ .**

Cet ordre de grandeur ( $10^{-19} \text{ m}^2/(\text{Pa.s})$ ) est très éloigné de l'ordre de grandeur des perméabilités mesurées à la saturation par Dardaine et Plas (de l'ordre de  $10^{-16} \text{ m}^2/(\text{Pa.s})$ ). Plusieurs hypothèses sont envisageables pour expliquer cet écart, dont :

- un brusque changement de comportement dû à l'approche de la saturation et au contact direct avec l'eau liquide
- l'influence des contraintes mécaniques (évolution à volume libre pour les mesures dans le domaine non saturé / tassement ou volume bloqué pour les mesures à la saturation) et de la pression d'injection de l'eau pour les essais à la saturation.

En conclusion, on a donc que les valeurs établies par gammadensimétrie sont en accord avec celles que nous avons obtenues, ce qui vient valider la méthode proposée. Par contre l'écart entre ces résultats et ceux à la saturation soulève un certain nombre de questions, notamment sur ce qui se passe entre  $S_1 = 0.8$  et la saturation. Dans cet intervalle, la méthode proposée ici n'est pas applicable (à moins de se placer dans des conditions expérimentales qui permettent de négliger les déformations) car à l'approche de la saturation, les échantillons sont trop malléables pour que l'on puisse mesurer leur volume sans les endommager. La méthode proposée par Vicol (voir paragraphe II.2.2) est donc une perspective intéressante à envisager pour déterminer l'évolution de la perméabilité dans ce domaine ( $0.8 \leq S_1 \leq 1$ ).

## **PARTIE III**

### **Simulations numériques et essai in situ**

## **PARTIE III**

### **Simulations numériques et essai in situ**

III.1. Introduction

III.2. L'essai Ophélie

III.3. Résultats expérimentaux

III.4. Simulations numériques

III.5. Comparaison des résultats

### **III.1. INTRODUCTION**

Les paramètres principaux du comportement de l'argile FoCa 7, à savoir, la courbe de sorption/ désorption et la perméabilité à l'eau, étant maintenant relativement bien établis, la modélisation du comportement, jusque là développée dans le cadre d'expériences en laboratoire, est appliquée aux essais réalisés à l'échelle des (éventuels) futurs ouvrages de stockage.

Les simulations numériques présentées dans cette partie reprennent la géométrie et les conditions expérimentales d'essais menés par le GIE Praclay.

Le projet Praclay est une démonstration préliminaire de la faisabilité des concepts de stockage développés en Belgique pour les déchets de haute activité. L'expérience principale de ce projet est la réalisation d'une galerie souterraine de stockage semblable à celles envisagées en Belgique. Pour préparer cette expérience in situ, une maquette (nommée Ophélie) est préalablement construite en surface. Elle simule à l'échelle 1 une portion d'une galerie de stockage de déchets radioactifs en phase d'exploitation.

Le but de cette prémaquette est de :

- vérifier les étapes de construction de la B.O. et de saturation en eau de la structure,
- tester l'instrumentation et divers composants du concept (tube d'enfouissement, béton, claveaux...)
- vérifier les systèmes et les procédures d'hydratation et de chauffage.

De décembre 1997, date à partir de laquelle la B.O. a été hydratée, à décembre 2000, l'évolution de la maquette a pu être suivie grâce aux différents capteurs répartis dans la B.O. et sur la structure externe. C'est sur ces trois premières années de la vie de cette maquette (toujours en fonctionnement) que portent nos simulations numériques. L'objectif ici est de comparer l'état de saturation de la barrière, déterminé expérimentalement à partir du volume d'eau injecté, au profil de saturation prédit numériquement. Les calculs numériques sont réalisés à l'aide du programme thermohydraulique écrit par P. Dangla. Dans ces calculs, la B.O. est considérée indéformable et le comportement est supposé réversible.

Remarque : l'objectif principal de l'essai Ophélie n'étant pas de fournir des données expérimentales pour évaluer la pertinence des outils numériques, la modélisation de cet essai a nécessité un certain nombre de simplifications ou d'approximations tant au niveau des conditions expérimentales que des caractéristiques prises pour le matériau



B.O.. De ce fait, les résultats des simulations numériques présentés ici respectivement à l'essai Ophélie ne sont à considérer que comme une première approche de ce que la modélisation et la réalisation d'essai à l'échelle 1 pourraient apporter au développement des concepts de stockage.

## **PARTIE III**

### **Simulations numériques et essai in situ**

III.1. Introduction

III.2. L'essai Ophélie

III.3. Résultats expérimentaux

III.4. Simulations numériques

III.5. Comparaison des résultats

## III.2. L'ESSAI OPHELIE

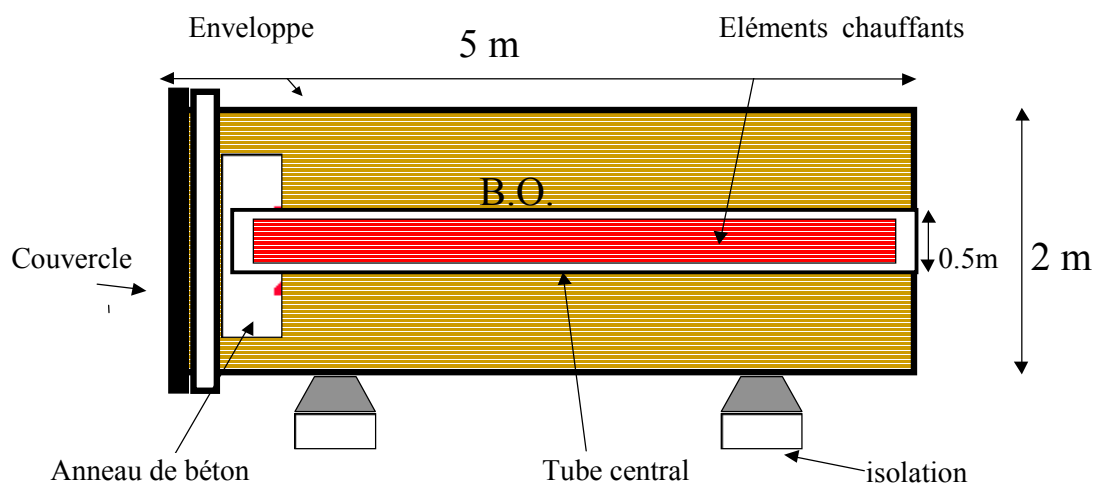
### III.2.1. La maquette

La maquette se compose d'une structure métallique cylindrique creuse de 5m de long, à l'intérieur de laquelle la B.O. est enfermée. La structure métallique comprend un tube métallique de 2 m de diamètre intérieur, au centre duquel est placé un second tube en inox (aussi appelé tube central), de 0.5 m de diamètre extérieur. Les extrémités de la structure sont fermées par des couvercles métalliques. L'ensemble repose horizontalement sur une assise en béton isolée du sol par du bois. (voir figure III.1).

La barrière d'argile, placée entre les deux tubes, est formée de briques gironnées. Au niveau de sa section, la B.O. comprend trois couronnes de briques concentriques. L'épaisseur des briques (dans l'axe de la maquette) est d'environ 13 cm. L'hydratation au niveau de la surface latérale extérieure de la B.O. est assurée par 16 tubes poreux en acier inoxydable. Ces tubes sont répartis tout autour de la B.O. parallèlement à l'axe de la maquette.

La chaleur dégagée par les colis est quant à elle simulée par des résistances électriques installées à l'intérieur du tube central (figure III.1).

Remarque : Les résistances permettent le contrôle du flux de chaleur imposé et non de la température.

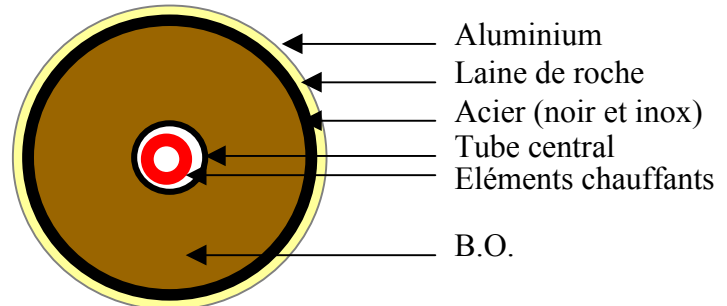


**PRACLAY: maquette OPHELIE**

*Figure III.1. : Schéma de la maquette OPHELIE (schéma fourni par C. Gatabin).*

Par rapport à la température qui règne dans le hall d'essais, la maquette est isolée grâce à de la laine de roche. Si on considère une section de la maquette, on va successivement rencontrer les couches suivantes (en allant de l'extérieur vers le centre de la maquette) :

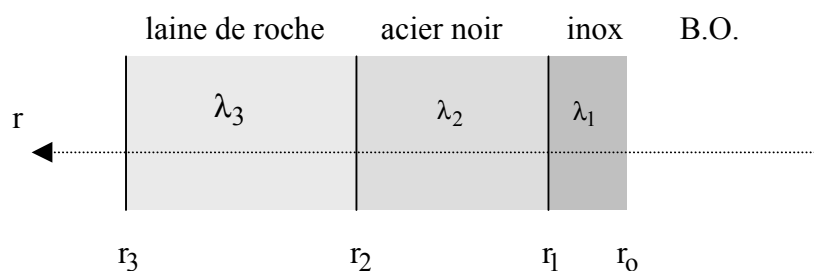
- une enveloppe d'aluminium,
- 60 mm de laine de roche,
- 55 mm d'acier noir,
- 5 mm d'acier inox
- la B.O.,
- le tube central en inox
- (- et, les résistances chauffantes).



Au niveau du diamètre extérieur de la B.O., il est donc important de prendre en compte l'isolation, par la laine de roche, dans le calcul de la conductivité thermique de l'enveloppe externe (laine de roche + acier noir + acier inox, la couche d'aluminium de très faible épaisseur est négligée).

Soient  $r_0$ ,  $r_1$ ,  $r_2$  et  $r_3$  les valeurs de  $r$  entre lesquelles sont comprises les couches d'acier et de laine de roche, de conductivité thermique respective,  $\lambda_1$ ,  $\lambda_2$  et  $\lambda_3$ , la conductivité thermique équivalente de l'enveloppe externe,  $\lambda_T$ , est alors donnée par la relation :

$$\lambda_T = \left[ \frac{1}{\lambda_1} \ln\left(\frac{r_1}{r_0}\right) + \frac{1}{\lambda_2} \ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right) + \frac{1}{\lambda_3} \ln\left(\frac{r_3}{r_2}\right) \right]^{-1}$$



Application numérique :

$$r_0 = 1000 \text{ mm}, r_1 = 1005 \text{ mm}, r_2 = 1060 \text{ mm}, r_3 = 1120 \text{ mm}$$

$$\lambda_1 = 16 \text{ W/(m.K)}, \lambda_2 = 50 \text{ W/(m.K)}, \lambda_3 = 0.05 \text{ W/(m.K)}.$$

$$\lambda_T \approx 0.9 \text{ W/(m.K)}.$$

### III.2.2. Le matériau B.O.

- **Composition**

Les briques utilisées pour la B.O. sont constituées d'un mélange d'argile FoCa (similaire à FoCa 7), de sable et de graphite. Le mélange est ainsi moins gonflant que l'argile FoCa, conduit mieux la chaleur et possède des propriétés hydriques semblables à celles de l'argile.

Les proportions, massiques, du mélange sont de 60% d'argile FoCa, 35% de sable et 5% de graphite. L'argile, sous forme de poudre, est tout d'abord mélangée au sable et au graphite. Le mélange est ensuite compacté uniaxialement (à 60 MPa) dans des moules pour la fabrication des briques.

- **Densités**

Avec une masse volumique de grains de  $2.64 \text{ g/cm}^3$  pour l'argile FoCa, de  $2.65 \text{ g/cm}^3$  pour le sable et de  $2.09 \text{ g/cm}^3$  pour le graphite, la masse volumique de la partie solide du mélange est de  $2.62 \text{ g/cm}^3$ .

La densité sèche des briques est d'environ  $2.1 \text{ g/cm}^3$  et la teneur en eau initiale de 7.7%. La porosité initiale est de 19.6% et le degré de saturation initial de l'ordre de 83% (Verstricht 1999).

- **Conductivité thermique**

La conductivité thermique mesurée en laboratoire sur des morceaux de briques,  $\lambda_b$ , est de l'ordre de  $2.5 \text{ W/(m.K)}$  (Gatabin 1999). Cependant des premiers calculs présentés dans (Dereeper 2000) montrent que la conductivité thermique de la B.O. est nettement supérieure à cette valeur ( $4 \text{ W/(m.K)}$ ). L'hypothèse émise pour expliquer cette différence est la présence de films d'eau entre les briques qui viendraient augmenter la conductivité thermique de l'ensemble.

Pour les calculs numériques, on considèrera donc que la conductivité thermique de la B.O. est de  $4 \text{ W/(m.K)}$ , ce qui équivaut à considérer une conductivité thermique (virtuelle) pour la partie solide du mélange,  $\lambda_s$  de l'ordre de  $8 \text{ W/(m.K)}$ .

(On utilise la relation :  $\lambda_b(S_l) = \lambda_s^{(1-\phi)} \lambda_l^{\phi \cdot S_l} \lambda_g^{\phi(1-S_l)}$

avec  $\lambda_b = 4 \text{ W/(m.K)}$ ,  $\lambda_l = 0.6 \text{ W/(m.K)}$ ,  $\lambda_g = 0.026 \text{ W/(m.K)}$ ,  $\phi = 19,6\%$  et  $S_l = 83\%$ , on obtient :  $\lambda_s \approx 8 \text{ W/(m.K)}$

$\lambda_l$  est la conductivité thermique de l'eau et  $\lambda_g$  celle du gaz.)

- **Courbe de sorption**

La courbe de sorption considérée dans les calculs numériques s'appuie sur les résultats ( voir partie I) obtenus pour l'argile FoCa 7 lorsqu'elle est compactée entre 30 et 60 MPa.

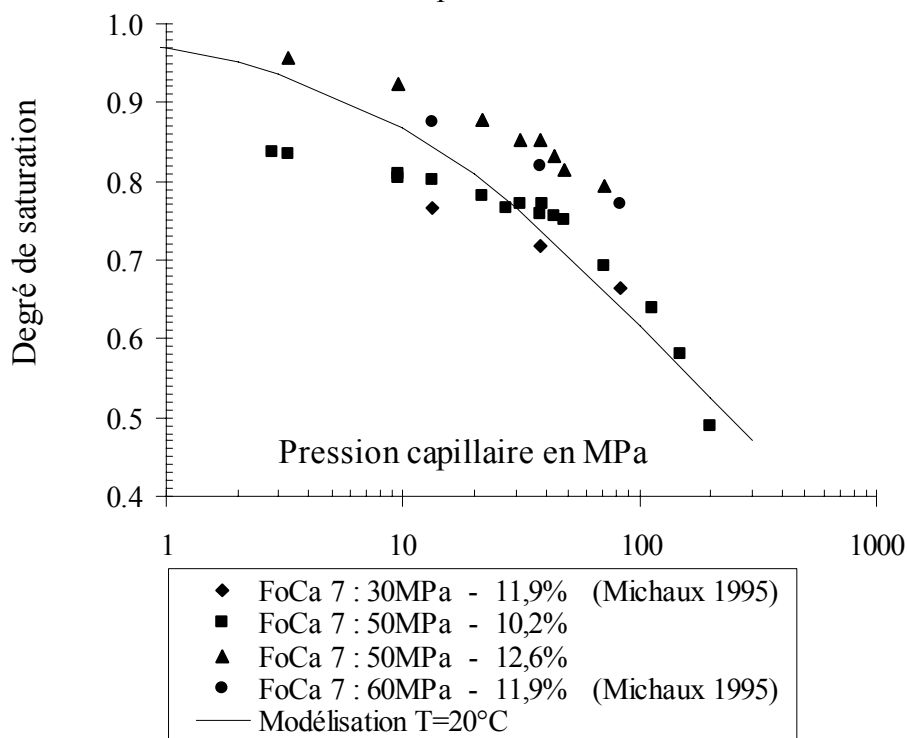
Le modèle utilisé est le modèle de Brutsaert (Bear 1986) modifié de façon à prendre en compte l'influence de la température :

$$S_1 = \left( 1 + \left( \frac{p_c}{A(1 - \alpha(T - T_0))} \right)^n \right)^{-m}$$

Avec  $A= 50 \text{ MPa}$ ,  $n= 0.7$ ,  $m= 0.5$  et  $\alpha= 0.5 \times 10^{-2} \text{ k}^{-1}$  et  $T_0=293 \text{ K}$ .

La figure III.2 représente :

- les mesures obtenues à 20°C sur des échantillons d'argile FoCa 7 compactés avec différentes pression de compactage (30, 50 ou 60 MPa) et différentes teneur en eau initiale (10.2 %, 11.9 % ou 12.6%)
- la modélisation choisie à 20°C pour la B.O.



**Figure III.2. : Isothermes de sorption de l'argile FoCa 7 à 20°C (résultats expérimentaux pour différentes valeurs de pression de compactage (30, 50 ou 60 MPa) et teneur en eau initiale (10.2, 11.9 ou 12.6 %) et isotherme choisie à 20°C pour la B.O.**

- **Perméabilité à l'eau**

Les mesures réalisées par C. Gatabin (Gatabin 1999) montrent que l'influence de la température (entre 20°C et 120°C) sur la perméabilité à la saturation correspond à l'influence de la température sur la viscosité de l'eau. A température ambiante, la perméabilité des briques à la saturation est de  $10^{-17} \text{ m}^2/(\text{Pa.s})$ .

La courbe de perméabilité relative,  $k_{rl}$ , utilisée dans les calculs numériques a été établie d'après les résultats exposés dans la deuxième partie du mémoire, et du modèle suivant :

$$k_{rl} = \left( 1 + \left( \frac{p_c}{A} \right)^n \right)^{-m} \quad \text{Avec } A=100 \text{ MPa, } n=1.5 \text{ et } m=2.$$

Remarque : Les résultats obtenus pour l'argile FoCa 7 (partie II) ont été multipliés par  $5.10^{20} \text{ Pa.s/m}^2$  afin de les ramener à la dimension d'une perméabilité relative et à des valeurs allant de 0 à 1.

- **Perméabilité au gaz**

La fonction choisie pour représenter la perméabilité relative au gaz est la suivante :

$$k_{rg} = (1 - S_l)^2 (1 - S_l^{5/3}).$$

Compte tenu de la perméabilité intrinsèque,  $k_{int} = 10^{-20} \text{ m}^2$ , et de la viscosité dynamique du gaz,  $\mu_g$  (voir ci dessous), pour  $S_l$  variant de 83% à 100%, la perméabilité au gaz,  $k_g$ , varie de  $4. 10^{-18} \text{ m}^2/(\text{Pa.s})$  à zéro.

$$k_g = \frac{k_{rg}}{\mu_g} k_{int}$$

- **Viscosités**

A 20°C, les viscosités dynamiques considérées dans les calculs sont de  $10^{-3} \text{ Pa.s}$  pour l'eau liquide et de  $1.8. 10^{-5} \text{ Pa.s}$  pour le gaz.

- **Coefficient de Fick**

Enfin, la diffusion de la vapeur d'eau dans l'air sec est prise en compte dans les simulations par l'intermédiaire du coefficient de Fick. L'expression de ce coefficient est celle établie par Mainguy dans (Mainguy 1999) :

$$F = 0.217 \times 10^{-4} \times \phi_g \times \frac{p_{atm} \times p_g}{p_v \times p_a} \times \left( \frac{T}{293} \right)^{1.88}$$





### III.2.3. L'essai

Lorsque la B.O. est mise en place dans la structure métallique, elle n'est pas en contact avec les parois de la structure. Pour accélérer la resaturation et favoriser le contact B.O./ structure, les vides restant sont remplis d'eau. Durant ce remplissage, l'air peut s'échapper par un événement. Une fois que les vides sont remplis d'eau, la structure est fermée. L'expérience commence.

Remarque : L'efficacité de ce remplissage d'eau initial a été vérifiée sur une maquette semblable à la maquette Ophélie. Deux mois après la mise en place de la B.O. et le remplissage d'eau, Dardaine et Gatabin observent lors du démontage de la prémaquette que la B.O. est en contact avec les parois de la structure (Dardaine 1996). Le gonflement a été suffisant pour combler le jeu radial de 3,8 cm entre la B.O. et les parois de la structure.

Les sollicitations appliquées lors de l'essai à la barrière sont résumées ci-dessous, dans l'ordre chronologique :

- 2 décembre 1997* : remplissage d'eau (quantité d'eau injectée  $\approx$  1600 L).  
Début de l'essai : mise en route du système d'hydratation, la pression d'injection de l'eau est fixée à 1 MPa.
- 2 juin 1998* : mise en route du chauffage au niveau du tube central. Le flux de chaleur est fixé à 450 W/m.
- 4 novembre 1998* : mise en place d'un dispositif de contrôle de la température au niveau de l'enveloppe externe. La consigne est de 90°C.
- 23 novembre 1998* : La consigne extérieure est portée à 97°C.
- 18 janvier 2000* : 2200 L d'eau ont été injectés dans la maquette. En tenant compte des vides initiaux ( $\approx$  7,5% du volume total) et de la porosité des briques, la B.O. est saturée à environ 97% (information C. Gatabin).

Remarques :

- 1- Fin 1998, des fuites d'eau par les gaines des câbles des jauges de contraintes internes ont été observées.
- 2- Durant la phase de remplissage d'eau qui suit la mise en place de la B.O., le gaz a la possibilité de s'échapper grâce à un événement sur la partie supérieure de la structure. Par la suite cette ouverture est refermée. Le gaz est ensuite évacué au cours de purges occasionnelles.

3- Le contrôle de la température au niveau de l'enveloppe externe a été mis en place pour s'affranchir des variations dues au refroidissement saisonnier de la température dans le hall.

## **PARTIE III**

### **Simulations numériques et essai in situ**

III.1. Introduction

III.2. L'essai Ophélie

III.3. Résultats expérimentaux

III.4. Simulations numériques

III.5. Comparaison des résultats

### III.3. RESULTATS EXPERIMENTAUX

Sur l'évolution de l'état de saturation de la B.O., l'information dont on dispose concerne le volume d'eau global injecté dans la barrière. Les résultats communiqués à ce sujet par le CEN-SCK sont présentés sur la page suivante, figure III.4. Un premier calcul avait établi à 98,2 % le degré de saturation global de la B.O.. Certaines corrections ont depuis été faites sur ce calcul et conduisent à un degré de saturation plus faible, aux alentours de 97%.

L'autre information concernant l'état de la B.O. est sa température. L'emplacement des thermocouples et les variations de température enregistrées sont représentés sur la figure III.5. Les profils obtenus reflètent bien les différentes sollicitations imposées : Début juin, le chauffage est activé au niveau du tube central, la température commence à augmenter. Fin Août, début septembre, la température qui commençait à se stabiliser, diminue suite au refroidissement de la température dans le hall d'essais. Cette diminution se poursuit jusqu'au début du mois de novembre, c'est-à-dire jusqu'à la mise en place du dispositif de contrôle de la température (la température est alors fixée à 90°C). Juste après le 21 novembre, les différents profils montrent une augmentation brutale de la température, ce qui correspond au changement de consigne le 23 novembre : la température extérieure fixée initialement à 90°C a été augmentée à 97°C.

Suite au flux de chaleur imposé au niveau du tube central et à la température imposée sur la paroi externe, la différence de température dans la B.O. entre ces deux extrémités (rayon interne et rayon externe) est relativement faible :  $\Delta T=20^{\circ}\text{C}$ .

### Degré de saturation de la B.O. (volume d'eau injecté).

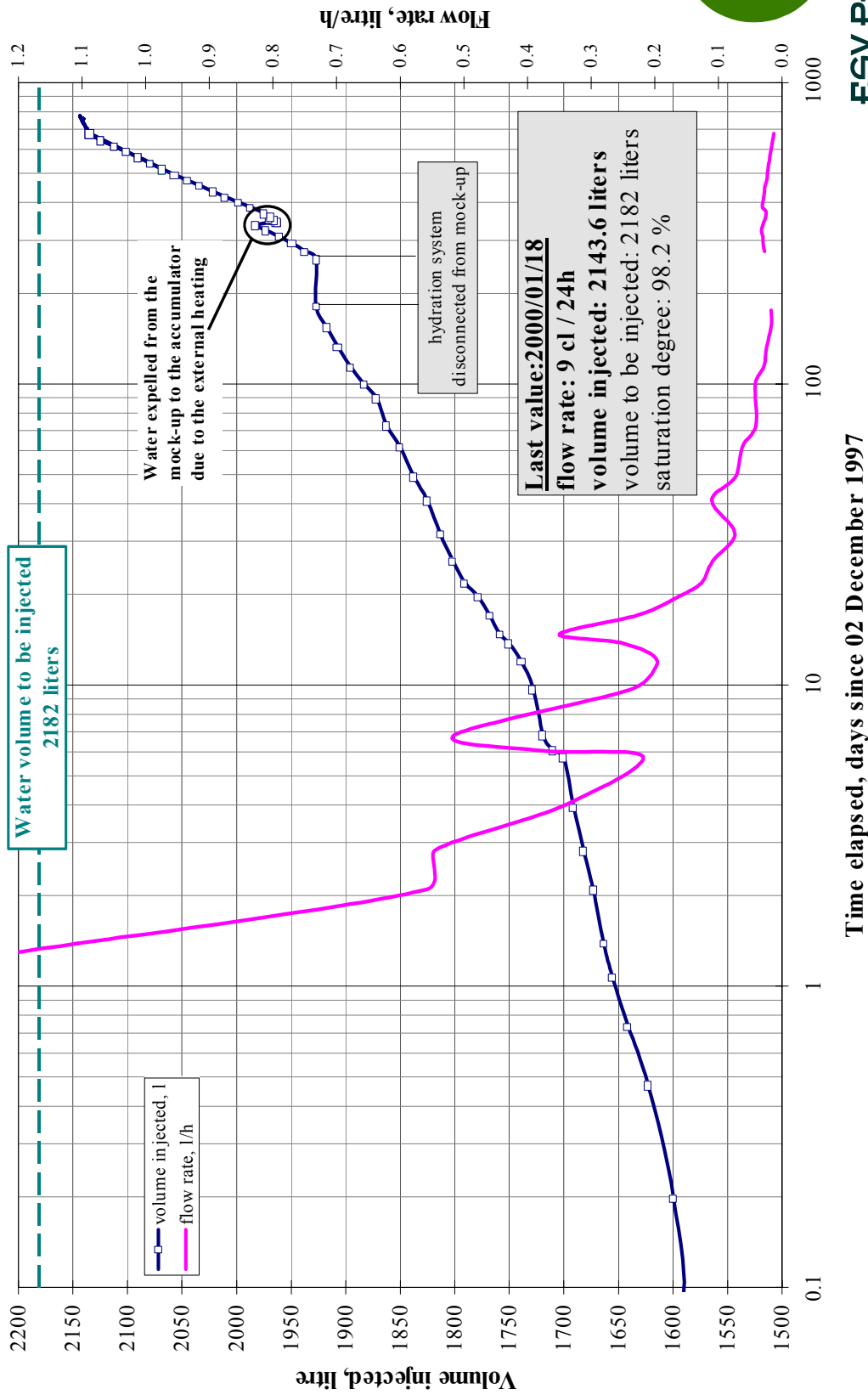
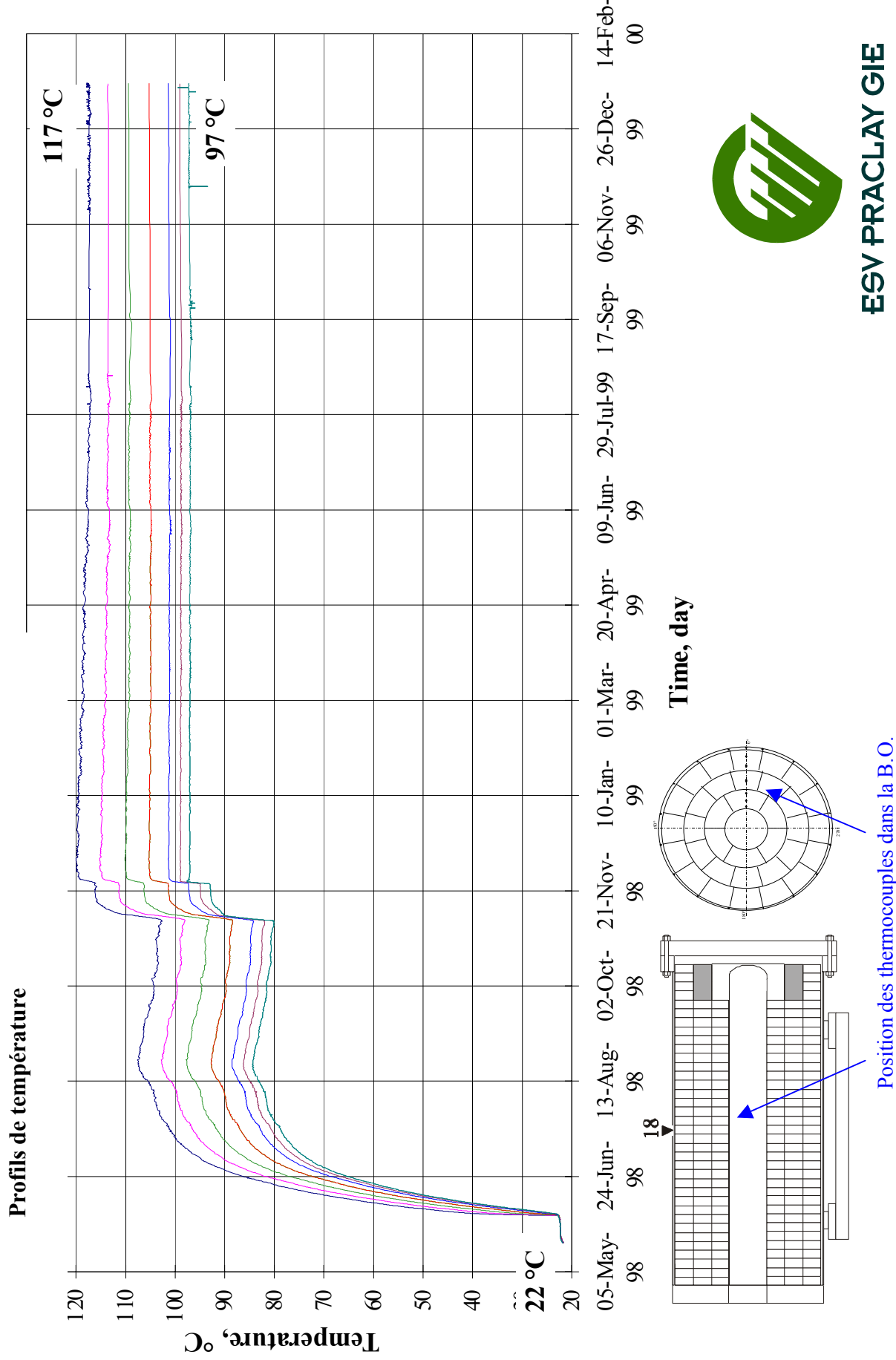


Figure III.4. : Evolution du volume d'eau injecté dans la B.O. (information fournie par B. Dereeper du CEN-SCK).



**ESV PRACLAY GIE**

*Figure III.5 : Profils de température dans la B.O. (information fournie par B. Dereeper du CEN-SCK).*



## **PARTIE III**

### **Simulations numériques et essai in situ**

III.1. Introduction

III.2. L'essai Ophélie

III.3. Résultats expérimentaux

III.4. Simulations numériques

III.5. Comparaison des résultats



## III.4. SIMULATIONS NUMERIQUES

### III.4.1. Les phénomènes considérés

Le calcul réalisé est un calcul thermohydraulique, basé sur un comportement non linéaire. Les aspects mécaniques (contraintes et déformations) ne sont pas traités. Les fluides considérés sont de l'eau liquide et du gaz composé d'un mélange d'air sec et de vapeur d'eau. Le calcul prend donc en compte un écoulement de type Darcy pour l'eau liquide et le mélange gazeux, un écoulement de type Fick pour la diffusion de la vapeur d'eau dans l'air et une équation (Kelvin) de changement de phase pour l'eau liquide et la vapeur d'eau.

### III.4.2. Les équations

En conséquence des phénomènes considérés, pour un volume élémentaire, les équations sont donc :

*Conservation de la masse pour l'eau (liquide+vapeur) et pour l'air sec*

$$\frac{\partial}{\partial t}(m_l + m_v) = -\text{div}(\underline{M}_l + \underline{M}_v)$$

$$\frac{\partial}{\partial t}m_a = -\text{div}\underline{M}_a$$

*Bilan d'entropie*

$$\text{INCORPORER } \frac{\partial S}{\partial t} + \text{div}(s_m^j \underline{M}_j) = -\text{div}\left(\frac{q}{T}\right)$$

*Loi de Kelvin pour le changement de phase*

$$\ln\left(\frac{p_v}{p_{vs}}\right) = \frac{M_v}{RT\rho_l}(p_l - p_{l_0})$$

*Loi de darcy pour l'écoulement de l'eau liquide et du gaz (vapeur d'eau+air sec)*

$$\frac{\underline{M}_l}{\rho_l} = -k_l \underline{\text{grad}} p_l$$

$$C_a \frac{\underline{M}_a}{\rho_a} + C_v \frac{\underline{M}_v}{\rho_v} = -k_g \underline{\text{grad}} p_g$$

*Loi de Fick pour la diffusion de la vapeur d'eau dans l'air sec*

$$\text{INCORPORER } \frac{\underline{M}_v}{\rho_v} - \frac{\underline{M}_a}{\rho_a} = - \frac{\phi_g \tau D_{av}}{C_a C_v} \text{grad}(C_v)$$

*Conduction de la température*

$$\underline{q} = -\lambda \text{grad} T$$

Où

$C_a, C_v$  représentent respectivement les concentrations d'air et de vapeur dans le gaz,

$$\tau = \phi^{1/3} (1 - S_l)^{7/3} \quad \text{et} \quad D_{av} = D_0 \frac{p_{atm}}{p_g} \left( \frac{T}{T_0} \right)^{1.88} \quad \text{avec} \quad D_0 = 2.1710^{-5} \text{ m}^2 / \text{s. } k_g, k_l \quad \text{les}$$

perméabilités au gaz et à l'eau,

$\lambda$  la conductivité thermique du matériau,

$m_a, m_l, m_v$  les masses d'air, d'eau liquide et de vapeur contenue dans  $d\Omega$ ,

$M_v$  la masse molaire de la vapeur

$\underline{M}_a, \underline{M}_l, \underline{M}_v$  les flux massiques d'air, d'eau liquide et de vapeur,

$p_a, p_g, p_l, p_v$  les pressions d'air, de gaz, d'eau liquide et de vapeur,

$p_{l0}$  la valeur de la pression d'eau dans l'état de référence

$p_{vs}$  la pression de vapeur saturante,

$\underline{q}$  le flux de chaleur,

$R$  la constante des gaz parfaits,

$\rho_a, \rho_l, \rho_v$  les masses volumiques de l'air, l'eau et la vapeur,

$S$  l'entropie de l'élément  $d\Omega$ ,

$s_m^j$  l'entropie spécifique du fluide  $j$  ( $j=a, l$  ou  $v$ ),

$T$  la température.

### III.4.3. Les caractéristiques du matériau B.O.

Les caractéristiques prises pour le matériau B.O. pour les simulations sont celles présentées dans le paragraphe III.2.2.

### III.4.4. Les conditions initiales

Initialement, l'ensemble de la B.O. est à température ambiante, le gaz est supposé être à pression atmosphérique et la valeur de la pression d'eau est calculée grâce au degré de saturation initiale, qui est de 83 % et à la courbe de sorption :

$$p_{1_0} \approx -16 \text{ MPa.}$$

### III.4.5. Les conditions au limites

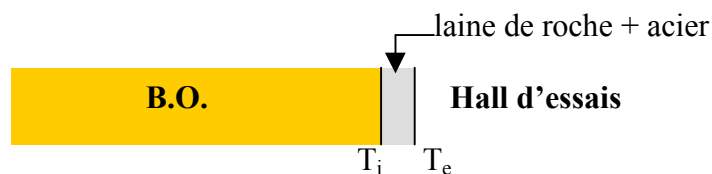
Les sollicitations thermohydrauliques sont imposées selon la chronologie suivie expérimentalement (à l'exception du refroidissement saisonnier qui n'est pas représenté).

Pour la température :

- en  $r = 0.25 \text{ m}$  (interface colis/B.O.) : les 6 premiers mois, la température est égale à la température ambiante ( $20^\circ\text{C}$ ). Au bout de 6 mois, un flux de chaleur de  $450 \text{ W/m}$  est imposé.
- en  $r = 1 \text{ m}$  (interface B.O./site) : l'enveloppe extérieure de la structure qui contient la B.O. est constituée de couches d'acier et de laine de roche, ce qui isole thermiquement la B.O. du hall d'essai. Les 11 premiers mois, on considère donc une relation d'échange entre la température extérieure,  $T_e$ , (la température du hall, fixée ici à  $20^\circ\text{C}$ ) et la température,  $T_i$ , à l'interface B.O./enveloppe :

$$Q = -\lambda_T \frac{T_e - T_i}{e}$$

$\lambda_T$  est la conductivité thermique de l'enveloppe extérieure calculée au paragraphe III.2.1



11 mois après le début de l'hydratation de la B.O., cette relation est remplacée par une condition directe sur la température, qui est d'abord fixée à  $90^\circ\text{C}$ , puis (20 jours après) à  $97^\circ\text{C}$ .

Pour les fluides :

- en  $r = 0.25$  m (interface colis/B.O.) la paroi de la structure métallique est considérée imperméable. Les fluides ne peuvent pas s'échapper. On a donc des conditions de flux nuls.
- en  $r = 1$  m (interface B.O./site), la pression d'eau est imposée à 1MPa durant tout l'essai. Les conditions sur le gaz sont expérimentalement moins bien définies puisque si on néglige le phénomène de dissolution du gaz dans l'eau, le gaz ne peut s'échapper, à l'exception peut être lors des purges effectuées occasionnellement. Afin de voir si ces purges ont une influence sur les résultats, deux calculs sont menés :
  - le premier considère que le gaz ne peut pas s'échapper. On considère alors que le flux de gaz est nul en  $r = 1$  m,
  - le second calcul considère que le gaz s'échappe en  $r = 1$  m. On a alors, comme condition aux limites en  $r = 1$  m,  $p_g = p_{atm} = 1.013 \times 10^5$  Pa.

Pour les deux calculs, à l'exception de la zone très proche de  $r = 1$  m, l'évolution de la pression de gaz dans la B.O. est la même dans les deux cas, figures III.6 et III.7. Les résultats sont également les mêmes pour les autres variables (pression d'eau, saturation, température). Pour le reste des calculs, on choisit d'adopter en  $r = 1$  m, la condition :

$$p_g = p_{atm}$$

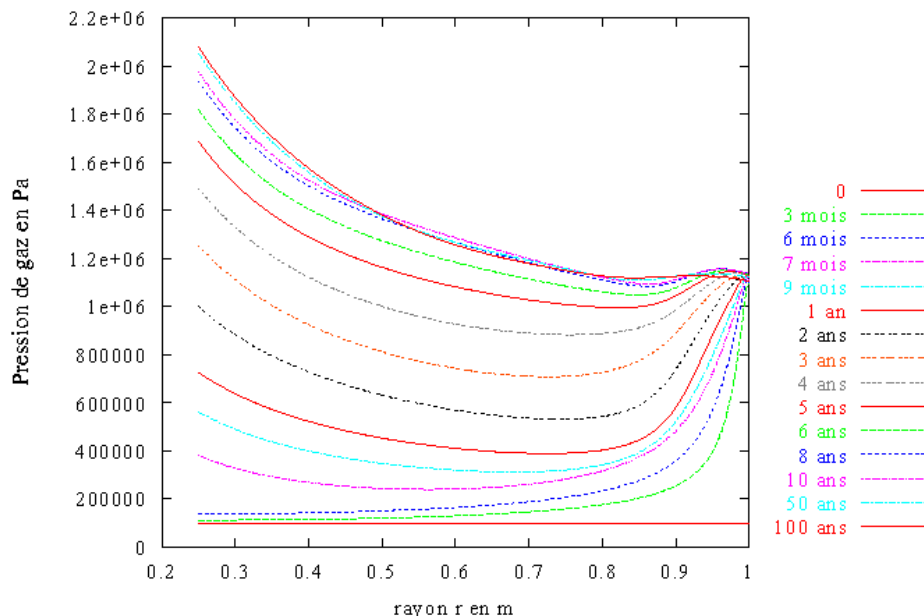


Figure III.6 : Evolution de la pression de gaz avec comme conditions aux limites : en  $r = 0.25$  m (colis/B.O.) et  $r = 1$  m (B.O./site) : flux nul

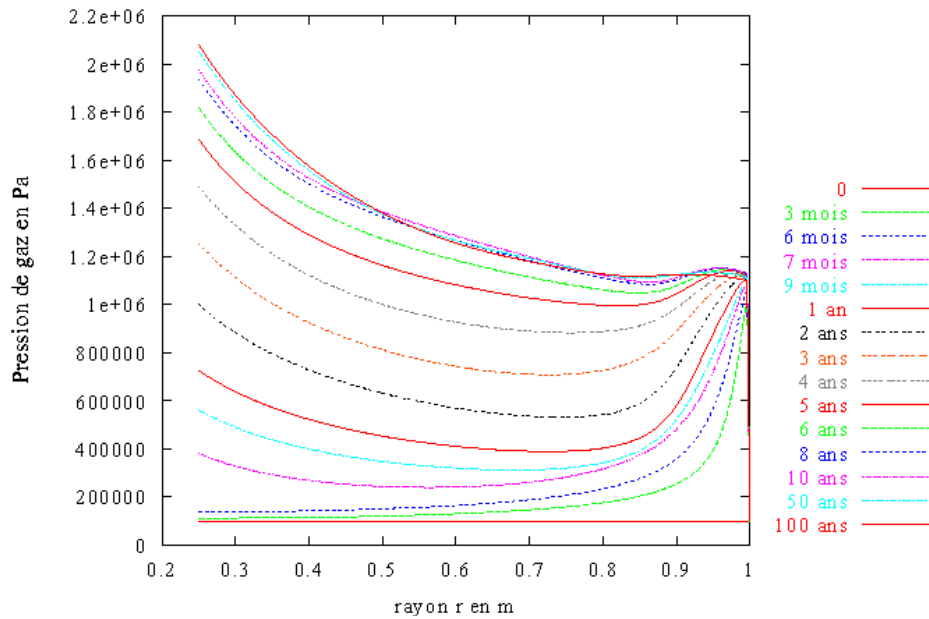


Figure III.7 : Evolution de la pression de gaz avec comme conditions aux limites :  
 - en  $r = 0.25 \text{ m}$  (colis/B.O.) flux nul  
 - en  $r = 1 \text{ m}$  (B.O./site)  $p_g = p_{\text{atm}}$

### III.4.6. Traitement des équations

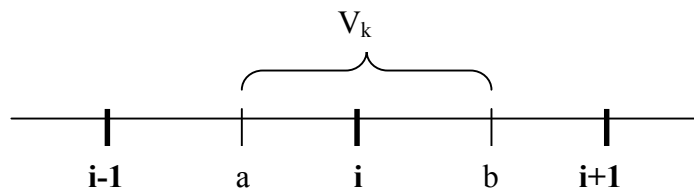
Les équations (conduction, comportement, conservation) complétées des conditions aux limites et des conditions initiales conduisent à des équations de type diffusif. Ces équations sont résolues par la méthode des volumes finis.

Cette méthode consiste d'une part à décomposer le domaine sur lequel les équations doivent être résolues en un certain nombre de volumes. Sur chacun de ces volumes, les équations sont alors intégrées et discrétisées.

Prenons pour exemple, l'équation suivante :

$$\frac{\partial m(p)}{\partial T} = -\text{div}(K \text{grad} p) \text{ où } p \text{ est la variable inconnue.}$$

Soit  $V_k$ , un des volumes qui constituent le domaine de résolution :



L'intégration de cette équation sur  $V_k$  et sa discrétisation aux noeuds  $i-1$ ,  $i$  et  $i+1$ , entre les instants  $n$  et  $n+1$ , conduisent à :

$$\text{INCORPORER } V_k \frac{m(p_i^{n+1}) - m(p_i^n)}{\Delta t} + K_a \frac{p_i^{n+1} - p_{i-1}^{n+1}}{d_{i-1,i}} - K_b \frac{p_{i+1}^{n+1} - p_i^{n+1}}{d_{i,i+1}} = 0$$

Où :

$d_{i-1,i}$  et  $d_{i,i+1}$  sont les distances entre les noeuds  $i-1$  et  $i$ , et les noeuds  $i$  et  $i+1$ ,

$\Delta t$  l'intervalle de temps séparant les instants  $n$  et  $n+1$

$K_a$  et  $K_b$  les valeurs du coefficient  $K$  en  $a$  et en  $b$ ,

et enfin  $p_i^n$  la valeur de la variable  $p$  au noeud  $i$  et à l'instant  $n$  (interprétation analogue pour  $p_{i-1}^{n+1}$ ,  $p_i^{n+1}$  ...).

Les équations pour l'ensemble des volumes qui constituent le domaine de résolution et à chaque instant forment alors un système d'équations résolu grâce aux conditions initiales et aux conditions aux limites.

## **PARTIE III**

### **Simulations numériques et essai in situ**

III.1. Introduction

III.2. L'essai Ophélie

III.3. Résultats expérimentaux

III.4. Simulations numériques

III. 5. Comparaison des résultats

## III.5. RESULTATS NUMERIQUES ET COMPARAISON DES RESULTATS

### III.5.1. La pression de gaz

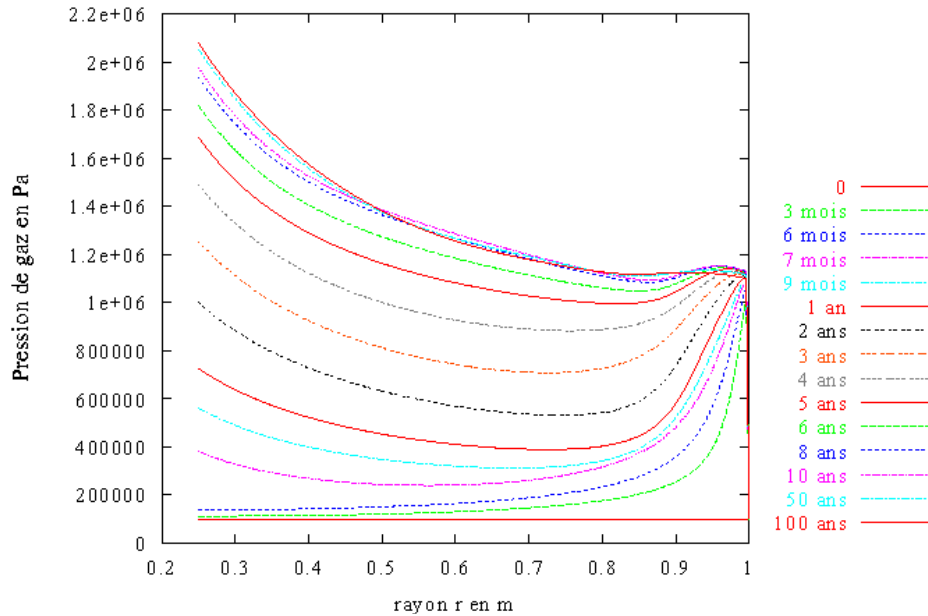


Figure III.7 : Evolution de la pression de gaz avec comme conditions aux limites :

- en  $r = 0.25 \text{ m}$  (colis/B.O.) flux nul
- en  $r = 1 \text{ m}$  (B.O./site)  $p_g = p_{\text{atm}}$

Durant les 6 premiers mois (c'est-à-dire, tant que la B.O. n'est pas soumise à des sollicitations thermiques), la pression de gaz suit la même évolution que le degré de saturation : le gaz est comprimé par l'eau qui arrive au niveau de la périphérie extérieure de la B.O. Cette eau dont la pression est de 1 MPa, repousse le gaz vers l'intérieur de la B.O. (de ce fait, que le flux de gaz soit considéré nul ou pas en  $r = 1 \text{ m}$ , la saturation de la B.O. en cet endroit empêche le gaz de s'échapper).

Au bout de 6 mois, le flux de chaleur de  $450 \text{ W/m}$  est imposé en  $r = 0.25 \text{ m}$ . L'augmentation de la température à ce niveau entraîne une augmentation de la pression de gaz. Cette augmentation se poursuit jusqu'à ce que le régime se stabilise (au bout environ de 50 ans). La zone proche des colis qui correspond à l'endroit où la température est la plus élevée, est également celle où la pression de gaz est la plus importante (2.1 MPa à l'équilibre).



### III.5.2. La pression d'eau

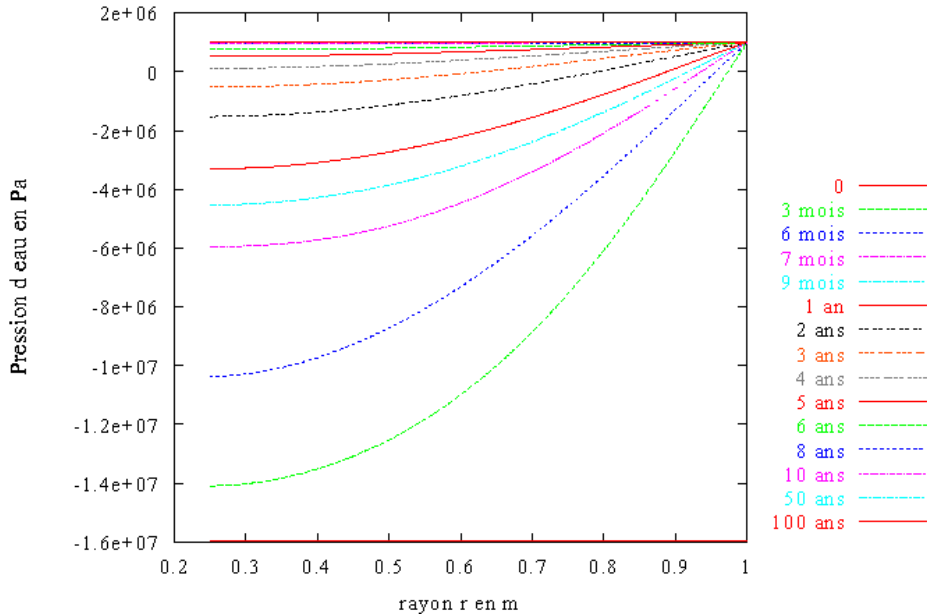


Figure III.8 : Evolution de la pression d'eau avec comme conditions aux limites :

- en  $r = 0.25$  m (colis/B.O.) flux nul,
- en  $r = 1$  m (B.O./site)  $p_1 = 1$  MPa.

L'évolution de la pression d'eau répond tout à fait aux conditions imposées : elle est maximale là où la B.O. est saturée et minimale au niveau de l'interface avec les colis qui est la région la plus désaturée.

Le seul effet que l'on peut observer ici, dû à l'activation du flux de chaleur en  $r = 0.25$  m au bout de 6 mois, semble être une accélération de l'évolution de la pression d'eau. Cet effet est mis en évidence lorsque l'on compare l'évolution du profil de  $p_1$  entre 3 et 6 mois à son évolution entre 6 et 7 mois : Au niveau de l'interface avec les colis, la pression d'eau varie d'autant en 1 mois (entre  $t = 6$  mois et  $t = 7$  mois) que ce qu'elle ne la fait en 3 mois (entre  $t = 3$  mois et  $t = 6$  mois).

Cette observation est cohérente avec une diminution de la viscosité de l'eau due à l'augmentation de la température.

### III.5.3. Le degré de saturation

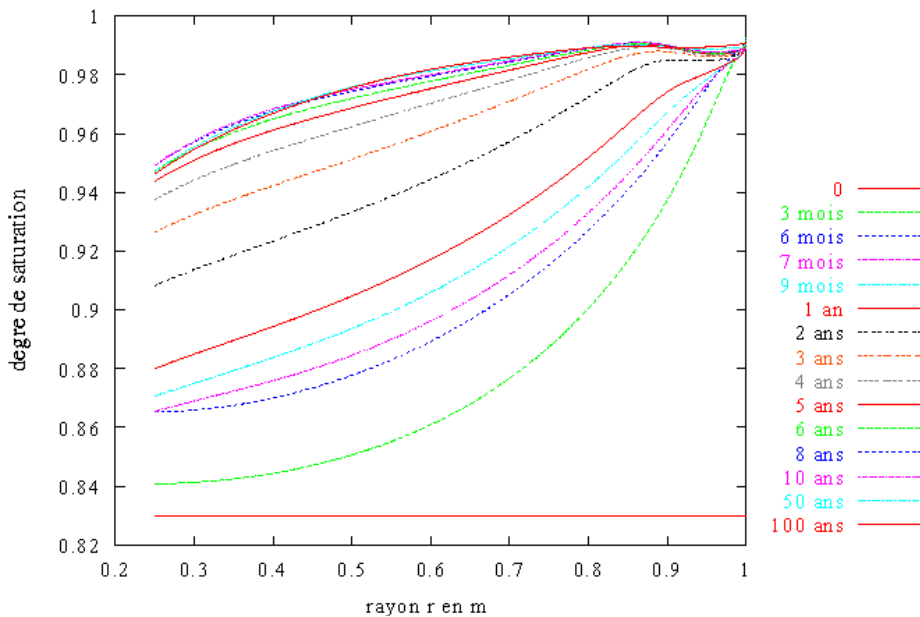


Figure III.9 : Evolution du degré de saturation dans la B.O.

Malgré l’augmentation de la température, le flux de chaleur imposé en  $r = 0.25$  m n’entraîne pas de désaturation importante à ce niveau. Cette augmentation de la température vient seulement ralentir légèrement la resaturation de la B.O. : pour  $t = 7$  mois, le profil tracé sur la figure III.9 est sensiblement plus raide (au voisinage de  $r = 0.25$  m) que les profils tracés aux dates antérieures.

D’après ces résultats, 3 ans après le début de l’expérience, le degré de saturation varie linéairement dans la B.O., de 93% à 99%, pour  $r$  compris entre 0.25 et 0.85 m, puis est constant entre 0.85 et 1 m. Au premier ordre, le degré de saturation global de la B.O. est évalué par le calcul suivant :

$$S_1 = \frac{1}{1 - 0.25} \left( \int_{0.25}^{0.85} \left( 0.93 + \frac{0.99 - 0.93}{0.85 - 0.25} (r - 0.25) \right) dr + 0.99(1 - 0.85) \right) = 97\%$$

Ce résultat concorde avec le degré de saturation global déterminé expérimentalement à partir du volume d’eau injecté dans la B.O..

L’extension du calcul, bien au delà de la limite de temps choisie initialement (3 ans) montre que la saturation complète du matériau n’est jamais atteinte (à cause du gaz piégé) mais tend vers une courbe limite allant de  $S_1 = 95\%$  au niveau du contact avec les colis à  $S_1 = 99\%$  au niveau du site.

### III.5.4. La température

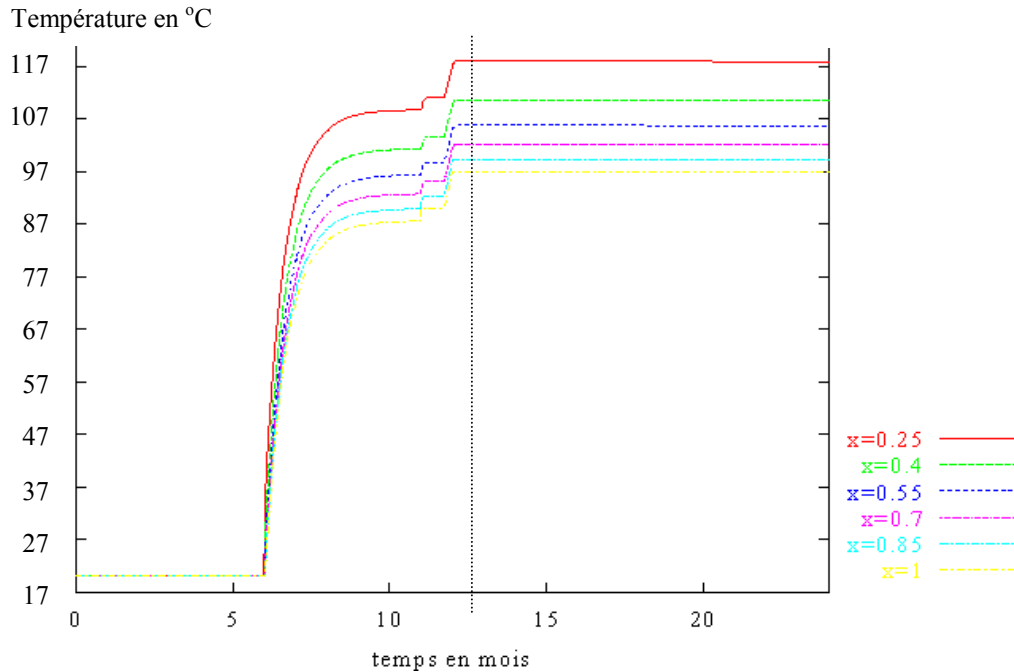


Figure III.10. : Evolution de la température dans la B.O.

La forme générale des résultats numériques correspond à celle des mesures enregistrées par les capteurs. Dès lors que le flux de chaleur est imposé, la température dans la B.O. augmente puis se stabilise au bout de 4 mois, soit 10 mois après le début de l'expérience. Au 11<sup>ième</sup> mois, la température en  $r=1\text{m}$  est fixée à  $90^\circ\text{C}$ , puis, 20 jours après à  $97^\circ\text{C}$ . Ces changements entraînent deux augmentations consécutives dans la B.O.

Au bout de 13 mois environ on observe que thermiquement la B.O. a atteint un régime permanent. Au niveau des colis, là où le flux de chaleur est imposé et où la B.O. est la moins saturée, la température est la plus élevée et atteint  $117^\circ\text{C}$ . A l'autre extrémité, en  $r=1\text{m}$ , la température est égale à la consigne imposée soit  $97^\circ\text{C}$ .

Ces résultats comparés aux enregistrements des thermocouples montrent que thermiquement, la modélisation est tout à fait à même de représenter le comportement de la B.O.. Ces résultats confirment également le choix fait pour la valeur de la conductivité thermique de la B.O. (voir III.2.2.).

### **III.6. Conclusion**

La comparaison des résultats numériques et des données expérimentales permet donc de valider la partie thermique du modèle. Pour le comportement hydraulique, si les résultats concordent également, les informations dont on dispose ne sont pas suffisantes pour permettre une validation du modèle, mais encouragent à poursuivre les recherches dans cette direction.

L'essai final du projet Praclay devrait apporter de nombreuses autres informations sur le comportement des B.O. Les profils de saturation qui pourront être obtenus lors de cette expérience seront notamment décisifs pour la validation de la modélisation existante et son développement à venir.

## **PARTIE IV**

### **Conclusions et perspectives**

Dans le travail présenté ici, on s'est intéressé à la fois à la caractérisation de l'argile FoCa 7 sous forme compactée, et à la modélisation de son comportement thermohydromécanique. Ces deux sujets ont été traités au travers d'expériences de sorption et de désorption, réalisées à température constante (à 20, 50 et 80°C) grâce à la méthode des solutions salines saturées. Notre étude se situe donc dans le domaine dit "des grandes pressions capillaires, c'est à dire allant de quelques MPa à plusieurs centaines de MPa.

Pour le comportement mécanique, les principales caractéristiques mises en évidence par les essais de sorption et de désorption, que nous avons réalisés ou bien ceux trouvés dans la bibliographie, sont :

- une parfaite réversibilité des déformations (gonflement ou retrait) provoquées par les variations de la pression capillaire (pas de phénomène d'hystérésis ou de plasticité)
- une influence négligeable de la température entre 20°C et 80°C.

On a également pu constater que si durant les essais, les variations de l'indice des vides ne dépendaient que de la pression capillaire ( $\Delta e = \Delta e(p_c)$ ), la valeur de l'indice des vides ( $e = e_o + \Delta e(p_c)$ ) est fonction, non seulement de la pression capillaire, mais également de la pression,  $p^*$ , et de la teneur en eau,  $\omega_o$  avec lesquelles l'argile a été compactée.

De plus, l'influence de  $p^*$  et  $\omega_o$  est complètement découplée de celle de la pression capillaire. Pour l'argile FoCa 7 compactée entre 30 et 60 MPa avec une teneur en eau comprise entre 9.8 et 12.6 %, l'indice des vides peut se décomposer en deux parties : l'une plastique fonction de  $p^*$  et de  $\omega_o$  (constante durant les essais de sorption et de désorption) et l'autre élastique fonction de la pression capillaire :

$$e = e_{\text{plastique}}(p^*, \omega_o) + e_{\text{élastique}}(p_c)$$

Une perspective intéressante à apporter à ce travail serait d'une part, d'identifier cette courbe  $e_{\text{plastique}}(p^*, \omega_o)$ , et d'autre part, de la comparer aux courbes de densification obtenues lors des essais Proctor.

Le comportement hydrique est lui bien différent du comportement mécanique. Ainsi, l'évolution de la teneur en eau massique en fonction de la pression capillaire et de la température est indépendante des paramètres de compactage  $p^*$  et  $\omega_o$ .

Concernant le phénomène d'hystérésis, bien que l'on observe que les mesures en désorption sont légèrement plus élevées que celles en sorption, relativement aux variations de la teneur en eau avec la pression capillaire, le phénomène d'hystérésis s'il est observable est toutefois négligeable.

L'influence de la température sur le comportement hydrique n'est quant à elle pas négligeable. A pression capillaire fixée, on observe ainsi une diminution progressive de la teneur en eau avec la température. Il est cependant intéressant de souligner que l'influence de la température n'a été observée que pour les pressions capillaires comprises entre 3 et 100 MPa.

Au delà de 100 MPa, non seulement la température ne semble plus avoir d'influence, mais la pente de la courbe de teneur en eau exprimée en fonction du logarithme de la pression capillaire se raidit. On passe d'un coefficient de :

$$\frac{\Delta\omega}{\Delta \ln p_c} \approx -0.036 \text{ pour } p_c < 100 \text{ MPa}$$

$$\text{à } \frac{\Delta\omega}{\Delta \ln p_c} \approx -0.061 \text{ pour } p_c > 100 \text{ MPa.}$$

Nos essais n'ont pas permis d'établir avec certitude l'origine de ce changement. La réalisation de plusieurs cycles consécutifs de sorption et de désorption pourrait être une façon d'établir si le changement observé correspond à un comportement hydrique élastoplastique.

Enfin malgré les fortes pressions capillaires imposées, la teneur en eau résiduelle ne semble pas avoir été atteinte. Pour la plus forte pression capillaire imposée, 426 MPa, la teneur en eau massique est de 2.7%.

En conséquence des observations faites d'une part sur l'indice des vides et d'autre part sur la teneur en eau massique, il apparaît que pour modéliser l'évolution à volume libre du degré de saturation de l'argile FoCa 7 compactée dans conditions variables (c'est-à-dire avec une pression de compactage,  $p^*$ , comprise entre 30 et 60 MPa et une teneur en eau,  $\omega_0$ , comprise entre 9.8 % et 12.6%), il est nécessaire de prendre en compte dans la relation entre le degré de saturation, la pression capillaire et la température, l'influence de  $p^*$  et de  $\omega_0$ .

Au niveau de la modélisation, l'influence de  $p^*$  et  $\omega_0$ , s'intègre grâce à un seul paramètre qui peut être l'indice des vides plastique présenté dans la 1<sup>ière</sup> partie.

$$S_l(p^*, \omega_0, p_c, T) \rightarrow S_l(e_{\text{plastique}}, p_c, T)$$

Un autre résultat important, mis en évidence grâce aux données acquises en température, est que l'hypothèse<sup>14</sup> qui consiste à attribuer la désaturation causée par l'augmentation de la température à une diminution de la tension superficielle aux interfaces de ménisque air/eau,  $\gamma$ , n'est pas validée ici.

La désaturation observée expérimentalement est beaucoup plus importante que celle obtenue par cette hypothèse.

Par ailleurs, nos expériences à volume libre dans le domaine non saturé et des essais bibliographiques réalisés sur l'argile FoCa 7 saturée ont permis de valider le concept de pression interstitielle équivalente sur lequel repose le modèle thermohydromécanique présenté dans (Coussy 2002).

Tel que ce modèle le prévoyait, une seule et même loi de comportement a été identifiée pour :

- le comportement à volume libre de l'argile FoCa 7 non saturée sous contrainte hydrique et thermique
- le comportement de l'argile FoCa 7 saturée soumise à une contrainte mécanique.

Cette loi élastique est la suivante :

$$de = -0.1 \frac{d(\sigma + \pi)}{(\sigma + \pi)}$$

Où  $\sigma$  la contrainte moyenne volumique et  $\pi$  est la pression interstitielle équivalente définie par :

$$\pi = (S_g p_g + S_l p_l) + \int_1^{S_l} p_c(x, T) dx$$

Pour parfaire la validation de ce modèle concernant l'argile FoCa 7, la loi précédente doit encore être confrontée à l'évolution des déformations réversibles lors des essais de pression de gonflement (qui combinent sollicitations hydrique et mécanique).

Enfin la plasticité est un autre axe de développement envisagé pour ce modèle.

---

<sup>14</sup> Hypothèse :  $S_l = S_l \left( \frac{p_c}{\gamma(T)} \right)$



En plus de la caractérisation et de la modélisation du comportement, on s'est également intéressé aux propriétés de diffusion dans les milieux poreux non saturés. La méthode proposée ici pour déterminer la perméabilité à l'eau d'un matériau poreux en fonction de son état de saturation est facile à mettre en place, tant pour la partie expérimentale que pour le traitement analytique des données. Elle requière en outre peu de moyens.

Cette méthode appliquée sur des échantillons d'argile FoCa 7 ( $p^* = 50$  MPa et  $\omega_0 = 10.2$  %) a fourni des résultats tout à fait cohérents avec ceux disponibles dans la littérature (Imbert 1994).

Les pressions capillaires pour lesquelles la perméabilité à l'eau a été déterminée se situent entre 3 et 367 MPa. Ces données ne sont cependant pas suffisantes pour en déduire la perméabilité à la saturation. Il serait donc intéressant d'envisager de compléter ces données en mesurant la perméabilité à l'eau à l'approche de la saturation, à l'aide de la méthode proposée par Vicol.

# **Annexe 1**

<b>Teneur en eau et indice des vides : mesures</b>
--

### Expériences à température ambiante

- **Essais bibliographiques (Michaux 1995)**

- **pression de compactage,  $p^* = 30$  MPa**

- **teneur en eau initiale,  $\omega_0 = 11.9\%$**

$p_c$ en MPa	$\omega$ en %		e		$S_l$ en %	
	Sorption	désorption	sorption	désorption	Sorption	désorption
82.07	12.3		0.497		66.3	
38.13	15.7		0.586		71.8	
13.2	20.6		0.722		76.5	
13.2		21.3		0.712		80.1
38.13		16.9		0.591		76.7
82.07		13.2		0.519		68.2
149.65		10.2		0.480		57.0

- **pression de compactage,  $p^* = 60$  MPa**

- **teneur en eau initiale,  $\omega_0 = 11.9\%$**

$p_c$ en MPa	$\omega$ en %		e		$S_l$ en %	
	Sorption	désorption	sorption	désorption	Sorption	désorption
82.07	12.4		0.430		77.2	
38.13	15.7		0.513		82.0	
13.2	20.5		0.627		87.6	
13.2		21.6		0.619		93.6
38.13		17.1		0.500		91.6
82.07		13.2		0.429		82.4
149.65		10.0		0.388		69.0

- **Nouvelles données (essais réalisés dans le cadre de la thèse)**

- pression de compactage,  $p^* = 50$  MPa

- teneur en eau initiale,  $\omega_0 = 12.6\%$

( Essais de sorption )

$p_c$ en MPa	$\omega$ en %	e	$S_1$ en %
3.3	26.8	0.749	95.8
9.5	23.2	0.672	92.5
21.7	19.0	0.581	87.7
21.7	19.0	0.579	87.7
31.5	17.1	0.537	85.3
38.1	16.5	0.518	85.3
43.4	16.5	0.532	83.2
48.5	15.4	0.508	81.5
71.0	13.9	0.468	79.5

- pression de compactage,  $p^* = 50$  MPa

- teneur en eau initiale,  $\omega_0 = 10.2\%$

( Essais de désorption - 1<sup>er</sup> palier )

$p_c$ en MPa	$\omega$ en %	e	$S_1$ en %
2.8	29.9	0.958	83.6
3.3	27.6	0.886	83.6
9.5	23.6	0.781	80.8
9.5	23.4	0.778	80.5
13.2	21.6	0.723	80.1
21.7	19.5	0.669	78.1
27.2	18.5	0.648	76.6
31.4	17.7	0.616	77.1
38.1	17.3	0.613	75.8
38.6	17.3	0.602	77.1
43.4	16.8	0.596	75.6
48.4	16.3	0.582	75.2
70.9	14.3	0.551	69.3
113.5	12.2	0.513	63.9
149.6	10.5	0.485	57.9
197.9	8.4	0.461	49.0
296.4	5.6	0.430	34.8
366.9	4.6	0.428	29.0

- pression de compactage,  $p^* = 50$  MPa
- teneur en eau initiale,  $\omega_0 = 10.2\%$
- ( Essais de désorption - 2<sup>ième</sup> palier )

La teneur en eau et l'indice des vides ont été mesuré une première fois 3 mois après la mise à l'équilibre et une seconde fois 6 mois plus tard.

$p_c$ en MPa	$\omega$ en %		e	
	t= 3mois	t=9mois	t= 3mois	t=9mois
9.5	24.0	23.9	0.784	0.768
9.5	23.3	23.4	0.770	0.760
13.2	21.7	21.6	0.724	0.717
21.7	19.4	19.4	0.659	0.665
27.2	18.6	18.6	0.638	0.636
31.4	17.7	17.7	0.619	0.616
38.1	17.1	17.1	0.594	0.611
38.6	17.3	17.2	0.605	0.599
43.4	16.8	16.8	0.592	0.587
48.4	16.3	16.3	0.575	0.574
70.9	14.5	14.4	0.538	0.543
113.5	12.1	12.0	0.501	0.499
149.6	10.4	10.3	0.489	0.484
197.9	8.6	8.6	0.459	0.455
227.0	7.2	7.2	0.436	0.436
366.9	4.5	4.6	0.411	0.409

**- Moyenne des valeurs obtenues pour le 1<sup>ier</sup> et le 2<sup>ième</sup> paliers**

$p_c$ en MPa	$\omega$ en %	e	Sl
9.5	24.0	0.776	82.8%
9.5	23.3	0.765	81.7%
13.2	21.7	0.720	80.6%
21.7	19.4	0.662	78.6%
27.2	18.6	0.637	78.2%
31.4	17.7	0.618	76.9%
38.1	17.1	0.603	76.1%
38.6	17.3	0.602	76.9%
43.4	16.8	0.589	76.4%
48.4	16.3	0.575	76.0%
70.9	14.4	0.541	71.6%
113.5	12.0	0.500	64.5%
149.6	10.4	0.486	57.1%
197.9	8.6	0.457	50.3%
227.0	7.2	0.436	44.3%
366.9	4.5	0.410	29.6%

## Expériences en température

- **Nouvelles données (essais réalisés dans le cadre de la thèse)**

- pression de compactage,  $p^* = 50$  MPa

- teneur en eau initiale,  $\omega_0 = 12.4\%$

( Essais de sorption )

**T=80°C**

$p_c$ en MPa	$\omega$ en %	e	$S_l$ en %
6.8	21.9	0.683	88.3
6.8	22.4	0.684	90.1
6.8	22.9	0.701	89.8
37.6	15.7	0.530	81.4
37.6	14.8	0.522	78.0
37.6	14.4	0.511	77.8
46.8	14.4	0.506	78.3
46.8	13.9	0.506	75.6
67.5	11.6	-	-
67.5	12.4	0.465	73.1

- pression de compactage,  $p^* = 50$  MPa

- teneur en eau initiale,  $\omega_0 = 12.4\%$

( Essais de désorption )

**T=80°C**

$p_c$ en MPa	$\omega$ en %	e	$S_l$ en %
213.1	7.5	0.377	54.9
37.6	15.5	0.528	80.6
46.8	14.6	0.509	78.9
37.6	15.0	0.529	78.3
67.5	12.6	0.470	74.0
105.4	11.5	0.453	70.1

- pression de compactage,  $p^* = 50$  MPa

- teneur en eau initiale,  $\omega_0 = 9.8\%$

( Essais de désorption )

T=50°C

$p_c$ en MPa	$\omega$ en %	e	$S_l$ en %
6.3	22.6	0.777	78.7
30.7	17.1	0.616	74.5
34.7	16.3	0.581	75.9
42.7	15.6	-	-
54.6	14.8	0.574	69.9
81.7	13.9	0.566	66.3
99.5	12.4	0.523	64.1
131.7	10.5	0.509	55.9
174.8	8.8	0.486	49.3
324.7	4.5	0.430	28.1
426.7	2.7	0.431	17.0

## **Annexe 2**



Les mesures réalisées pour suivre expérimentalement l'évolution de la masse de chaque échantillon sont résumées par les tableaux ci-dessous :

**Mesures expérimentales**

Echantillon	sel initial	sel final	hro	hr imp	Pc o	Pc imp	Masses initiales		temps en jours				
							tare	Echantillon	0	3	5	7	
1541 iC	K2CrO7	KNO3	97.9	93.2	2.8	9.5	10.687	31.025	41.712	41.466	41.342	41.225	
1539 IC	NH4H2PO4	BaCl2	93.2	90.7	9.5	13.2	9.916	29.119	39.035	38.903	38.847	38.801	
1539 ID	BaCl2	KCL	90.7	85.1	13.2	21.7	9.951	29.209	39.160	38.969	38.891	38.829	
1539 iF	KCL	KBR	85.1	81.8	21.7	27.2	9.957	28.38	38.337	38.231	38.199	38.173	
1539 iE	KBR	NH4Cl	81.8	79.2	27.2	31.4	10.392	27.863	38.255	38.157	38.1280	38.1080	
1539 iI	NH4Cl	NaCl	79.2	75.4	31.4	38.1	10.074	28.493	38.567	38.456	38.439	38.431	
1540 iE	NaNO3	SrCl2	75.1	72.5	38.6	43.4	10.266	27.924	38.190	38.124	38.107	38.091	
1540 iJ	SrCl2	KI	72.5	69.9	43.4	48.4	10.338	27.416	37.754	37.688	37.674	37.666	
1540 iB	KI	NaBr	69.9	59.1	48.4	70.9	10.072	27.738	37.810	37.579	37.502	37.453	
1541 iA	NaBr	K2CO3	59.1	43.2	70.9	113.5	10.233	27.596	37.829	37.521	37.434	37.387	
1540 iG	K2CO3	MgCl2	43.2	33.0	113.5	149.6	10.018	26.222	36.240	36.009	35.947	35.915	
1540 iH	MgCl2	CH3COOK	33.0	23.1	149.6	197.9	10.352	26.556	36.908	36.674	36.602	36.559	
1541 iB	CH3COOK	CaBr2	23.1	18.6	197.9	227.0	10.068	25.721	35.789	35.838	35.789	35.744	
1540 iK	LiCl	LiBr	11.1	6.6	296.4	366.9	10.076	25.744	35.820	35.733	35.703	35.680	

Echantillon	sel initial	sel final	hro	hr imp	Pc o	Pc imp	Masses initiales		temps en jours	
							tare	Echantillon	0	2
1541 iB	CH3COOK	CaBr2	23.1	18.6	197.9	227.0	10.068	25.721	35.789	35.744

**Mesures expérimentales**

		Temps en jours										
		10	13	19	26	33	41	51	58	94	108	289
Echantillons		Evolution de la masse (échantillon + tare) en g										
1541 iC	41.071	40.93	40.738	40.576	40.47	40.403	40.344	40.31	40.306	40.313	40.287	
1539 IC	38.745	38.703	38.673	38.651	38.642	38.644	38.635	38.625	38.62	38.638	38.618	
1539 ID	38.766	38.716	38.676	38.656	38.648	38.646	38.642	38.637	38.639	38.628	38.631	
1539 iF	38.153	38.138	38.134	38.133	38.129	38.132	38.128	38.128	38.134	38.128	38.121	
1539 iE	38.0930	38.0840	38.0800	38.0770	38.0750	38.0720	38.0700	38.0690	38.0750	38.0660	38.0720	
1539 iI	38.425	38.418	38.422	38.423	38.42	38.42	38.419	38.413	38.42	38.426	38.409	
1540 iE	38.081	38.072	38.078	38.07	38.069	38.07	38.072	38.065	38.072	38.074	38.062	
1540 iJ	37.659	37.654	37.650	37.648	37.644	37.646	37.642	37.641	37.637	37.634	37.629	
1540 iB	37.419	37.397	37.385	37.375	37.374	37.371	37.369	37.368	37.364	37.365	37.353	
1541 iA	37.350	37.333	37.320	37.314	37.309	37.308	37.302	37.302	37.301	37.297	37.287	
1540 iG	35.887	35.866	35.846	35.833	35.829	35.823	35.818	35.814	35.813	35.808	35.798	
1540 iH	36.520	36.499	36.481	36.473	36.467	36.464	36.461	36.458	36.454	36.449	36.441	
1540 iK	35.654	35.637	35.611	35.595	35.587	35.582	35.573	35.573	35.565	35.562	35.571	

		Temps en jours										
		5	8	14	21	28	36	46	53	89	103	284
Echantillon		Evolution de la masse (échantillon + tare) en g										
1541 iB	35.664	35.618	35.562	35.542	35.533	35.522	35.52	35.514	35.502	35.502	35.502	35.489

## Mesures expérimentales

Echantillons	Degré de saturation (calculé avec la déformation)		déformation		diamètre		hauteur	
	t=0	t=108	t=108	t=289	t=0	t=108	t=0	t=108
1541 iC	83.60%	82.09%	-8.86%	-9.72%	43.83	42.75	11.59	11.10
1539 IC	80.52%	80.36%	-3.07%	-3.46%	42.88	42.54	10.87	10.70
1539 ID	80.11%	78.90%	-3.72%	-3.41%	42.47	42.01	10.92	10.75
1539 iF	78.11%	78.12%	-1.81%	-1.94%	42.13	41.91	10.63	10.55
1539 iE	76.60%	76.70%	-1.76%	-1.94%	41.84	41.65	10.53	10.45
1539 iI	77.13%	77.33%	-1.35%	-0.28%	41.65	41.51	10.73	10.66
1540 iE	77.14%	76.25%	-0.63%	-0.90%	41.55	41.48	10.51	10.48
1540 iJ	75.63%	75.93%	-1.28%	-1.34%	41.49	41.35	10.36	10.30
1540 iB	75.15%	72.04%	-2.80%	-2.46%	41.38	41.02	10.49	10.37
1541 iA	69.31%	64.52%	-3.26%	-3.38%	41.08	40.71	10.57	10.41
1540 iG	63.94%	56.95%	-1.59%	-1.93%	40.73	40.51	10.14	10.09
1540 iH	57.94%	50.14%	-1.79%	-2.07%	40.62	40.37	10.30	10.24
1541 iB	49.01%	44.44%	-1.75%	-1.75%	40.32	40.15	10.15	10.05
1540 iK	34.77%	29.45%	-1.30%	-1.43%	40.09	39.95	10.33	10.26

	t=0	t=103	t=284	t=0	t=103	t=284	t=0	t=103	t=284
1541 iB	49.01%	44.44%	44.10%	-1.75%	40.32	40.15	10.15	10.05	10.07

Echantillons	M solide	Masse eau en g			Volume en cm <sup>3</sup>			Teneur en eau volumique		
		t=0	t=108	t=289	t=0	t=108	t=289	t=0	t=108	t=289
1541 iC	23.89	7.137	5.738	5.712	17.5	15.9	15.8	0.409	0.361	0.363
1539 IC	23.60	5.519	5.122	5.102	15.7	15.2	15.1	0.352	0.337	0.338
1539 ID	24.02	5.193	4.661	4.664	15.5	14.9	14.9	0.336	0.314	0.313
1539 iF	23.75	4.628	4.419	4.412	14.8	14.5	14.5	0.313	0.304	0.304
1539 iE	23.51	4.355	4.166	4.172	14.5	14.2	14.2	0.301	0.293	0.294
1539 iI	24.20	4.290	4.149	4.132	14.6	14.4	14.6	0.294	0.288	0.284
1540 iE	23.80	4.122	4.006	3.994	14.3	14.2	14.1	0.290	0.283	0.283
1540 iJ	23.47	3.946	3.826	3.821	14.0	13.8	13.8	0.282	0.277	0.277
1540 iB	23.85	3.892	3.447	3.435	14.1	13.7	13.8	0.277	0.252	0.250
1541 iA	24.15	3.443	2.911	2.901	14.0	13.6	13.5	0.246	0.215	0.215
1540 iG	23.36	2.858	2.426	2.416	13.2	13.0	13.0	0.217	0.187	0.187
1540 iH	24.03	2.522	2.063	2.055	13.3	13.1	13.1	0.189	0.158	0.158
1541 iB	23.72	2.000	1.713*	1.700**	13.0	12.7*	12.7**	0.155	0.135*	0.134**
1540 iK	24.38	1.360	1.102	1.111	13.0	12.9	12.8	0.105	0.086	0.087

Echantillons	Teneur en eau massique			Indice des vides		
	t=0	t=108	t=289	t=0	t=108	t=289
1541 iC	0.299	0.240	0.239	0.958	0.784	0.768
1539 IC	0.234	0.217	0.216	0.778	0.724	0.717
1539 ID	0.216	0.194	0.194	0.723	0.659	0.665
1539 iF	0.195	0.186	0.186	0.669	0.638	0.636
1539 iE	0.185	0.177	0.177	0.648	0.619	0.616
1539 iI	0.177	0.171	0.171	0.616	0.594	0.611
1540 iE	0.173	0.168	0.168	0.602	0.592	0.587
1540 iJ	0.168	0.163	0.163	0.596	0.575	0.574
1540 iB	0.163	0.145	0.144	0.582	0.538	0.543
1541 iA	0.143	0.121	0.120	0.551	0.501	0.499
1540 iG	0.122	0.104	0.103	0.513	0.489	0.484
1540 iH	0.105	0.086	0.086	0.485	0.459	0.455
1541 iB	0.084	0.072*	0.072**	0.461	0.436*	0.436**
1540 iK	0.056	0.045	0.046	0.430	0.411	0.409

\* t = 103 jours ; \*\* t = 284 jours



La perte de masse mesurée expérimentalement et celle calculée analytiquement en fonction de  $k_1$  sont représentées ci dessous pour chaque échantillon. Les valeurs expérimentales sont représentées par des points et les cinétiques calculées analytiquement par des traits continus ou discontinus.

• **Echantillon 1541 iC**

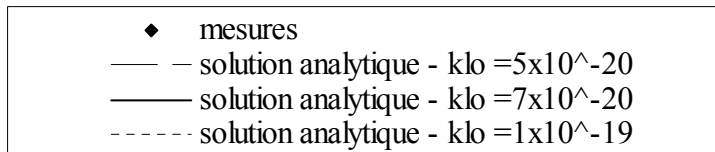
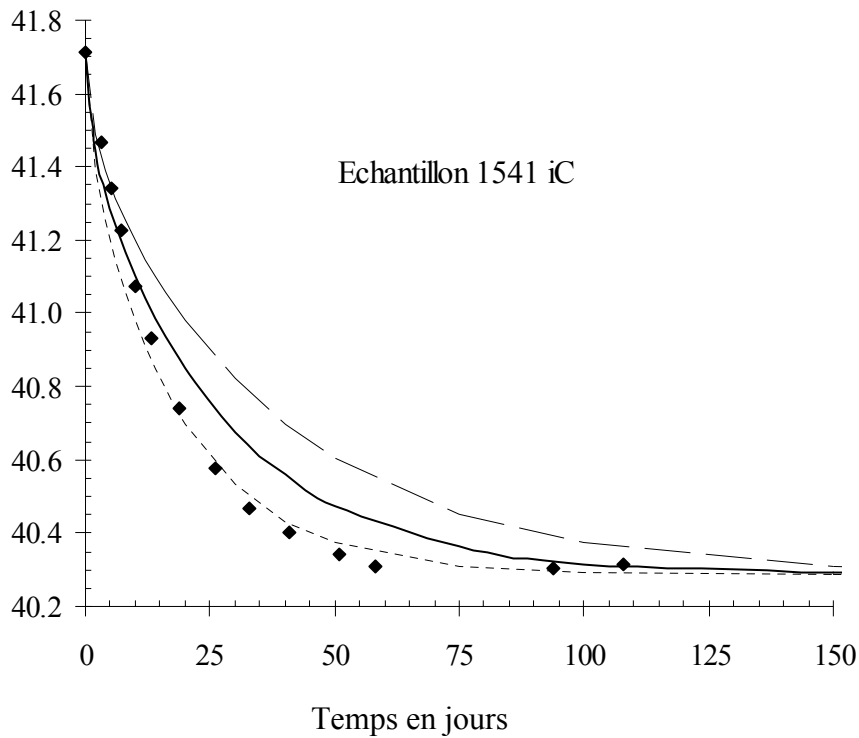
Conditions expérimentales :  $h_{r_0} = 97.93 \%$  soit  $p_{l_0} = 2.8 \text{ MPa}$

$h_{r_{imp}} = 93.2 \%$  soit  $p_{l_{imp}} = 9.5 \text{ MPa}$

Valeurs considérées pour  $M_0, \epsilon_\infty, S_{l_0}, S_{l_\infty}$  :

$M_0$	$\epsilon_\infty$	$S_{l_0}$	$S_{l_\infty}$
41.712	-9.7 %	83.6 %	83.5 %

Masse échantillon + tare en g



• **Echantillon 1539 iC**

Conditions expérimentales :

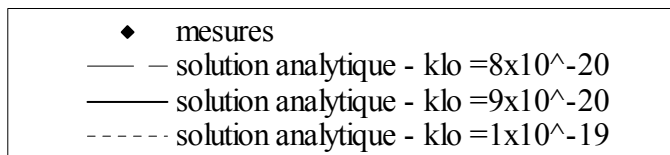
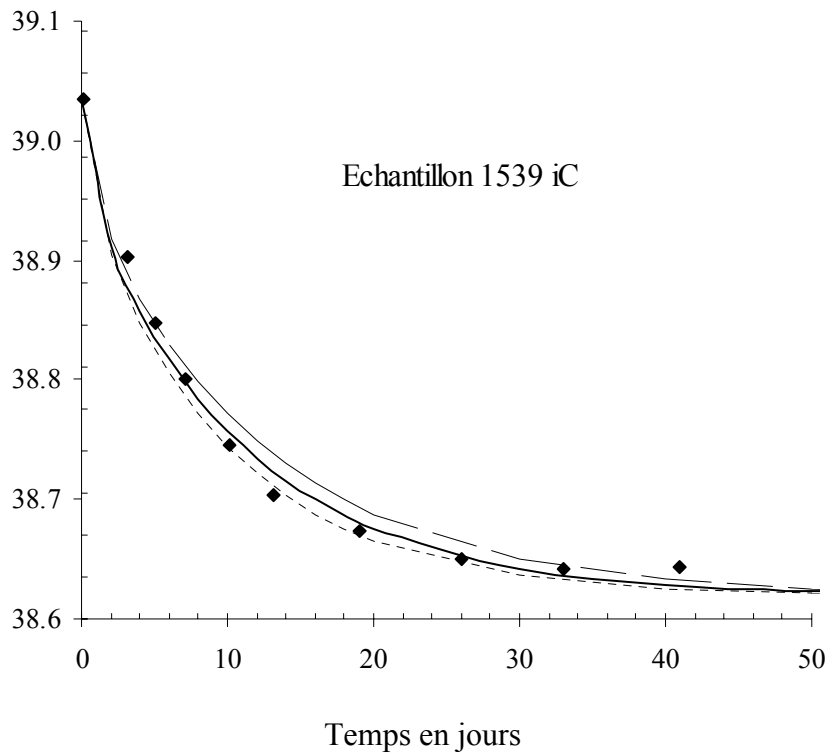
$$h_{r_0} = 93.2 \% \text{ soit } p_{l_0} = 9.5 \text{ MPa}$$

$$h_{r_{imp}} = 90.7 \% \text{ soit } p_{l_{imp}} = 13.7 \text{ MPa}$$

Valeurs considérées pour  $M_0$ ,  $\epsilon_\infty$ ,  $S_{l_0}$ ,  $S_{l_\infty}$  :

$M_0$	$\epsilon_\infty$	$S_{l_0}$	$S_{l_\infty}$
39.035	-3.5 %	80.5 %	80.8 %

Masse échantillon + tare en g



• **Echantillon 1539 iD**

Conditions expérimentales :

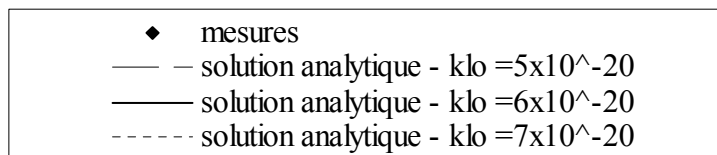
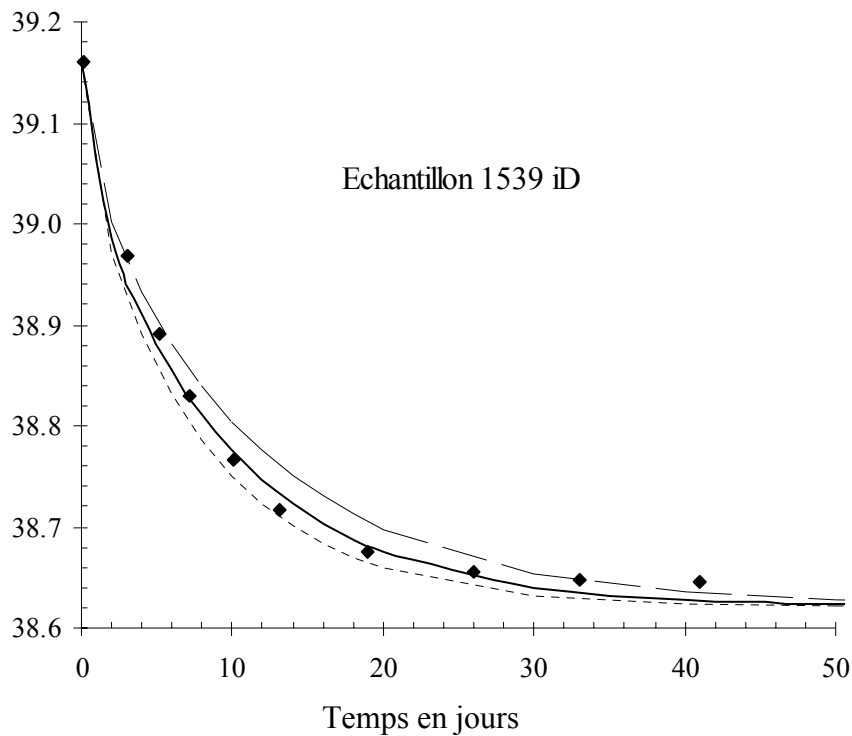
$$h_{r_0} = 90.7 \% \text{ soit } p_{l_0} = 13.2 \text{ MPa}$$

$$h_{r_{imp}} = 85.1 \% \text{ soit } p_{l_{imp}} = 21.7 \text{ MPa}$$

Valeurs considérées pour  $M_0$ ,  $\epsilon_\infty$ ,  $S_{l_0}$ ,  $S_{l_\infty}$  :

$M_0$	$\epsilon_\infty$	$S_{l_0}$	$S_{l_\infty}$
39.160	-3.4 %	80.1 %	78.3 %

Masse échantillon + tare en g





• **Echantillon 1539 iF**

Conditions expérimentales :

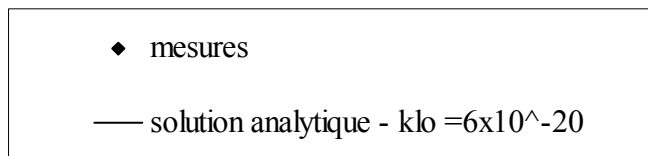
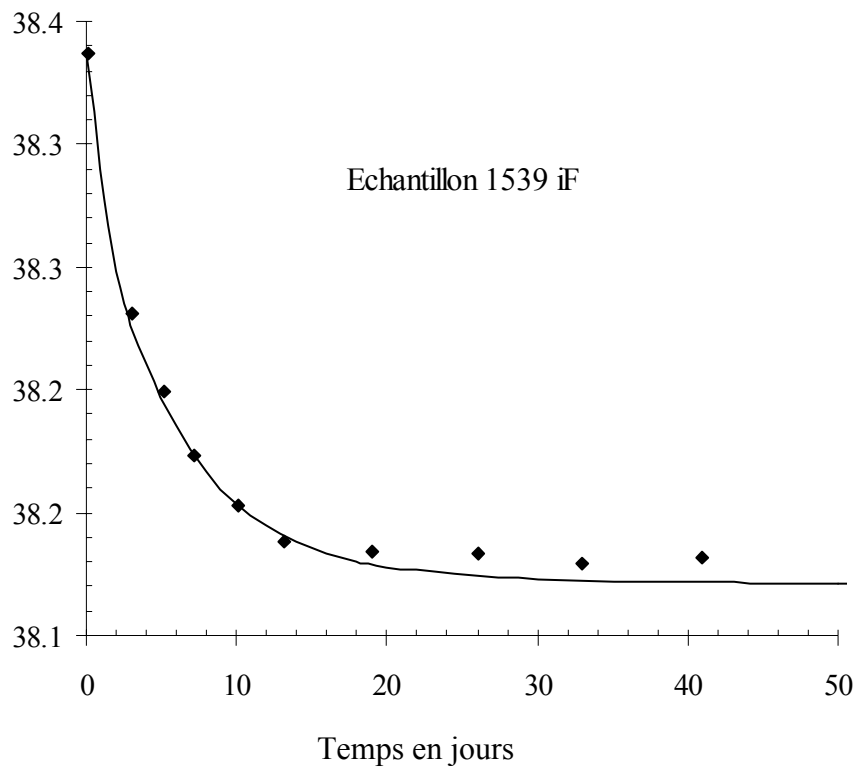
$$h_{r_0} = 85.13 \% \text{ soit } p_{l_0} = 21.7 \text{ MPa}$$

$$h_{r_{imp}} = 81.77 \% \text{ soit } p_{l_{imp}} = 27.2 \text{ MPa}$$

Valeurs considérées pour  $M_0$ ,  $\epsilon_\infty$ ,  $S_{l_0}$ ,  $S_{l_\infty}$  :

$M_0$	$\epsilon_\infty$	$S_{l_0}$	$S_{l_\infty}$
38.337	-1,9 %	78.1 %	78.3 %

Masse échantillon + tare en g



- **Echantillon 1539 iE**

Conditions expérimentales :

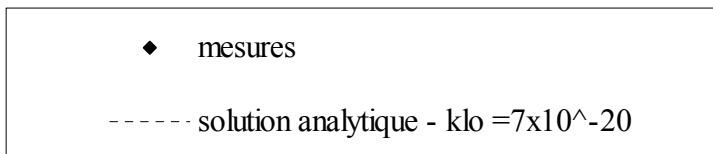
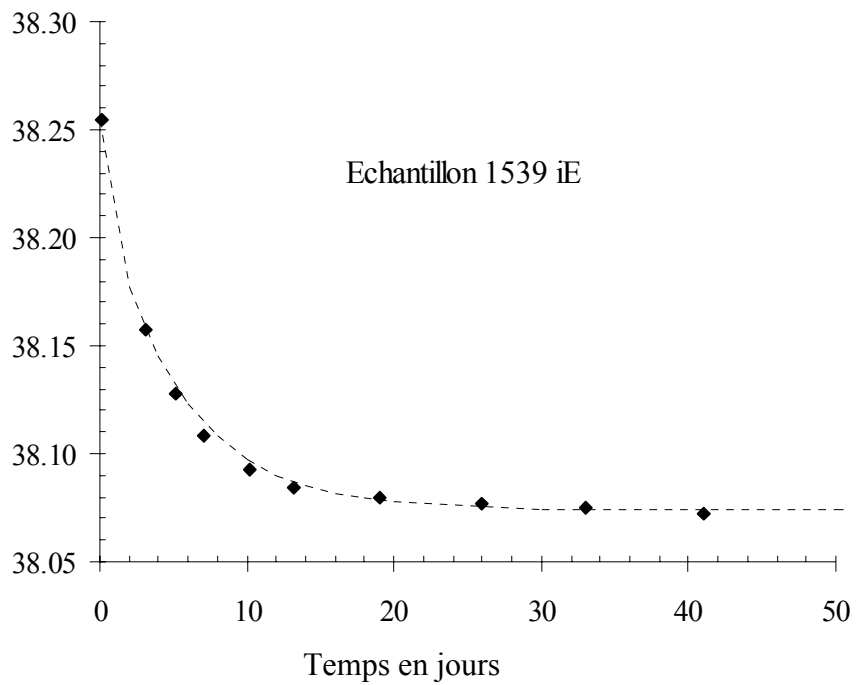
$$h_{r_0} = 81.77 \% \text{ soit } p_{l_0} = 27.2 \text{ MPa}$$

$$h_{r_{imp}} = 79.23 \% \text{ soit } p_{l_{imp}} = 31.4 \text{ MPa}$$

Valeurs considérées pour  $M_0$ ,  $\epsilon_\infty$ ,  $S_{l_0}$ ,  $S_{l_\infty}$  :

$M_0$	$\epsilon_\infty$	$S_{l_0}$	$S_{l_\infty}$
38.255	-1,9 %	76.6 %	77.2 %

Masse échantillon + tare en g



• **Echantillon 1539 il**

Conditions expérimentales :

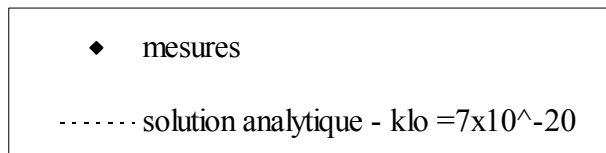
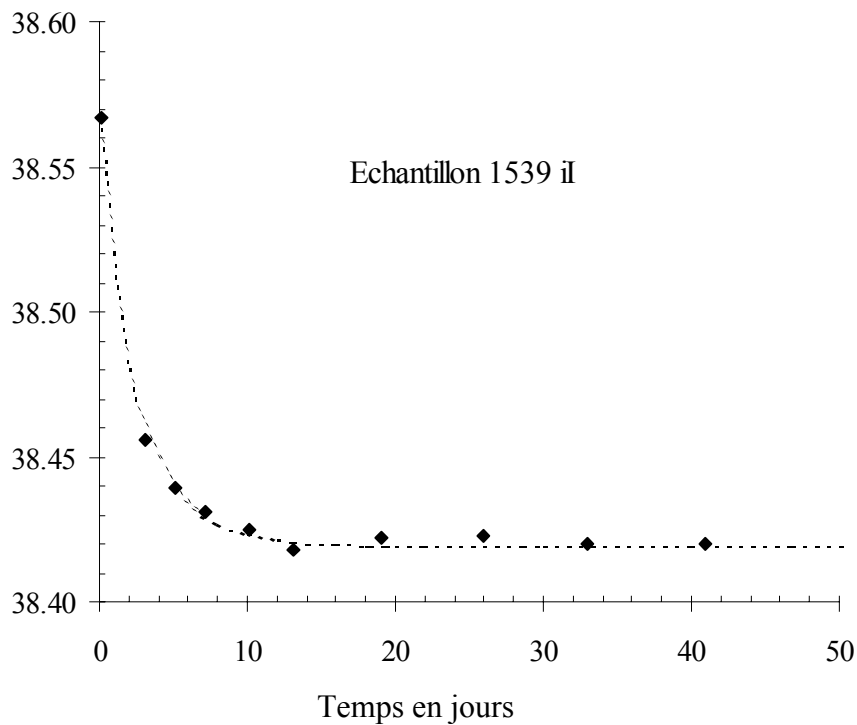
$$h_{r_0} = 79.23 \% \text{ soit } p_{l_0} = 31.4 \text{ MPa}$$

$$h_{r_{imp}} = 75.41 \% \text{ soit } p_{l_{imp}} = 38.1 \text{ MPa}$$

Valeurs considérées pour  $M_0$ ,  $\epsilon_\infty$ ,  $S_{l_0}$ ,  $S_{l_\infty}$  :

$M_0$	$\epsilon_\infty$	$S_{l_0}$	$S_{l_\infty}$
38.567	-0,9 %	77.1 %	75.0 %

Masse échantillon + tare en g



• **Echantillon 1540 iE**

Conditions expérimentales :

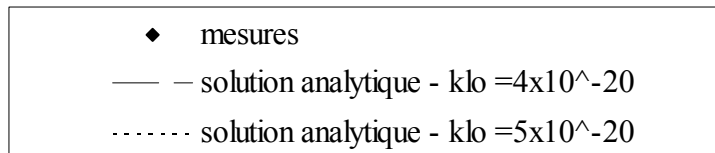
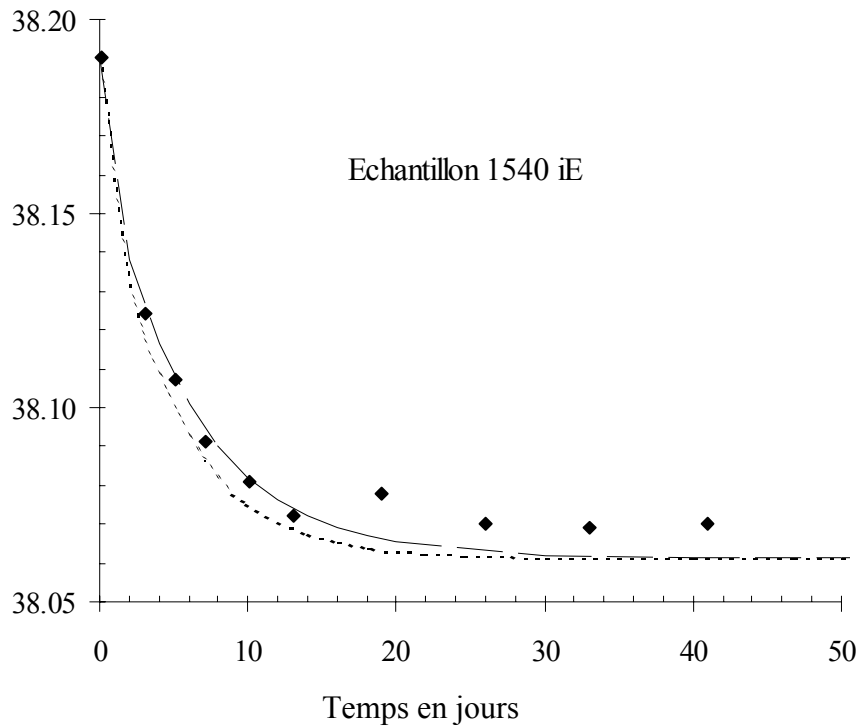
$$h_{r_0} = 75.13 \% \text{ soit } p_{l_0} = 38.6 \text{ MPa}$$

$$h_{r_{imp}} = 72.53 \% \text{ soit } p_{l_{imp}} = 43.4 \text{ MPa}$$

Valeurs considérées pour  $M_0$ ,  $\epsilon_\infty$ ,  $S_{l_0}$ ,  $S_{l_\infty}$  :

$M_0$	$\epsilon_\infty$	$S_{l_0}$	$S_{l_\infty}$
38.190	-0,9 %	77.1 %	76.6 %

Masse échantillon + tare en g



• **Echantillon 1540 iJ**

Conditions expérimentales :

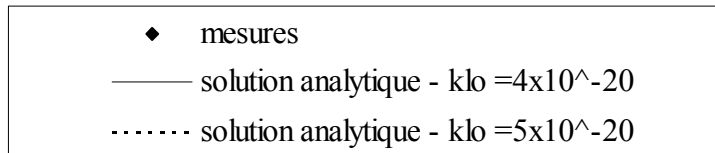
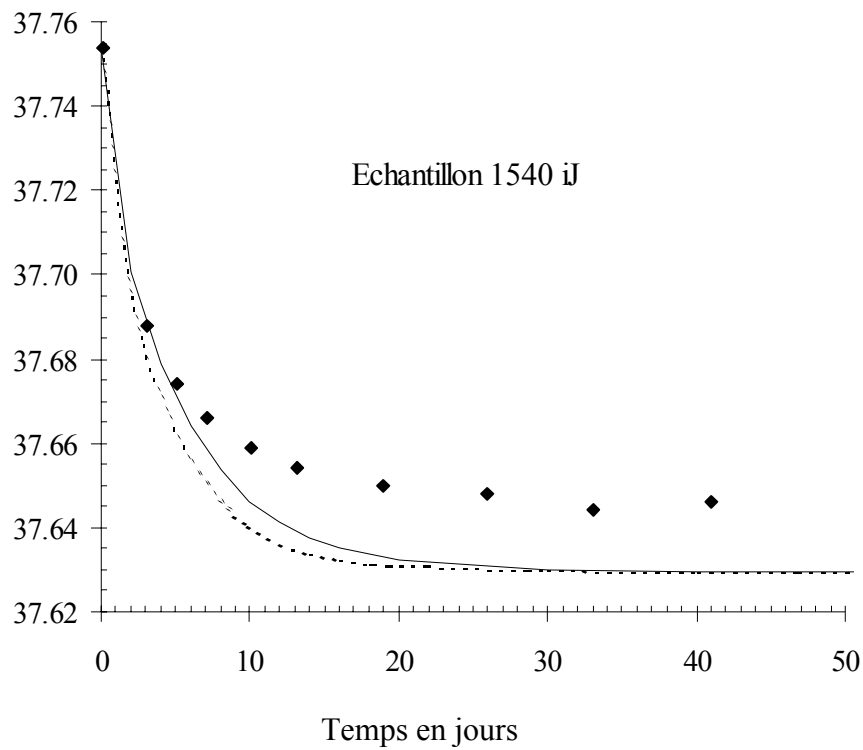
$$h_{r_0} = 72.53 \% \text{ soit } p_{l_0} = 43.4 \text{ MPa}$$

$$h_{r_{\text{imp}}} = 69.86 \% \text{ soit } p_{l_{\text{imp}}} = 48.4 \text{ MPa}$$

Valeurs considérées pour  $M_0$ ,  $\epsilon_\infty$ ,  $S_{l_0}$ ,  $S_{l_\infty}$  :

$M_0$	$\epsilon_\infty$	$S_{l_0}$	$S_{l_\infty}$
37.754	-1,3 %	75.6%	76.0 %

Masse échantillon + tare en g



- **Echantillon 1540 iB**

Conditions expérimentales :

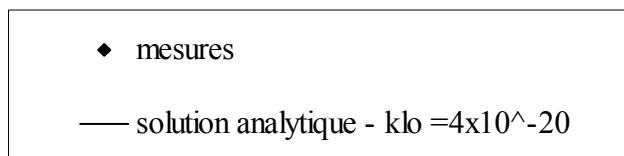
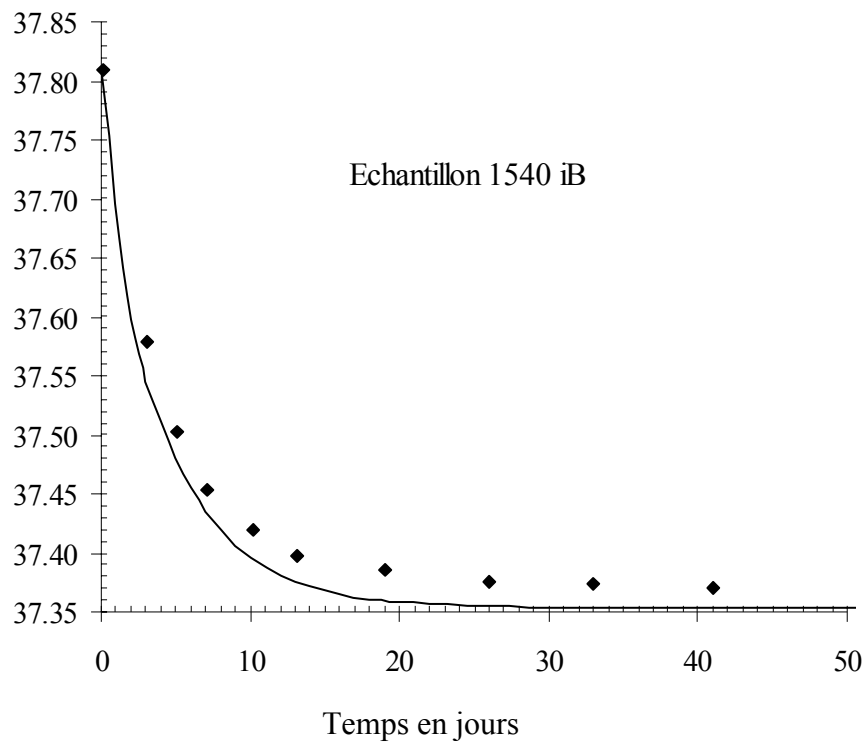
$$h_{r_0} = 69.86 \% \text{ soit } p_{l_0} = 48.4 \text{ MPa}$$

$$h_{r_{imp}} = 59.14 \% \text{ soit } p_{l_{imp}} = 70.9 \text{ MPa}$$

Valeurs considérées pour  $M_0$ ,  $\epsilon_\infty$ ,  $S_{l_0}$ ,  $S_{l_\infty}$  :

$M_0$	$\epsilon_\infty$	$S_{l_0}$	$S_{l_\infty}$
37.810	-2.5 %	75.2%	72.0 %

Masse échantillon + tare en g



- **Echantillon 1541 iA**

Conditions expérimentales :

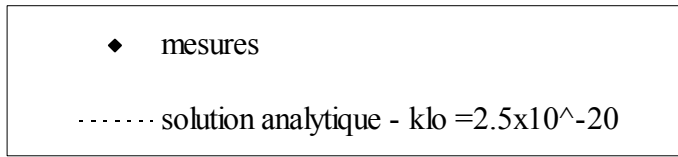
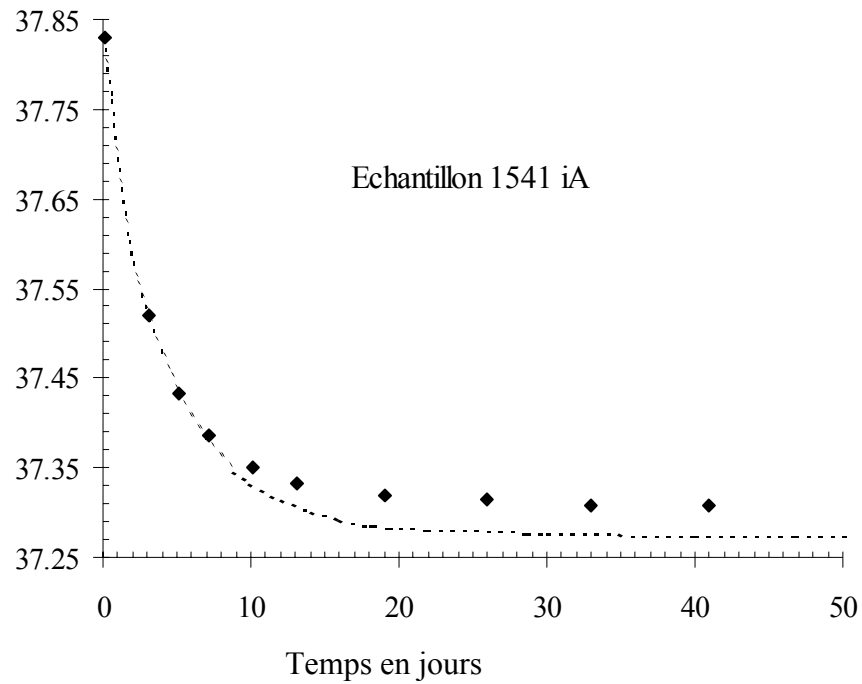
$$h_{r_0} = 59.14 \% \text{ soit } p_{l_0} = 70.9 \text{ MPa}$$

$$h_{r_{imp}} = 43.16 \% \text{ soit } p_{l_{imp}} = 113.5 \text{ MPa}$$

Valeurs considérées pour  $M_0$ ,  $\epsilon_\infty$ ,  $S_{l_0}$ ,  $S_{l_\infty}$  :

$M_0$	$\epsilon_\infty$	$S_{l_0}$	$S_{l_\infty}$
37.829	-3.3 %	69.3%	64.5 %

Masse échantillon + tare en g



• **Echantillon 1540 iG**

Conditions expérimentales :

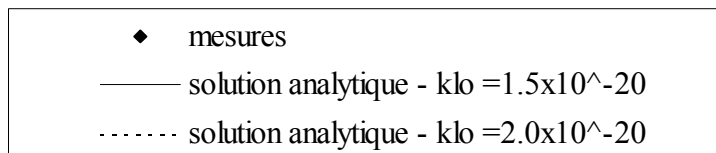
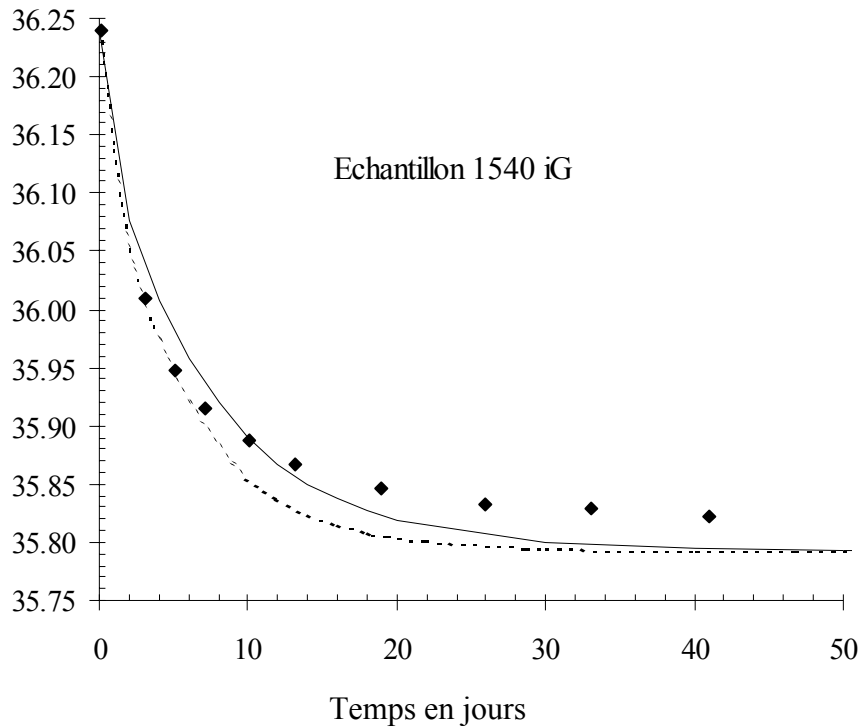
$$h_{r_0} = 43.16 \% \text{ soit } p_{l_0} = 113.5 \text{ MPa}$$

$$h_{r_{\text{imp}}} = 33.03 \% \text{ soit } p_{l_{\text{imp}}} = 149.6 \text{ MPa}$$

Valeurs considérées pour  $M_0$ ,  $\epsilon_\infty$ ,  $S_{l_0}$ ,  $S_{l_\infty}$  :

$M_0$	$\epsilon_\infty$	$S_{l_0}$	$S_{l_\infty}$
36.240	-1,6 %	63.9%	56.9 %

Masse échantillon + tare en g





• **Echantillon 1540 iH**

Conditions expérimentales :

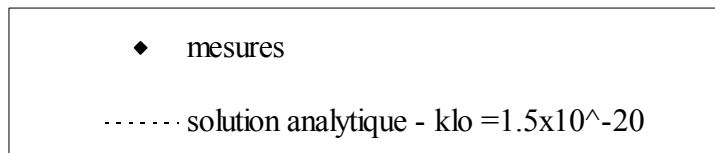
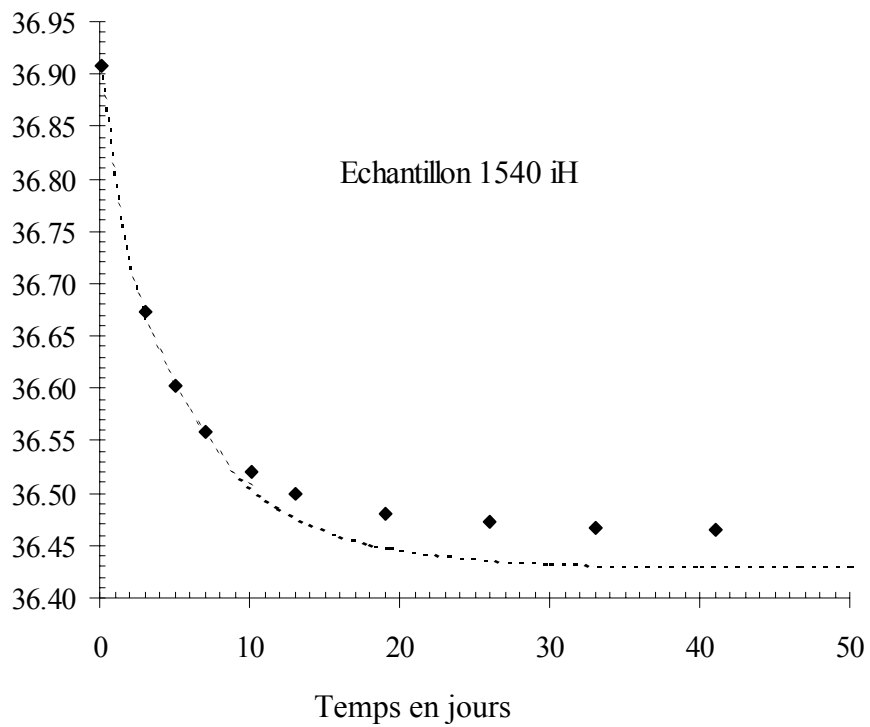
$$h_{r_0} = 33.03 \text{ soit } p_{l_0} = 149.6 \text{ MPa}$$

$$h_{r_{imp}} = 23.11 \% \text{ soit } p_{l_{imp}} = 198 \text{ MPa}$$

Valeurs considérées pour  $M_0$ ,  $\epsilon_\infty$ ,  $S_{l_0}$ ,  $S_{l_\infty}$  :

$M_0$	$\epsilon_\infty$	$S_{l_0}$	$S_{l_\infty}$
36.908	-1.8 %	57.9%	50.1 %

Masse échantillon + tare en g



• **Echantillon 1541 iB**

Conditions expérimentales :

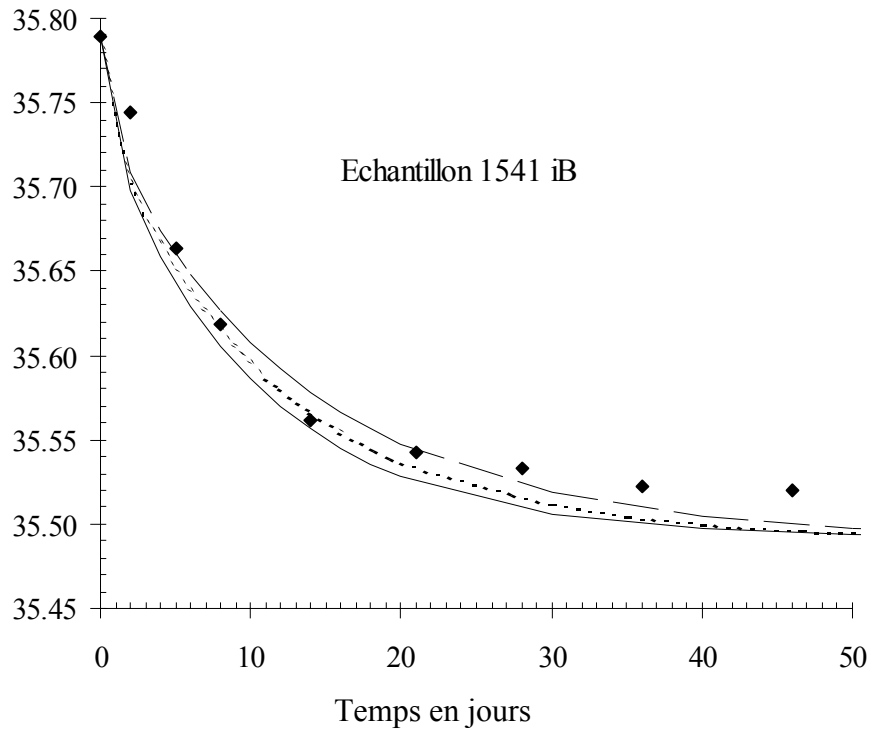
$$h_{r_0} = 23.11 \% \text{ soit } p_{l_0} = 198 \text{ MPa}$$

$$h_{r_{imp}} = 18.62 \% \text{ soit } p_{l_{imp}} = 227 \text{ MPa}$$

Valeurs considérées pour  $M_0$ ,  $\epsilon_\infty$ ,  $S_{l_0}$ ,  $S_{l_\infty}$  :

$M_0$	$\epsilon_\infty$	$S_{l_0}$	$S_{l_\infty}$
35.789	-1,7 %	49.0%	44.4 %

Masse échantillon + tare en g



◆	mesures
—	solution analytique - $k_{lo} = 7 \times 10^{-21}$
⋯	solution analytique - $k_{lo} = 8 \times 10^{-21}$
—	solution analytique - $k_{lo} = 9 \times 10^{-21}$

• **Echantillon 1540 iK**

Conditions expérimentales :

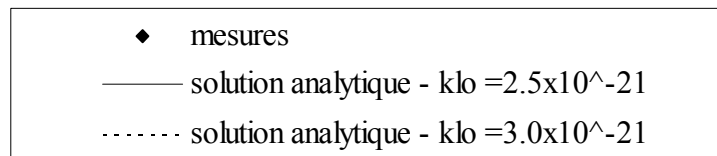
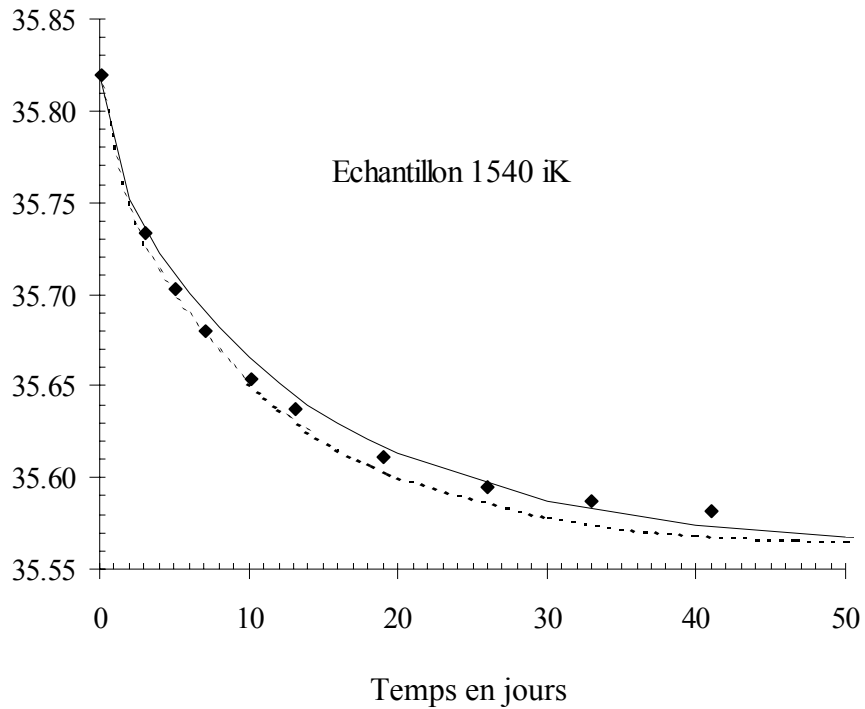
$$h_{r_0} = 11.14 \% \text{ soit } p_{l_0} = 296 \text{ MPa}$$

$$h_{r_{imp}} = 6.61 \% \text{ soit } p_{l_{imp}} = 367 \text{ MPa}$$

Valeurs considérées pour  $M_{l_0}$ ,  $\epsilon_\infty$ ,  $S_{l_0}$ ,  $S_{l_\infty}$  :

$M_{l_0}$	$\epsilon_\infty$	$S_{l_0}$	$S_{l_\infty}$
35.820	-1.4 %	34,8 %	29.8 %

Masse échantillon + tare en g



## **Références bibliographiques**

- Bear 1986 :** J. Bear and Y. Bachmat. "Introducing to Modelling of Transport Phenomena in Porous Media". Kluwer academy publishers. IBSN 0-7923-1106-X.
- Coulon 1989.** Coulon. "Etude minéralogique et chimique de l'argile de Fourges-Cahaignes (Fo-Ca-7 "Alt"). Synthèse des résultats. Rapport CEA N.T. SESD/89.40.
- Coussy 1995.** O. Coussy. "Mechanics of Porous Continua". Edition, J. Wiley & Sons. ISBN 0 471 95267 2.
- Coussy 2002 :** O. Coussy et J.M. Fleureau "Mécanique des sols non saturés". Edition Hermès Sciences.
- Dardaine 1987 :** M. Dardaine et C. Gatabin. "Etude des transferts hydrauliques à travers des argiles et des mélanges à base d'argile hautement compactés". Rapport technique CEA, R.T. D.R.D..D. n°87-125.
- Dardaine 1988 :** M. Dardaine, C. Gatabin et O. Landoas. "Conductivité hydraulique de candidats Barrières ouvragées constitués de l'argile sélectionnée FoCa naturelle pure ou mélangée à différents additifs : talc, graphique, sable". Rapport CEA, N.T. SESD/88-25
- Dardaine 1996 :** M. Dardaine et C. Gatabin. "Maquette destinée à l'étude du comportement initial de la barrière ouvragée après remplissage des vides d'assemblages. Projet PRACLAY – phase 3". Rapport CEA, N.T. SESD/96.53.
- Davin 1998.** L. Davin. "Etude des propriétés de la FoCa naturelle de carrière". Compte rendu de stage de 2<sup>ème</sup> année. Ecole Nationale Supérieure de Géologie. Document CEA (tuteur M. Jullien)
- Dereeper 2000** B. Dereeper and Jan Verstricht. "PRACLAY Project, Mock-up 'Ophelie'. Data report. Dec 1997 – Dec 1998". Progress report CEN-SCK. Mol (Belgium), February 2000, BD/00-165
- Félix 1994.** B. Félix. "Modélisation de la compression à l'état non saturé et du gonflement de l'argile Fo-Ca-7". Rapport CEA, N.T. SCS/94.01

- Fleureau 1992 :** J.M. Fleureau, S. Kheirbek-Saoud, R. Soemitro et S. Taibi. J. "Behaviour of clayey soils on drying-wetting paths". Canadian geotechnical journal, n° 30, pp287-296
- Gatabin 1999 :** C. Gatabin et S. Rodrigues. "Projet PRACLAY, maquette OPHELIE : données complémentaires concernant la barrière ouvragée". Rapport CEA, N.T. SESD/99.56
- Hugh 1998 :** Hugh Y. She and Brent E. Sleep. "The effect of température on capillary pressure-saturation relationships for air-water and perchloroethylene-water systems". Water resources reseach, vol. 34, n°10, pp2587-2597, october 1998.
- Imbert 1994.** C. Imbert et O. Landoas. "Etude de l'hydratation uniaxiale d'échantillon compactée par la méthode gammadensimétrique double source". Rapport ANDRA, N.T. SCS/93.45. DQCI, 21/12/93.
- Lagarde 1988 :** B. Lagarde et D. Tessier. "Etude structurale de l'argile de Fourges Cahaignes soumise à une réhumectation". Rapport CEA, N.T. SESD/88.13.
- Lajudie 1984 :** A. Lajudie et M. Dardaine. "Mesure et analyses d'identification et de caractérisation des argiles prospectées par le BRGM". Rapport CEA, N.T. SESD/84.27.
- Lambe 1958.** "The engineering behaviour of compacted clay". Proc. American Soc. Civ. Engrs, n°84, SM2, 1655-1 to 1655-35.
- Lassabatère 1994.** T. Lassabatère. "Couplages hydromécaniques en milieu poreux non saturé avec changement de phase". Thèse de doctorat. Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- Mainguy 1999.** M. Mainguy. "Modèles de diffusion non linéaires en milieux poreux. Application à la dissolution et au séchage des matériaux cimentaires". Thèse de doctorat. Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- Matyas 1968 :** E. L. Matyas and H.S. Radhakrishna. "Volume change characteristics of partially saturated soils". Géotechnique, 18, pp432-448.

- Michaux 1995 :** L. Michaux et J.M. Loubignac. "Evolution de la microstructure de l'argile Fo-Ca-7 compactée lors d'un cycle d'hydratation /déshydratation à 25°C". Rapport CEA, N.T. SESD/95.37.
- Mitchell 1956.** "The importance of structure on the engineering behaviour of clay". Sc. D. Thesis. Massachusetts Institute of Technology.
- Plas 1987 :** F. Plas, D. Broc et J. Raynal. "Etude expérimentale du comportement isotrope contrainte-déformation des matériaux argileux candidats B.O. à l'état saturé : résultats d'essais oedométriques "Haute-Pression" sur deux argiles pures françaises FoCa et FzGr". Rapport technique CEA, N.T. SESD/87.53.
- Plas 1988.** F. Plas. "Une méthode de mesure indirecte de la perméabilité des matériaux de type sol : l'essai de consolidation uniaxiale. Principe et application à l'argile française de référence Fo-Ca". Rapport CEA, N.T. SESD/88.31.
- Saiyouri 1996.** N. Saiyouri. "Approche microstructurale et modélisation des transferts d'eau et du gonflement dans les argiles non saturées". Thèse de doctorat. Ecole Centrale de Paris.
- Seed 1959 :** H.B. Seed and C.K. Chan. "Structure and strength characteristics of compacted clays". Proc. American Soc. Civ. Engrs, n°85, SM5, pp87-128.
- Tessier 1984.** D. Tessier. "Etude expérimentale de l'organisation des matériaux argileux". Thèse de doctorat. Université de Paris VII.
- Terzaghi 1943.** " Theoretical Soil Mechanics". J. Wiley & Sons.
- Vicol 1990.** "Comportement hydraulique et mécanique d'un sol fin saturé. Application à la modélisation". Thèse de doctorat. Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- Wahyudi 1991.** "Etude des propriétés mécaniques des matériaux argileux en relation avec leur organisation à différentes échelles". Thèse de doctorat. Ecole Centrale de Paris.

**Verstricht 1999 :** J. Verstricht, B. Dereeper. "Project PRACLAY. Mockup "OPHELIE". Technical specifications. Topical report".  
Rapport SCK/CEN, R-3312