



HAL
open science

**Contributions à l'étude du comportement
thermo-hydro-mécanique de l'argilite du
Callovo-Oxfordien (France) et de l'argile à Opalinus
(Suisse)**

Malik Belmokhtar

► **To cite this version:**

Malik Belmokhtar. Contributions à l'étude du comportement thermo-hydro-mécanique de l'argilite du Callovo-Oxfordien (France) et de l'argile à Opalinus (Suisse). Géotechnique. Université Paris-Est, 2017. Français. NNT : 2017PESC1026 . tel-01630492

HAL Id: tel-01630492

<https://pastel.hal.science/tel-01630492>

Submitted on 7 Nov 2017

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

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

THESE

Présentée pour obtenir le grade de

Docteur de l'université Paris-Est

Ecole Doctorale Science, Ingénierie et Environnement (SIE)

Spécialité : *Géotechnique*

Soutenue le 4 mai 2017 à Champs-sur-Marne par

Malik BELMOKHTAR

**Contributions à l'étude du comportement thermo-hydro-mécanique de
l'argilite du Callovo-Oxfordien (France) et de l'Argile à Opalinus (Suisse).**

JURY

Pr. Antonio GENS	Universitat Politècnica de Catalunya	Rapporteur
Pr. Jian-Fu SHAO	Ecole Polytechnique – Université de Lille	Rapporteur
Pr. Frédéric PELLET	Ecole des Mines ParisTech	Examinateur
Dr. Nathalie CONIL	Andra R&D	Examinatrice
Dr. Silvio GIGER	Nagra R&D	Examinateur
Pr. Pierre DELAGE	Ecole des Ponts ParisTech	Directeur de thèse
Dr. Siavash GHABEZLOO	Ecole des Ponts ParisTech	Co-encadrant de thèse



UNIVERSITÉ ———
— PARIS-EST

THESE

Présentée pour obtenir le grade de

Docteur de l'université Paris-Est

Ecole Doctorale Science, Ingénierie et Environnement (SIE)

Spécialité : *Géotechnique*

Soutenanue le 4 mai 2017 à Champs-sur-Marne par

Malik BELMOKHTAR

**Contributions à l'étude du comportement thermo-hydro-mécanique de
l'argilite du Callovo-Oxfordien (France) et de l'Argile à Opalinus (Suisse).**

à mes parents
à mon frère et mes sœurs
à Lydiá

« Il n'y a point de bonheur sans courage, ni de vertu sans combat ».
« There is no happiness without courage, nor virtue without a struggle ».

Jean-Jacques ROUSSEAU

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein de l'équipe Géotechnique (CERMES) du Laboratoire Navier de l'Ecole des Ponts ParisTech. Il n'aurait pu être accompli sans l'aide de nombreuses personnes à qui je souhaite présenter ma gratitude.

J'adresse mes remerciements à Monsieur Frédéric PELLET, professeur à l'Ecole des Mines ParisTech, qui a présidé le jury de la thèse, à Monsieur Antonio GENS, professeur à l'Universitat Politècnica de Catalunya, et Monsieur Jian-Fu SHAO, professeur à l'Université de Lille, pour m'avoir fait l'honneur d'accepter de rapporter ma thèse.

Je remercie également Nathalie CONIL et Silvio GIGER pour leurs collaborations considérables, leurs conseils précieux et le partage généreux de leur expérience.

Je remercie très chaleureusement et j'exprime ma profonde gratitude à Monsieur Pierre DELAGE, professeur à l'école des Ponts ParisTech, pour m'avoir accordé sa confiance pour l'élaboration de cette thèse. Cher Professeur, vos conseils précieux, votre encadrement, votre disponibilité, vos encouragements et votre bonne humeur tout au long de ces années ont été un appui rigide.

J'adresse particulièrement et très amicalement mes remerciements à Monsieur Siavash GHABEZLOO, Chercheur à l'Ecole des Ponts ParisTech. Cher ami, tu as donné un élan d'une autre dimension à mes travaux grâce à tes qualités scientifiques et personnelles. Tes encouragements, ta disponibilité et tes réponses pertinentes ont été précieux et fructueux.

Je remercie l'équipe technique qui m'a apporté une aide sans égale. Je remercie Marine LE MAIRE, Emmanuel DE LAURE, Hocine DELMI, Baptiste CHABOT et Xavier BOULAY pour leur assistance sans laquelle mes expérimentations n'auraient pu être réalisées.

Je remercie l'ensemble des chercheurs de l'équipe CERMES pour leur générosité scientifique, leur partage et leurs multiples discussions et échanges quotidiens.

Je remercie très chaleureusement nos gestionnaires, Armelle FAYOL, Rachida ATMANI et Sabrina CHARTIER pour l'assistance qu'elles m'ont accordée durant cette thèse.

Je remercie mes chers amis et collègues de CERMES, particulièrement la team ENSTP, Radja EL ANDALOUSSI, Hamza MENACEUR, Rachid FELLAG et Sadok FEIA. Je remercie particulièrement mes amis de l'IFFSTAR, Katia BELLAGH, Zineb ABCHIR, Yaghkob IKEZOUHENE et Mamadou Doudou NGOM avec qui j'ai partagé les meilleurs moments de ma thèse.

Je remercie ma sœur Saliha et son mari Hassene qui m'ont soutenu et qui ont été mes parents en France. Je remercie ma famille, mes amis et mes proches de l'autre côté de la méditerranée. J'adresse une pensée particulière à mon père et ma mère qui n'ont ménagé aucun effort pour que je devienne ce que je suis aujourd'hui. Je remercie chaleureusement mon frère et mes sœurs pour leur soutien.

Je ne saurais oublier ma future femme Lydia pour son amour et sa patience. La distance ne l'a pas empêchée de m'apporter un soutien moral et des encouragements sans équivalents. 0902!

Résumé

Les roches argileuses profondes de très faible perméabilité (10^{-20} m^2), telles que l'argilite du Callovo-Oxfordien (COx) en France ou l'Argile à Opalinus en Suisse, sont des roches hôtes potentielles pour le stockage géologique des déchets radioactifs. Lors des différentes phases du stockage, ces roches seront soumises à des sollicitations thermo-hydro-mécaniques (THM) couplées. La détermination de leurs caractéristiques THM reste à compléter pour une meilleure compréhension de la réponse du champ proche des galeries de stockage.

L'étude expérimentale des matériaux de faible perméabilité est délicate et plusieurs questions sur leur comportement THM restent posées. Dans ce contexte, deux systèmes expérimentaux originaux avec mesures précises des déformations locales et chemin de drainage (H) réduit ont été développés et utilisés pour la réalisation d'essais saturés drainés : une cellule de compression isotrope ($H = 10 \text{ mm}$) et une cellule triaxiale standard dont le chemin de drainage a été réduit à l'aide d'un géotextile placé autour de l'échantillon ($H = 19 \text{ mm}$).

Une caractérisation poroélastique détaillée de l'argilite du COx en cellule isotrope a permis, par des approches directes et indirectes compatibles, une détermination fiable des paramètres poroélastiques isotropes transverses du matériau, identifiés dans un cadre théorique permettant de déterminer les composantes du tenseur de Biot (coefficients b_1 et b_2 , respectivement perpendiculaire et parallèle au litage). Un paramètre clé peu documenté à ce jour est le module de compression des grains solides, déterminé à l'aide d'un essai de compression sans membrane ($K_s = 21.7 \text{ GPa}$).

Un contrôle de température et un étalonnage précis de ces effets parasites ont permis l'étude de la réponse volumique thermique de l'argilite du COx lors d'un essai de chauffage drainé sous confinement isotrope constant proche de l'état in-situ. Une expansion thermoélastique suivie d'une contraction thermoplastique a été observée, avec une température de transition à 48°C , proche de la plus grande température supportée pendant l'histoire géologique de l'argilite. On confirme ainsi le fait que les argilites gardent en mémoire la température maximale supportée. La précision des mesures de déformations a aussi permis d'identifier un fluage volumique, dont l'amplitude est accentuée à 80°C .

Des calculs poroélastiques avec les conditions aux limites du système de drainage amélioré ont permis de déterminer l'ordre de grandeur des taux de déformations axiales permettant un bon drainage lors du cisaillement triaxial ($6.6 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$). Les essais drainés sur l'argilite du COx présentent une bonne compatibilité avec un critère déjà publié. Des résultats cohérents ont aussi été obtenus sur le critère de rupture de l'Argile à Opalinus, par rapport auquel ont été comparés ceux de l'argilite du Callovo-Oxfordien et ont confirmé l'effet de la porosité sur la résistance des argilites.

L'ensemble de ces résultats permet de réduire l'incertitude concernant les propriétés THM des argilites et devrait permettre une meilleure estimation de la réponse du champ proche des galeries au cours des différentes phases de leur période service.

Mot clés : argilites, perméabilité, drainage, saturation, poroélasticité, coefficients de Biot, isotropie transverse, cisaillement triaxial, chauffage, fluage.

Abstract

Deep low permeability claystones (10^{-20} m^2), such as Callovo-Oxfordian claystone (COx) in France or the Opalinus Clay in Switzerland, are potential host rocks for deep geological radioactive waste disposal. During the various phases of the storage, these rocks will be subjected to thermo-hydro-mechanical (THM) coupled effects. The determination of their THM parameters remains to be completed for a better understanding of the near-field response of the storage galleries.

The experimental study of low permeability geomaterials is difficult and several questions about their THM behavior still remain. In this context, two original experimental systems with high precision local strain measurements and reduced drainage lengths (H) were developed and used for saturated drained tests: an isotropic compression cell ($H = 10 \text{ mm}$) and a standard triaxial cell with a reduced drainage length using a geotextile placed around the sample ($H = 19 \text{ mm}$).

A detailed poroelastic characterization of the COx argillite in the isotropic cell provided a set of compatible transverse isotropic poroelastic parameters of the material, identified in a theoretical framework allowing to determine the Biot tensor components (coefficients b_1 and b_2 , perpendicular and parallel to bedding plans, respectively). A key parameter not well documented to date is theunjacketed modulus that was determined by means of an unjacketed compression test ($K_s = 21.7 \text{ GPa}$).

A temperature control and an accurate calibration of thermal parasite effects allowed the investigation of the thermal volumetric response of the COx argillite during a drainage test under constant isotropic confining stress close in-situ state conditions. A thermoelastic expansion followed by a thermoplastic contraction was observed, with a transition at a temperature of $48 \text{ }^\circ\text{C}$, close to the highest temperature supported during the geological history of the claystone. It is thus confirmed that such claystones keep in memory the maximum supported geological temperature. The precision of the deformation measurements also made it possible to identify a volumetric creep that is enhanced at $80 \text{ }^\circ\text{C}$.

Poroelastic calculations with the boundary conditions of the improved drainage system allowed to determine the magnitude of axial strain rates allowing good drainage during triaxial drained shearing ($6.6 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$). The drained tests carried out on the COx claystone showed a good compatibility with a criterion already published. Coherent data were also obtained on the Opalinus Clay failure criterion, that were compared to those COx claystone and confirmed the effect of porosity on claystones strength.

These results make it possible to reduce the uncertainties concerning the THM properties of claystones and should allow a better estimation of the response of the near field close to the galleries during the different phases of their service period.

Key words: claystone, permeability, drainage, saturation, poroelasticity, Biot coefficient, transverse isotropy, triaxial testing, heating, creep.

Publications

Revues

Belmokhtar M, Delage P, Ghabezloo S, Tang AM, Menaceur H, Conil N (2017). “Poroelasticity of the Callovo–Oxfordian Claystone”. *Rock Mechanics and Rock Engineering*. 50:871–889.

Belmokhtar M, Delage P, Ghabezloo S, Conil N (2017). “Thermal volume changes and creep in the Callovo-Oxfordian claystone”. *Rock Mechanics and Rock Engineering*. doi: 10.1007/s00603-017-1238-7

Belmokhtar M, Delage P, Ghabezloo S, Conil N (2017). “Active porosity in swelling claystone and shales: insight from the Callovo-Oxfordian claystone”. *Version révisée envoyée à Géotechnique*.

Belmokhtar M, Delage P, Ghabezloo S, Conil N (2017). “Drained triaxial tests in low permeability shales. Application to the Callovo-Oxfordian claystone”. *Soumis à Rock Mechanics and Rock Engineering*.

Belmokhtar M, Delage P, Ghabezloo S, Giger S (2017). “Pre-failure response and failure criterion of Opalinus Clay”. *En cours de rédaction*.

Delage P, Karakostas F, Dhemaied A, **Belmokhtar M**, Lognonné P, Golombek M, De Laure E, Hurst K, Dupla J-C, Keddar S, Cui Y-J, Banerdt B (2017) “An Investigation of the Mechanical Properties of Some Martian Regolith Simulants with Respect to the Surface Properties at the InSight Mission Landing Site”. *Space Science Review*. doi: 10.1007/s11214-017-0339-7

Delage P, Menaceur H, **Belmokhtar M**, Talandier J (2016). “Effect of a partial saturation on the hydromechanical response of a clay rock”. *Journal of Applied Engineering Science & Technology*.

Conférences

Belmokhtar M, Delage P, Ghabezloo S, Conil N (2017). “Poroelastic investigation of the Callovo-Oxfordian claystone”. *6th Biot Conference on Poromechanics*. *Accepté*.

Belmokhtar M, Delage P, Ghabezloo S, Conil N (2017). “Thermal behaviour and creep of the Callovo-Oxfordian claystone”. *6th Biot Conference on Poromechanics*. *Accepté*.

Belmokhtar M, Delage P, Ghabezloo S, Conil N (2017). “Thermal behaviour and creep of the Callovo-Oxfordian claystone”. *6th International Conference on Coupled THMC Processes in Geosystems 5-7 Jul 2017 Paris (France)*. *Accepté*.

Belmokhtar M, Delage P, Ghabezloo S, Conil N (2017). “Thermal behaviour and temperature effects on creep in the Callovo-Oxfordian claystone”. *The 7th International Conference on Clays in Natural and Engineered Barriers for Radioactive Waste Confinement*. Soumis.

Belmokhtar M, Delage P, Ghabezloo S, Conil N (2017). “Transverse isotropic poroelastic parameters of the Callovo-Oxfordian claystone”. *The 7th International Conference on Clays in Natural and Engineered Barriers for Radioactive Waste Confinement*. Soumis.

Belmokhtar M, Delage P, Giger S, Garitte B (2017). “Young’s modulus and failure criterion of the Opalinus Clay”. *The 7th International Conference on Clays in Natural and Engineered Barriers for Radioactive Waste Confinement*. Soumis.

Belmokhtar M, Delage P, Giger S, Garitte B (2017). “The relevance of UCS tests in swelling claystones, with reference to the Opalinus Clay”. *The 7th International Conference on Clays in Natural and Engineered Barriers for Radioactive Waste Confinement*. Soumis.

Belmokhtar M, Delage P, Ghabezloo S, Conil N (2016). “Etude du module de compression de la phase solide de l’argilite du Callovo-Oxfordien”. *14^{ème} Colloque du Groupe Français des Argiles*.

Sommaire

Résumé	ii
Abstract.....	v
Publications.....	vi
Liste des tableaux	xi
Liste des figures	xii
Introduction générale.....	1
Chapitre : 1 Matériaux et protocoles expérimentaux.	4
1.1. L'argilite du Callovo-Oxfordien.....	4
1.2. L'Argile à Opalinus	8
1.3. Dispositifs expérimentaux	11
1.3.1. Cellule isotrope thermique.....	11
1.3.2. Cellules triaxiales	13
1.4. Protocoles et méthodes	14
1.4.1. Préparation et conservation des échantillons	14
1.4.2. Mesure des déformations.....	18
1.4.3. Phase de saturation	19
1.4.4. Vitesses de chargement.....	21
1.5. Conclusion.....	23
Chapitre 2 : Cadre théorique porélastique	25
2.1. Cadre théorique de la poroélasticité saturée	25
2.1.1. Comportement volumique poroélastique.....	26
2.1.2. Poroélasticité anisotrope.....	31
2.2. Détermination des coefficients b_1 et b_2 au laboratoire.....	35
2.2.1. Essais œdométriques.....	35
2.2.2. Essais en cellule isotrope.....	39
2.3. Poroélasticité non-saturée.....	41
2.4. Conclusion.....	46
Chapitre 3 : Etude du comportement poroélastique de l'argilite du Callovo-Oxfordien.....	47
3.1. Etat des connaissances.....	47
3.1.1. Mesure du coefficient de Biot.....	47
3.1.2. Mesures des modules drainé K_d et sans membrane K_s	52
3.2. Détermination des propriétés poroélastiques de l'argilite du Callovo-Oxfordien.....	55
3.2.1. Introduction	56
3.2.2. Poroelasticity framework.....	57

3.2.3.	Material and methods	61
3.2.4.	Experimental program and results	67
3.2.5.	Analysis of experimental results and discussion	72
3.2.6.	Conclusion	77
	Appendix 1	79
	Appendix 2	82
3.3.	Effet des propriétés de compression des grains sur l'anisotropie macroscopique.....	85
3.3.1.	Micro-isotropie des grains solides	85
3.3.2.	Micro-anisotropie des grains solides	87
3.3.3.	Grains solides isotropes transverses	88
3.4.	Porosité active dans l'argilite du COx	90
3.4.1.	Introduction	91
3.4.2.	Background.....	92
3.4.3.	Materials and methods.....	93
3.4.4.	Experimental results	98
3.4.5.	Active porosity in the COx claystone	100
3.4.6.	Conclusion.....	102
3.5.	Conclusion.....	103
Chapitre 4 : Caractérisation du comportement mécanique de l'argilite du Callovo-Oxfordien et de l'Argile à Opalinus		104
4.1.	Critère de rupture des argilites.....	105
4.1.1.	Argilite du Callovo-Oxfordien	105
4.1.2.	Argile à Opalinus.....	108
4.2.	Nouveau protocole pour les essais triaxiaux drainés ; application à l'argilite du Callovo-Oxfordien	112
4.2.1.	Introduction	113
4.2.2.	Material and methods	115
4.2.3.	Drained shear rate.....	118
4.2.4.	Experimental results and discussion.....	121
4.2.5.	Conclusion.....	127
4.3.	Comportement mécanique de l'Argile à Opalinus	128
4.3.1.	Caractéristiques initiales.....	128
4.3.2.	Programme expérimental.....	129
4.3.3.	Phase de mise en pression.....	129
4.3.4.	Phase de saturation	130
4.3.5.	Essais de cisaillement drainés.....	133
4.3.6.	Critère de rupture.....	138
4.3.7.	Comparaison avec l'argilite du COx	140
4.4.	Conclusion.....	141

Chapitre 5 : Réponse volumique thermique et fluage dans l'argilite du Callovo-Oxfordien.....	142
5.1. Réponse thermique de l'argilite du COx	143
5.1.1. Essai de chauffage in-situ : expérimentation TER.....	143
5.1.2. Essais THM au laboratoire	147
5.2. Comportement à long terme	151
5.3. Chauffage drainé et fluage de l'argilite de Callovo-Oxfordien	154
5.3.1. Introduction	155
5.3.2. Material and methods	156
5.3.3. Experimental results	161
5.3.4. Discussion and interpretation	165
5.4. Conclusion.....	172
Conclusions et perspectives	173
Références bibliographiques	178
Annexe	188

Liste des tableaux

Chapitre 1

Tableau 1-1. Profondeurs de l'Argile à Opalinus (d'après Giger and Marschall 2014)	8
Tableau 1-2. Composition minéralogique de l'eau de l'Argile à Opalinus.....	21

Chapitre 3

Tableau 3-1. Valeurs de coefficient de Biot obtenues par Mohajerani (2011).....	52
Tableau 3-2. Initial characteristics of the studied specimens.....	62
Tableau 3-3. Measured anisotropic modulus in drained and pore pressure tests.....	72
Tableau 3-4. Calculation of b_1 and b_2 for different ν_{12}	72
Tableau 3-5. Calculated K_s from measured K_d and H	74
Tableau 3-6. Calculation of the Biot effective stress coefficient b	75
Tableau 3-7. Variation of the Biot coefficient.....	76
Tableau 3-8. Valeurs de coefficient de Biot anisotropes mesurés dans cette étude.....	85
Tableau 3-9. Anisotropie du coefficient de Biot dans le cas de grains solides micro-isotropes.....	86
Tableau 3-10. Anisotropie du coefficient de Biot dans le cas de grains solides isotropes transverses.....	89
Tableau 3-11. Effect of total and active porosity on the value of the Skempton coefficient B	101

Chapitre 4

Tableau 4-1. Caractéristiques de l'argilite du COx à 490 m de profondeur (Armand et al. 2013a) .	106
Tableau 4-2. Tableau récapitulatifs des paramètres hydromécaniques de l'Argile à Opalinus proposés par (Giger and Marschall 2014).....	109
Tableau 4-3. Caractéristiques initiales et conditions d'essai de Wild (2016), Favero (2017) et Giger et al. (2017).....	111
Tableau 4-4. Initial characteristics of the tested specimens.....	116
Tableau 4-5. Measured strength an elastic parameters of the tested specimens of COx claystone....	126
Tableau 4-6. Caractéristiques initiales des éprouvettes de l'Argile à Opalinus.....	128
Tableau 4-7. Tableau récapitulatif des essais triaxiaux réalisés sur l'Argile à Opalinus	129
Tableau 4-8. Taux de gonflement mesurés lors de la saturation.....	132
Tableau 4-9. Paramètres mesurés à partir des essais triaxiaux drainés.....	136
Tableau 4-10. Paramètre des critères de Hoek-Brown et de Mohr-Coulomb.....	139

Chapitre 5

Tableau 5-1. Paramètres THM considérés par Garitte et al. (2007) et Jia et al. (2009).....	145
Tableau 5-2. Initial characteristics of the studied specimen EST51338.....	157
Tableau 5-3. Parameters of the Kelvin-Voigt model.....	167
Tableau 5-4. Thermal expansion coefficients of the main minerals of the COx.....	170

Liste des figures

Chapitre 1

Figure 1-1. Diagramme des formations géologiques de Meuse/Haute-Marne (Andra 2005).	4
Figure 1-2. Laboratoire souterrain de Meuse/Haute-Marne (www.andra.fr).	5
Figure 1-3. Lithologie et variation minéralogique de l'argilite du COx à l'aplomb du laboratoire souterrain de Bure (Gaucher et al. 2004).	6
Figure 1-4. Distribution 3D des minéraux de l'argilite du Callovo-Oxfordien (Robinet et al. 2012). ...	7
Figure 1-5. Courbe porosimétrique de l'argilite de COx ; (a) Echantillon séché (Andra, 2005), (b) Echantillon lyophilisé (Menaceur et al. 2016b).	7
Figure 1-6. Endroits d'extraction de l'Argile à Opalinus pour les essais géomécaniques (modifié à partir de Giger and Marschall 2014).	8
Figure 1-7. Profil géologique à proximité de Lausen (Nagra).	9
Figure 1-8. (a) Profil géologique le long du laboratoire de Mont Terri, (b) Aménagement des galeries du laboratoire (modifiés à partir de www.mont-terri.ch).	9
Figure 1-9. (a) Composition minéralogique de l'Argile à Opalinus (Corkum and Martin 2007), (b) Photomicrographie de l'Argile à Opalinus 2000× (Munoz et al. 2009).	10
Figure 1-10. Système de mesure locale des déformations dans la cellule isotrope.	11
Figure 1-11. Disposition de la cellule isotrope: (a) schéma avec un bain thermostaté, (b) bain thermostaté, (c) schéma avec cordons chauffants, (d) photo de la cellule avec cordons chauffants.	12
Figure 1-12. Mise en place de l'échantillon dans la cellule isotrope.	12
Figure 1-13. Cellules triaxiales : (a) Schéma d'ensemble, (b) Cellule Timodaz, (c) Cellule HP3.	13
Figure 1-14. Système de mesure locale des déformations dans les cellules triaxiales.	14
Figure 1-15. Cellule T1 des carottes de l'argilite du Callovo-Oxfordien.	15
Figure 1-16. Carotte de l'Argile à Opalinus.	15
Figure 1-17. Photos au microtomographe des carottes de l'Argile à Opalinus fournies par la Nagra avec la carotte core5 après ouverture.	16
Figure 1-18. Conservation des échantillons au laboratoire.	16
Figure 1-19. Carottage des échantillons de l'argilite de COx.	17
Figure 1-20. Bouts de carotte de l'Argile à Opalinus préparés pour échantillonnage.	17
Figure 1-21. Carottage des échantillons : (a) Carottier à diamant, (b) disposition du carottage de l'Argile à Opalinus.	17
Figure 1-22. (a) Scie à fil diamanté, (b) Système de serrage de la scie à fil, (c) échantillon triaxial découpé, (d) surfaçage des échantillons.	18
Figure 1-23. Inserts pour assurer le contact direct entre l'échantillon et le LVDT.	18
Figure 1-24. Effet de la membrane sur la mesure des déformations.	19
Figure 1-25. (a) Cellule d'interface entre eau distillée du GDS et eau synthétique, (b) Bandes de géotextile pour le drainage latéral.	20
Figure 1-26. Suppressions interstitielles calculée à différents taux de chargement pour une compression isotrope drainée (Chapitre 3).	22
Figure 1-27. Critère de rupture obtenu par Hu et al. (2014) et Menaceur et al. (2015) (figure de Menaceur et al. (2015))	23

Chapitre 2

Figure 2-1. Principe de superposition des phases d'un milieu poreux saturé.	25
Figure 2-2. Conditions aux limites d'un essai œdométrique perpendiculaire aux plans de litage.	36
Figure 2-3. Conditions aux limites d'un essai œdométrique parallèle aux plans de litage.	38

Figure 2-4. Représentation schématique d'un milieu poreux non-saturé.....	42
----------------------------------------------------------------------------------	----

Chapitre 3

Figure 3-1. Principe de la cellule œdométrique utilisée par (Vincké et al. 1997; Escoffier 2002; Bemmer et al. 2004).....	49
Figure 3-2. Valeurs de coefficient de Biot de l'argilite du COx mesurés par (Vincké et al. 1997; Vincké et al. 1998; Escoffier 2002; Bemmer et al. 2004; Salager 2008).....	50
Figure 3-3. Coefficients de Biot mesurés dans la littérature en compression isotrope.....	51
Figure 3-4. Principe de la cellule isotrope à cylindre creux utilisée par Mohajerani (2011).....	51
Figure 3-5. Modules drainés K_d mesurés par Heitz (1999) en compression isotrope.....	53
Figure 3-6. Modules drainés K_d estimés à partir de modules œdométriques.....	54
Figure 3-7. Modules sans membrane K_s estimés à partir d'essais œdométriques.....	54
Figure 3-8. (a) Isotropic compression cell; (b) Overall system with controlled temperature bath.....	62
Figure 3-9. Displacement measurement system.....	63
Figure 3-10. Effect of the membrane on the strain measurements.....	64
Figure 3-11. Saturation phase: (a) sample EST31912c, (b) sample EST31912e.....	65
Figure 3-12. Drained isotropic compression cycles: (a) EST31912c, (b) EST31912e.....	68
Figure 3-13. Pore pressure loading-unloading test: (a) EST31912c, (b) EST31912e.....	69
Figure 3-14. Unjacketed test (EST31912-c), pressure-strain response in loading phase.....	70
Figure 3-15. Undrained isotropic compression tests: (a) EST31912c, (b) EST31912e.....	71
Figure 3-16. Skempton coefficient measured for test EST31912c.....	71
Figure 3-17. Initial and boundary conditions for the different tests.....	80
Figure 3-18. Calculated pore water pressure in a drained isotropic compression test: (a) Pore pressure vs. confining pressure at $Z=10\text{mm}$, (b) Calculated pore pressure along the sample at the end of loading.....	81
Figure 3-19. Calculated excess pore pressure profile in a pore pressure test.....	81
Figure 3-20. Evolution of pore pressure at $Z=10\text{ mm}$ with respect to confining pressure.....	82
Figure 3-21. Parametric study of the error on Skempton coefficient (B).....	84
Figure 3-22. Parametric study of the error on the undrained modulus (K_u).....	84
Figure 3-23. Evolution des coefficients de Biot anisotropes b_1 et b_2 avec le rapport E_2/E_1 dans le cas de grains solides isotropes à l'échelle microscopique.....	87
Figure 3-24. Evolution des coefficients de Biot anisotropes b_1 et b_2 dans le cas de grains solides isotropes transverses à l'échelle microscopique.....	90
Figure 3-25. MIP pore size distribution of the COx claystone, after (Delage et al. 2014b).....	95
Figure 3-26. (a) Isotropic compression cell; (b) Overall system with controlled temperature bath.....	96
Figure 3-27. Volume changes during the saturation phase (EST31912-c).....	98
Figure 3-28. Drained isotropic compression test.....	99
Figure 3-29. Unjacketed test.....	100
Figure 3-30. Undrained unloading test.....	100

Chapitre 4

Figure 4-1. (a) Effet de la saturation sur la résistance à la compression simple (Pham et al. 2007). (b) Anisotropie et évolution du module élastique en fonction de la saturation (Zhang et al. 2012).....	106
Figure 4-2. Résistances au cisaillement triaxial présentées dans la bibliographie.....	107
Figure 4-3. Résistance à la compression simple de l'Argile à Opalinus (Giger and Marschall 2014).109	109
Figure 4-4. Résistances au pic mesurées sur l'Argile à Opalinus de Mont Terri (Giger et Marschall, 2014).....	110

Figure 4-5. Critère de rupture récent d'Argile à Opalinus.....	111
Figure 4-6. Triaxial system : (a) Schematic view, (b) Geotextiles around the sample, (c) Strain measurement system.....	117
Figure 4-7. Initial and boundary conditions: (a) enhanced lateral drainage, (b) Simple drainage.	120
Figure 4-8. (a) excess pore pressure profile under different rates with enhanced drainage, (b) comparison between simple and enhanced drainage with a rate of $6.6 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$, (c) pore pressure evolution at the centre of the sample.....	121
Figure 4-9. Drained isotropic compression test compared to Ghabezloo and Sulem (2009).	122
Figure 4-10. Saturation phase: (a) EST51338a, (b) EST51338b.....	123
Figure 4-11. Followed paths on the tested specimens: (a) EST51338a, (b) EST51338b.	124
Figure 4-12. Drained sheared tests: (a) in-situ effective stress (8 MPa), (b) 1.5 in-situ effective stress (12 MPa).....	125
Figure 4-13. Comparison of the obtained shear strength with other works.....	125
Figure 4-14. Comparison of the elastic parameters with Menaceur et al. (2015): (a) Young's modulus, (b) Poisson's ratio.....	127
Figure 4-15. Phase de mise en pression avant saturation.	130
Figure 4-16. Déformations mesurées lors de la saturation avec 0.3 MPa de pression interstitielle. ..	131
Figure 4-17. Saturation sous 5 MPa de contrainte effective ($\sigma = 6.9 \text{ MPa}$ and $u_w = 1.9 \text{ MPa}$).....	132
Figure 4-18. Saturation sous 15 MPa de contrainte effective ($\sigma = 16.9 \text{ MPa}$ and $u_w = 1.9 \text{ MPa}$)....	133
Figure 4-19. Gonflement mesuré sous différentes pressions de confinement.	133
Figure 4-20. Résultats d'essais triaxiaux drainés.	135
Figure 4-21. Photos d'échantillons cisailés.	137
Figure 4-22. Paramètres élastiques en fonction de la contrainte de confinement : (a) Modules de Young, (b) Coefficient de Poisson.	138
Figure 4-23. Critère de rupture de l'Argile à Opalinus.	138
Figure 4-24. Critère de rupture de l'Argile à Opalinus.	140
Figure 4-25. Critère de l'argilite du COx comparé au critère de l'Argile à Opalinus.	140

Chapitre 5

Figure 5-1. Vue 3D de la zone de l'expérimentation TER au laboratoire de Bure.	143
Figure 5-2. Evolution de la température mesurée in-situ à une distance de 0.6 m et 1.5 m dans le sens perpendiculaire et parallèle au litage (Rapport Andra 2010, d'après Mohajerani 2011).	144
Figure 5-3. Evolution de la pression interstitielle dans l'expérimentation TER : (a) parallèle au litage, (a) perpendiculaire au litage (Rapport Andra 2010, d'après Mohajerani 2011).	144
Figure 5-4. Simulation de l'évolution de la température : (a) Garitte et al. (2007) ; code_BRIGHT, (b) Jia et al. (2009) ; approche thermoporoélastique.....	145
Figure 5-5. Evolution de la pression interstitielle en fonction du temps : (a) à 0.57 m de la sonde de chauffe, (b) à 1.56 m de la sonde de chauffe (Jia et al. 2009).	146
Figure 5-6. Sensibilité de la variation de la pression interstitielle en fonction du coefficient de dilatation thermique α_b (Jia et al. 2009).	146
Figure 5-7. Déformations mesurées dans le massif rocheux sous l'effet de la température : (a) près de la sonde de chauffe, (b) loin de la sonde (Jia et al. 2009).	147
Figure 5-8. Réponse thermique drainée de l'argile de Boom (Sultan et al. 2002).	147
Figure 5-9. Réponse volumique drainée sur l'Argile à Opalinus (Monfared et al. 2011b).....	148
Figure 5-10. Résultats d'essais de chauffage drainé sur l'argilite du COx : (a) Mohajerani et al. (2013), (b) Menaceur et al. (2015).	149

Figure 5-11. Chauffage drainé sur l'argilite de COx après un cycle mécanique drainé (12-18-12 MPa) (Mohajerani et al. 2013).	149
Figure 5-12. (a) anisotropie des coefficients de dilatation thermique sur l'Argile à Opalinus, (b) effet du confinement sur le coefficient de dilatation thermique (argilite de COx). (Zhang et al. 2016). ...	150
Figure 5-13. Evolution du coefficient de pressurisation thermique de l'argilite du COx en fonction de la température (Mohajerani et al. 2013).	151
Figure 5-14. Réactivation de la bande de cisaillement sur l'argile de Boom (Monfared et al. 2012).	151
Figure 5-15. Résultats de fluage sous différentes contrainte axiale: (a) Gasc-Barbier et al. (2004), (b) Armand et al. (2016).	152
Figure 5-16. Fluage anisotrope sous conditions triaxiales : (a) Zhang et Rothfuchs (2004), (b) Liu et al. (2015), vitesses de fluage de Liu et al. (2015)	153
Figure 5-17. Fluage sous température : (a) Gasc-Barbier et al. (2004), (b) Zhang et al. (2010).	154
Figure 5-18. (a) Isotropic compression cell; (b) Overall system.	158
Figure 5-19. Displacement measurement system.	158
Figure 5-20. Accuracy of strain measurement in contact with the rock.	159
Figure 5-21. Thermal expansion of the LVDTs supporting system during heating; (a) initial state; (b) after heating.	160
Figure 5-22. Measured axial and radial strain of a heated dummy steel sample.	160
Figure 5-23. Measured strains during the resaturation phase under in-situ stress.	162
Figure 5-24. Measured (a) and corrected (b) strains in axial and radial LVDTs during heating.	163
Figure 5-25. Creep strains: (a) 25°C, (b) 80°C.	164
Figure 5-26. Volume changes monitored all along the test.	164
Figure 5-27. Measured and modelled creep strain at 25°C and 80°C.	168
Figure 5-28. Overall measured strain and vs Kelvin-Voigt estimated creeping strain.	168
Figure 5-29. Comparison of the thermal volume changes with and without creep.	169

Introduction générale

Introduction générale

L'énergie nucléaire produit des déchets radioactifs qui nécessitent pour leur stockage des mesures de protection particulières qui dépendent de leur niveau d'activité. La classification de ces déchets se fait suivant deux critères, (i) la période de demie vie des éléments radioactifs contenue dans le déchet, (ii) le type de rayonnement et le niveau de radioactivité. Il en résulte une classification de ces déchets en trois catégories :

- Déchets A, de faible et moyenne activité à vie courte, qui constituent 85 % du volume total des déchets mais moins de 1% de la radioactivité ;
- Déchets B, de moyenne activité à vie longue qui représentent environ 4% du volume total des déchets et moins de 8% de la radioactivité ;
- Déchets C, de haute activité à vie longue qui constituent environ 2% du volume total mais 92% de la radioactivité. Ils sont exothermiques.

Les déchets à faible activité sont stockés dans des centres de stockage en surface. En revanche, pour des raisons de sécurité et suite à leur longue période d'activité (de dizaines à centaines de milliers d'années), on considère préférable de ne pas stocker les déchets de moyenne et haute activité en surface. Une des options envisagée dans plusieurs pays est l'enfouissement dans des formations géologiques profondes peu perméables, comme les roches argileuses, le granit ou les formations salines. Dans ce contexte, les agences de gestion de déchets de plusieurs pays mènent des travaux de caractérisation des barrières géologiques hôtes potentielles dans des laboratoires souterrains. En France, l'Andra (Agence Nationale pour la gestion des Déchets Radioactifs) étudie le comportement de l'argilite du Callovo-Oxfordien (COx), dans le laboratoire souterrain de Meuse/Haute-Marne, excavé à 490 m de profondeur. En Suisse, le laboratoire souterrain de Mont Terri est situé dans une roche argileuse appelée l'Argile à Opalinus, entre 230 et 320 m de profondeur.

Lors des différentes phases d'excavation et d'exploitation, ces roches seront soumises à des sollicitations Thermo-Hydro-Mécaniques (THM) couplées. L'excavation des galeries souterraines conduit à la création d'une zone endommagée mécaniquement par l'excavation, couramment appelée EDZ (Excavation Damaged Zone). Pendant la phase d'exploitation, la ventilation des galeries impose une contrainte hydrique qui a tendance à désaturer la roche à proximité des parois des galeries. Une fois le stockage effectué et les galeries obturées, la nature exothermique des déchets engendre une augmentation de température dans le champ proche

des galeries alors que s'initie la réhydratation des massifs non saturés (roches et bouchons à base de bentonite).

La caractérisation expérimentale des propriétés THM des argilites est une opération délicate, du fait de leur faible perméabilité, de leur sensibilité aux changements de teneur en eau et de leur grande sensibilité à l'endommagement, qui est couplée avec leur capacité de gonflement. Cette caractérisation fait l'objet de nombreux travaux de recherche menés in-situ dans les laboratoires souterrains et également dans des laboratoires de surface sur des éprouvettes prélevées. Compte tenu de complexité du comportement THM des matériaux argileux et de la difficulté de leur identification expérimentale, la détermination de leurs caractéristiques THM reste à compléter pour une meilleure compréhension de la réponse du champ proche des galeries de stockage.

Le travail de thèse présenté dans ce mémoire a été réalisé en relation et avec le soutien des agences de gestion des déchets radioactifs française (Andra) et suisse (Nagra). L'objectif de ce travail est l'étude et la caractérisation expérimentale des couplages thermo-hydrromécaniques de deux roches argileuses très peu perméables, l'argilite du Callovo-Oxfordien en France et l'Argile à Opalinus en Suisse. Dans le prolongement de travaux précédents réalisés sur ce thème dans le laboratoire d'accueil, des dispositifs spécifiques sont développés et mis en œuvre pour compléter la base de données existante sur ces matériaux.

Les échantillons testés proviennent des sites de Bure en France (argilite du Callovo-Oxfordien) et de Lausen en Suisse (Argile à Opalinus). Le programme réalisé dans cette thèse porte sur la caractérisation des propriétés mécaniques de ces matériaux, incluant les caractéristiques poroélastiques, la réponse sous sollicitation déviatorique et la détermination des critères de rupture, ainsi que quelques aspects de la réponse sous sollicitation thermique.

Le mémoire est organisé en cinq chapitres. Le premier Chapitre présente une description générale des matériaux étudiés d'un point de vue géologique, lithologique et minéralogique et microscopique. Ensuite, les méthodes et dispositifs expérimentaux spécifiquement développés et utilisés dans ce travail sont décrits. La phase de saturation des éprouvettes et le choix des vitesses de chargement permettant la réalisation d'essais drainés sur ces matériaux de très faible perméabilité font l'objet d'une attention particulière. Une méthode de mesure locale de haute précision des déformations est également mise en œuvre.

Le deuxième Chapitre est consacré à un rappel du cadre théorique de la poroélasticité des milieux poreux saturés isotropes et isotropes transverses. Ce cadre permet la définition des paramètres de base du modèle et des essais de laboratoire nécessaires pour les évaluer.

Le Chapitre 3 aborde l'étude des propriétés poroélastiques de l'argilite du Callovo-Oxfordien en lien avec le cadre théorique du Chapitre 2. Des paramètres poroélastiques isotropes transverses sont obtenus à l'aide d'une cellule de compression isotrope à faible longueur de drainage avec mesures locales des déformations axiales et radiales de haute précision. Ces résultats ont fait l'objet d'un article publié dans le journal « *Rock Mechanics and Rock Engineering* ». L'analyse microstructurale de ces données permet d'aborder ensuite la question de la porosité active dans les argilites gonflantes, comme l'argilite du Callovo-Oxfordien, qui fait l'objet d'un manuscrit soumis au journal « *Géotechnique* ».

Le Chapitre 4 présente, après une brève étude bibliographique, un nouveau dispositif pour l'étude par le biais d'essais drainés du comportement hydromécanique des géomatériaux à très faible perméabilité, basée sur la réduction du chemin de drainage sur une cellule triaxiale standard également dotée de mesures des déformation locales de grande précision. La validité de la méthode est attestée par la comparaison des résultats obtenus avec ceux de Hu et al. (2014) et Menaceur et al. (2015). Ce travail fait l'objet d'un manuscrit soumis à la revue *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*. L'application du dispositif à l'Argile à Opalinus a permis de définir un critère de rupture de type Hoek-Brown en harmonie avec les résultats récents obtenus en conditions drainées et non drainées par différents auteurs. On observe également une bonne compatibilité entre les critères de rupture des deux roches argileuses étudiées, ce qui est en accord avec leurs constitutions comparables.

On présente au Chapitre 5 l'étude de la réponse volumique thermique de l'argilite du Callovo-Oxfordien soumise à une augmentation de température sous conditions de contraintes proche des conditions in-situ. Ces mesures mettent également en évidence le fluage volumique de l'argilite, qui est plus fort sous température élevée (80°C). Ce travail est présenté sous la forme d'un article accepté dans le journal « *Rock Mechanics and Rock Engineering* ».

La Conclusion reprend les résultats majeurs obtenus dans le cadre de ce travail et dresse quelques perspectives de recherche.

Chapitre 1

Matériaux et protocoles expérimentaux

Chapitre : 1 Matériaux et protocoles expérimentaux.

Dans la première partie de ce chapitre, nous présentons les principales caractéristiques des deux matériaux étudiés dans cette thèse, l'argilite du Callovo-Oxfordien (COx) en France et l'Argile à Opalinus en Suisse. Dans la deuxième partie, les protocoles et les dispositifs expérimentaux utilisés seront présentés.

1.1. L'argilite du Callovo-Oxfordien

L'argilite du Callovo-Oxfordien est une roche sédimentaire argileuse considérée par l'Andra (Agence nationale pour la gestion des déchets radioactifs) comme roche hôte potentielle pour le stockage géologique profond des déchets radioactifs en France. Déposée dans le bassin parisien il y a 155 millions d'années, la couche d'argilite du COx se situe entre 420 et 550 m de profondeur sur une couche subhorizontale avec un pendage de 2° par rapport à l'horizontale vers le nord-ouest (Figure 1-1). Elle est déposée sur une couche de calcaire de Dogger et recouverte par une couche de calcaire Oxfordien.

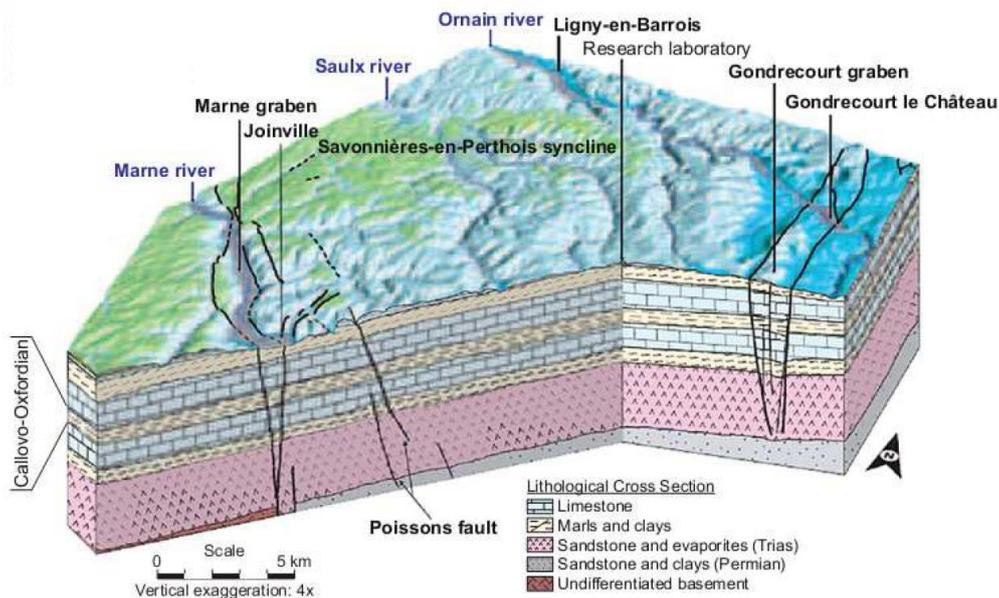


Figure 1-1. Diagramme des formations géologiques de Meuse/Haute-Marne (Andra 2005).

Le laboratoire de recherche souterrain de Meuse/Haute-Marne dans le nord-est de la France à côté de Bure se situe à 490 m de profondeur, au milieu de la couche d'argilite du COx, à une profondeur où la proportion argileuse est proche de 50% (Figure 1-2). Depuis les années 2000, l'Andra mène un programme expérimental in-situ et en laboratoire terrestre pour la caractérisation des propriétés THM de l'argilite du COx, dans le but de démontrer la faisabilité du stockage profond des déchets radioactifs. Des galeries de grande taille et des micro-tunnels

sont creusés au niveau du laboratoire pour l'étude de l'impact des travaux d'excavation et du stockage des déchets exothermiques sur la roche.

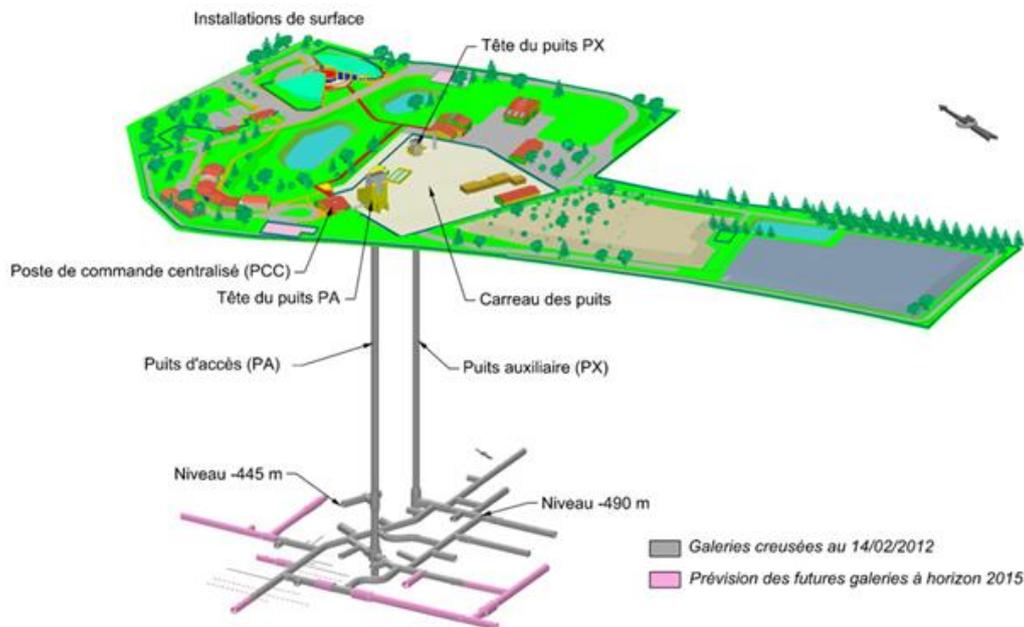


Figure 1-2. Laboratoire souterrain de Meuse/Haute-Marne (www.andra.fr).

Une investigation de l'état des contraintes principales in-situ au niveau du laboratoire de Bure (490 m de profondeur) a été conduite par Wileveau et al. (2007). La contrainte horizontale majeure dans la direction $N155^{\circ} \pm 10^{\circ}$ est estimée à $\sigma_H = 16.1$ MPa, la contrainte horizontale mineure σ_h est d'environ 12.4 MPa et la contrainte verticale σ_v est égale à 12.7 MPa. La pression interstitielle est mesurée avec une valeur $u_w = 4.9$ MPa.

La couche géologique de l'argilite du COx est divisée verticalement en trois unités lithostratigraphiques.

- Unité Argileuse (UA) : d'une épaisseur d'environ 2/3 de l'épaisseur totale de la couche. Elle contient la proportion la plus élevée en particules argileuses avec environ 40 à 60% au niveau du laboratoire souterrain de Bure (si situé à 490 m de profondeur dans les unités UA2 et UA3, Figure 1-3).
- Unité de Transition (UT) : qui est une unité de transition entre l'Unité Argileuse (UA) et l'Unité Silto-Carbonatée (USC) et qui contient plus de carbonate (40-90%).
- Unité Silto-Carbonatée (USC) : avec une épaisseur de 20 à 30 m, la composition minérale dans cette unité varie progressivement marquant l'initiation de la couche du calcaire Oxfordien.

Ces séquences sédimentaires sont l'expression des variations du niveau marin ayant affecté le Bassin Parisien au Callovo-Oxfordien.

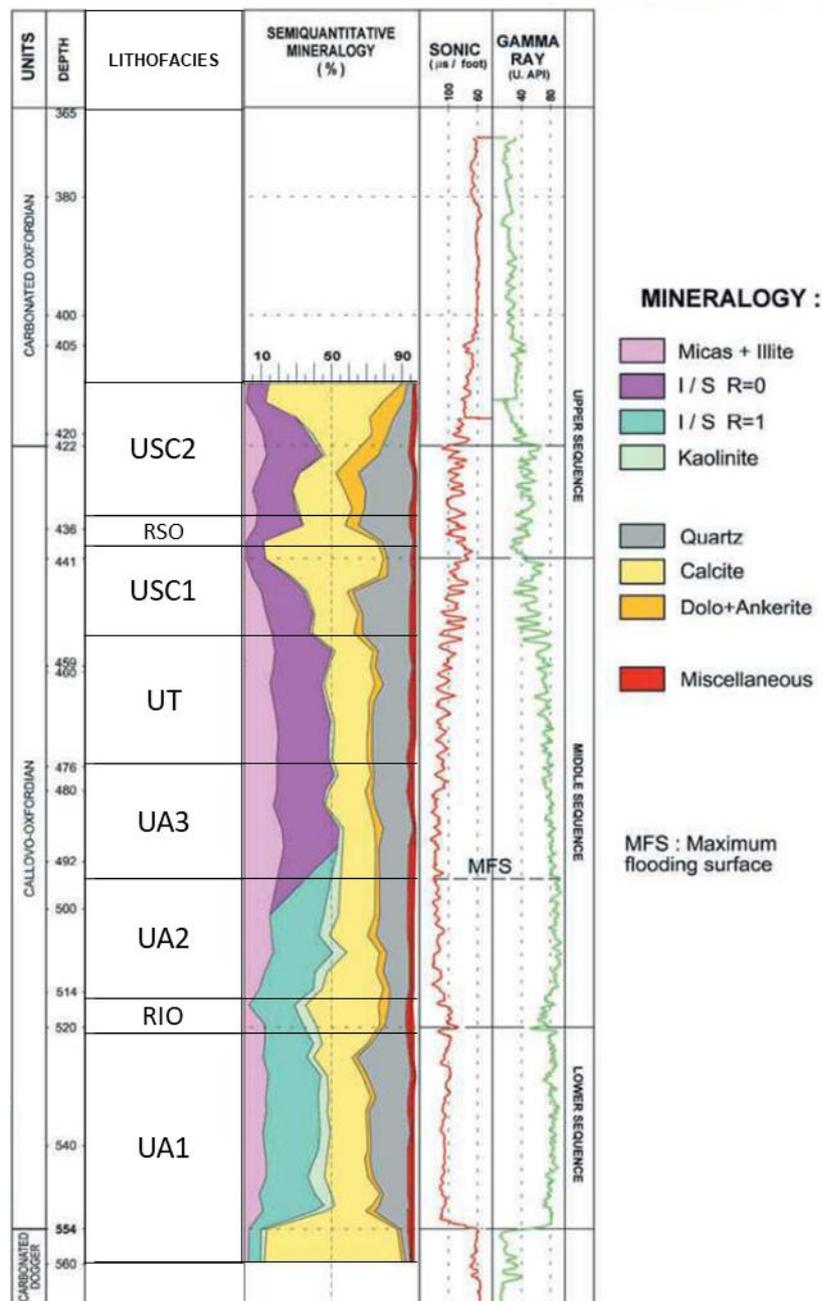


Figure 1-3. Lithologie et variation minéralogique de l'argilite du COx à l'aplomb du laboratoire souterrain de Bure (Gaucher et al. 2004).

La composition minéralogique de l'argilite du COx a été étudiée par diffraction des rayons X (DRX) (Gaucher et al. (2004), Andra (2005), Yven et al. (2007) et Robinet (2008)). Au niveau du laboratoire souterrain à 490 m, la phase argileuse est prédominante avec environ 45-50% qui constitue une matrice composée de 10-24% de minéraux intersratifiés illite-smectite (I/S), 17-21% illite, 3-5% kaolinite, 2-3% chlorite (Gaucher et al., 2004). La présence de smectite (50 et 70% des intersratifiés I/S) assure une capacité de gonflement de l'argilite du

COx (e.g. Mohajerani et al., 2012; Delage et al., 2014) et d'auto-colmatage (Davy et al., 2007; Zhang, 2011; Menaceur et al. 2015).

Les autres minéraux présents dans l'argilite du COx sont insérés dans la matrice argileuse, avec des proportions de 20-30% de carbonates, 20-30% de quartz et une petite fraction de feldspath (Gaucher et al. 2004). Une répartition 3D des minéraux composant l'argilite du COx a été obtenue par Robinet et al. (2012) par Microscopie Electronique à Balayage avec la technique d'imagerie à électrons rétrodiffusés (*SEM BSEi : Scanning Electron Microscopy Back-Scattered Electrons imaging*) (Figure 1-4).

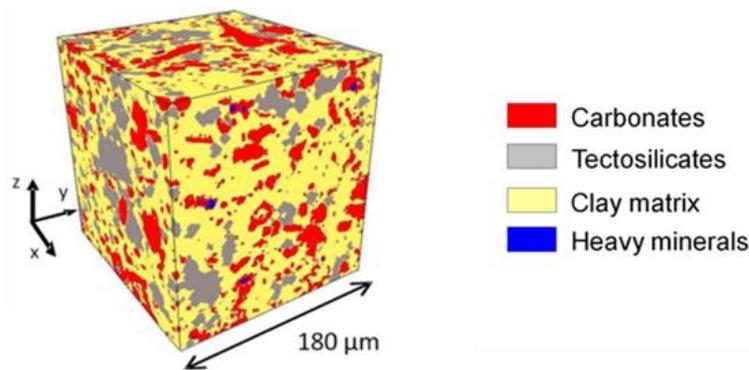


Figure 1-4. Distribution 3D des minéraux de l'argilite du Callovo-Oxfordien (Robinet et al. 2012).

L'étude de la microstructure de l'argilite du COx à l'aide notamment du porosimètre au mercure a montré que le diamètre moyen d'accès de pores est de 20 nm (Figure 1-5a) sur des échantillons séchés (Chiarelli 2000; Yven et al. 2007; Boulin et al. 2008) et de 32 nm (Figure 1-5a) sur des échantillons lyophilisés (Delage et al. 2014; Menaceur et al. 2016b). La petite taille des pores est à l'origine de la faible perméabilité de l'argilite du COx ($\approx 5 \times 10^{-20}$ à 5×10^{-21} m²). La porosité totale au niveau du laboratoire souterrain varie entre 16 et 19% et la teneur en eau entre 7 et 8%.

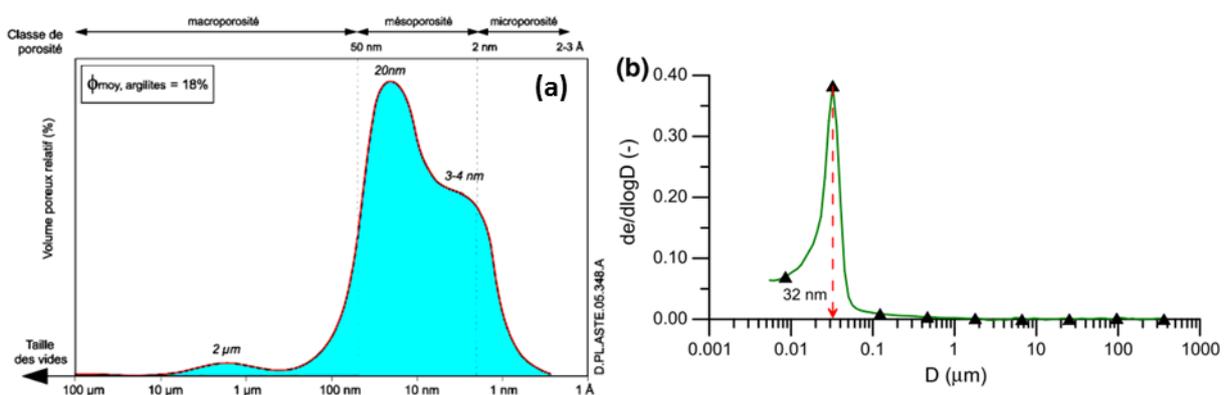


Figure 1-5. Courbe porosimétrique de l'argilite de COx ; (a) Echantillon séché (Andra, 2005), (b) Echantillon lyophilisé (Menaceur et al. 2016b).

1.2. L'Argile à Opalinus

L'Argile à Opalinus est une roche argileuse sédimentaire déposée il y a 180 millions d'années dans un environnement marin au nord de la Suisse et sud de l'Allemagne à des profondeurs allant de quelques mètres à 1000 m (Tableau 1-1).

Tableau 1-1. Profondeurs de l'Argile à Opalinus (d'après Giger and Marschall 2014)

Région	Niveau supérieur (m)	Niveau inférieur (m)
Südraden (SR)	-310	-410
Jura Ost (JO)	-300	-510
Jura-Südfuss (JS)	-490	-700
Zürich Nordost (ZNO)	-570	-850
Nördlich Lärigen (NL)	-700	-910

Le programme expérimental mené par la Nagra, l'agence suisse de gestion des déchets radioactifs, se base principalement sur des échantillons provenant du laboratoire de recherche souterrain de Mont Terri dans le nord-ouest de la Suisse, dans lequel des expérimentations in-situ sont également réalisées. Certains échantillons proviennent aussi de Benken ou Schlattingen-1 dans le nord-est de la Suisse, ou de Diepflingen, à proximité de Lausen (Figure 1-6).

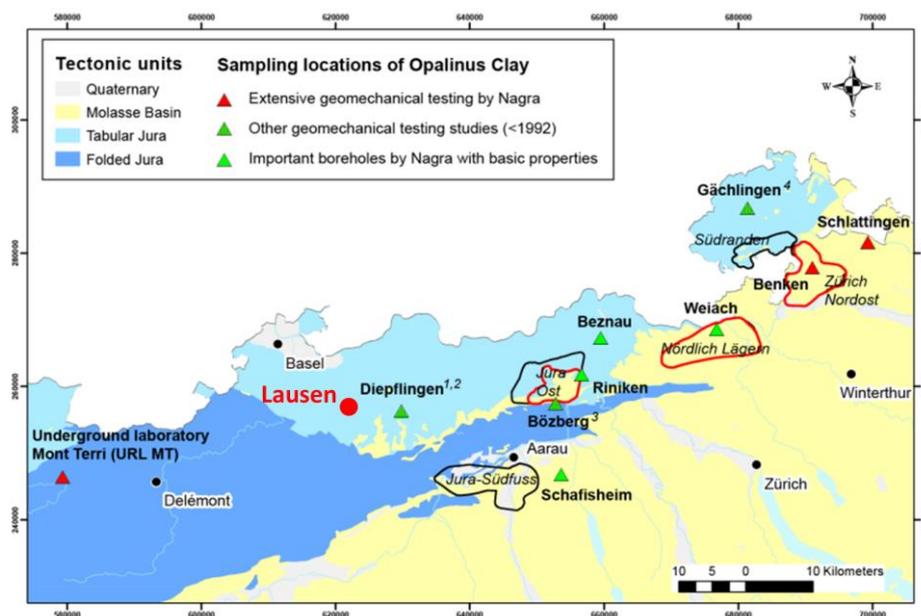


Figure 1-6. Endroits d'extraction de l'Argile à Opalinus pour les essais géomécaniques (modifié à partir de Giger and Marschall 2014).

Les échantillons testés dans cette thèse proviennent d'une profondeur de 30 à 40 m à proximité de la ville de Lausen. Le profil géologique de cette région est montré sur la Figure 1-7. L'effet de l'érosion subie au cours du temps a fait remonter la couche d'Argile à

Opalinus à la surface. Peu de données concernant les caractéristiques physiques, minéralogiques et mécaniques de l'Argile à Opalinus provenant de Lausen sont disponibles, nous nous référons donc aux essais conduits sur les échantillons provenant des autres régions, notamment ceux du laboratoire de Mont Terri.

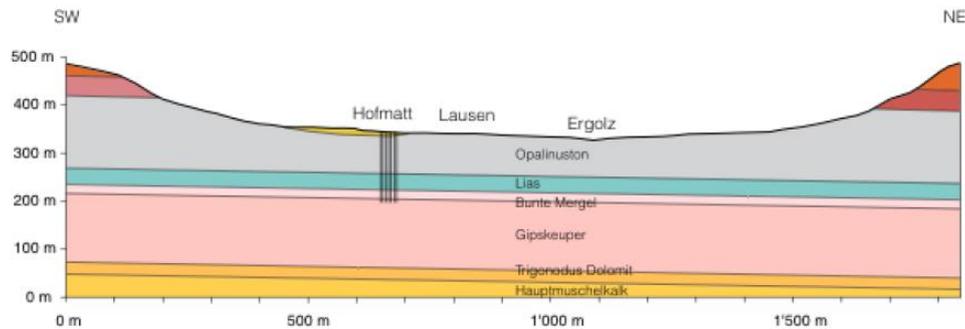


Figure 1-7. Profil géologique à proximité de Lausen (Nagra).

Le laboratoire de Mont Terri se trouve dans l'anticlinal de Mont Terri situé au nord des montagnes de Jura dans la commune de Clos du Doubs. Il est construit dans une couche d'environ 42° de pendage à une profondeur de 230 à 330 m (Figure 1-8a) à proximité du tunnel autoroutier du Mont Terri. De par son histoire géologique, la profondeur de la couche de l'Argile à Opalinus aurait atteint une profondeur de 1350 m (Keller et al. 2011; Delage 2013). Le laboratoire est composé d'environ 700 m de galeries et de niches (Figure 1-8b) dont la plupart présentent une section de fer à cheval avec une hauteur de 4 à 5 m.

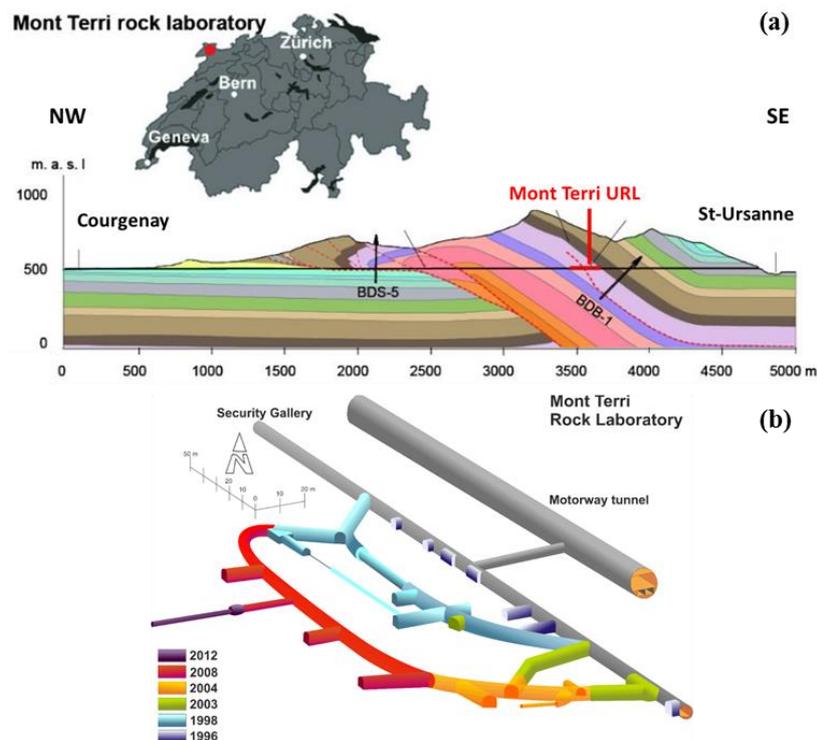


Figure 1-8. (a) Profil géologique le long du laboratoire de Mont Terri, (b) Aménagement des galeries du laboratoire (modifiés à partir de www.mont-terri.ch).

Les contraintes in-situ au niveau du laboratoire de Mont Terri ont été déterminées par Martin and Lanyon (2003), qui ont fourni les valeurs suivantes : contrainte axiale $\sigma_1 = 6-7$ MPa, contrainte radiale majeure $\sigma_2 = 4-5$ MPa et faible contrainte radiale mineure $\sigma_3 = 0.6-2$ MPa. La pression interstitielle est d'environ 2.2 MPa. Sur le site de Lausen, l'état de contraintes in-situ a été estimé par la Nagra à environ 1.3 MPa de contrainte moyenne et 0.3 MPa de pression interstitielle.

D'un point de vue lithologie, l'Argile à Opalinus est répartie sur des zones riches en carbonates, des zones sablonneuses et des zones riches en particules argileuses. Le laboratoire de Mont Terri se situe dans la zone riche en argiles avec environ 50-65% de particules argileuses, principalement de l'illite et de la smectite. L'Argile à Opalinus contient également 10-20% de particules de quartz, 0-5% de feldspath, 0-3% de pyrite et une faible fraction de matières organiques (Figure 1-9a) (Hohner and Bossart 1998; Thury and Bossart 1999; Corkum and Martin 2007; Munoz et al. 2009; Wild 2016).

La microstructure de l'Argile à Opalinus a été étudiée par porosimétrie au mercure par (Munoz et al. 2009; Houben et al. 2013; Favero 2017). La distribution de la taille des pores de l'Argile à Opalinus montre qu'environ 42% des pores se classent dans l'ultra-microporosité avec une taille de pore inférieure à 20 nm comme pour l'argilite du Callovo-Oxfordien (Munoz et al. 2009) dans le cas séché, il n'est pas indiqué par Munoz et al. (2009) si les échantillons ont été séchés ou lyophilisés. La petite taille des pores se traduit, comme pour l'argilite du COx, par une très faible perméabilité de l'ordre de 10^{-20} m². L'image fournie par microscopie électronique à balayage (Figure 1-9b) montre un agrégat de particules argileuses avec une taille maximum de 32 μ m, dont la cimentation serait due aux grains de calcite présents entre les particules argileuses (Munoz et al. 2009). Des pores de 5 à 15 μ m de diamètre correspondant à la macroporosité détectée au porosimètre à mercure sont également indiqués sur la Figure 1-9b.

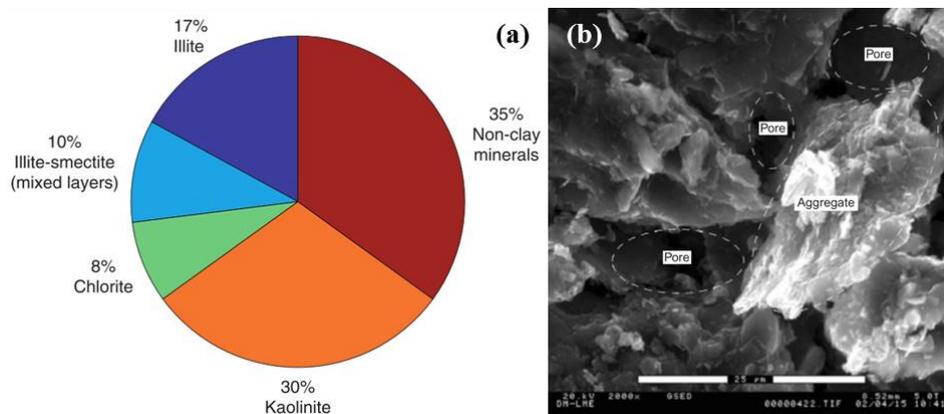


Figure 1-9. (a) Composition minéralogique de l'Argile à Opalinus (Corkum and Martin 2007), (b) Photomicrographie de l'Argile à Opalinus 2000 \times (Munoz et al. 2009).

1.3. Dispositifs expérimentaux

Le programme expérimental mené dans cette thèse comprend la caractérisation des paramètres poroélastiques de l'argilite du Callovo-Oxfordien que l'on conduit dans une cellule isotrope thermique, utilisée également pour une étude de la réponse volumique thermique instantanée et différée. Deux cellules triaxiales (HP3 et Timodaz) ont également été utilisées pour les essais déviatoriques sur l'argilite du COx et l'Argile à Opalinus. Des essais de compression simples ont également été menés sous une presse mécanique sur l'Argile à Opalinus.

1.3.1. Cellule isotrope thermique

La cellule isotrope utilisée dans les travaux de cette thèse a été initialement développée par Tang et al. (2008) pour l'étude THM des bentonites compactées gonflantes. Elle a ensuite été adaptée par Mohajerani et al. (2012) pour l'étude de la pressurisation thermique de l'argilite du Callovo-Oxfordien sur des échantillons en forme de disques de 80 mm de diamètre et 10 mm de hauteur.

Pour cette étude, la taille de l'échantillon a été réduite à 38 mm de diamètre afin d'installer un système de mesure locale des déformations axiales et radiales, via des LVDTs supportés par le système décrit en Figure 1-10. Comme décrit plus en détail au paragraphe 1.4.2, une grande précision des mesures de déformations radiales est obtenue en assurant un contact direct entre l'éprouvette et la tige du LVDT au travers de la membrane (voir paragraphe 1.4.2). Les étalonnages en température de ce système de mesure seront développés plus loin.



Figure 1-10. Système de mesure locale des déformations dans la cellule isotrope.

Un schéma d'ensemble du dispositif est présenté dans la Figure 1-11. Dans un premier temps, la température était contrôlée (précision $\pm 0.1^\circ\text{C}$) en immergeant la cellule dans un bain thermostaté (Figure 1-11a et b). Dans un second temps, afin d'appliquer des vitesses de

chauffage constantes, la cellule a été entourée d'un cordon chauffant qui permet un contrôle de température avec une précision de $\pm 0.1^\circ\text{C}$. La température supportée par le dispositif peut atteindre 90°C . La pression interstitielle et la contrainte de confinement sont contrôlées à l'aide de contrôleur de pression-volume (CPV) de type GDS avec une capacité de 60 MPa.

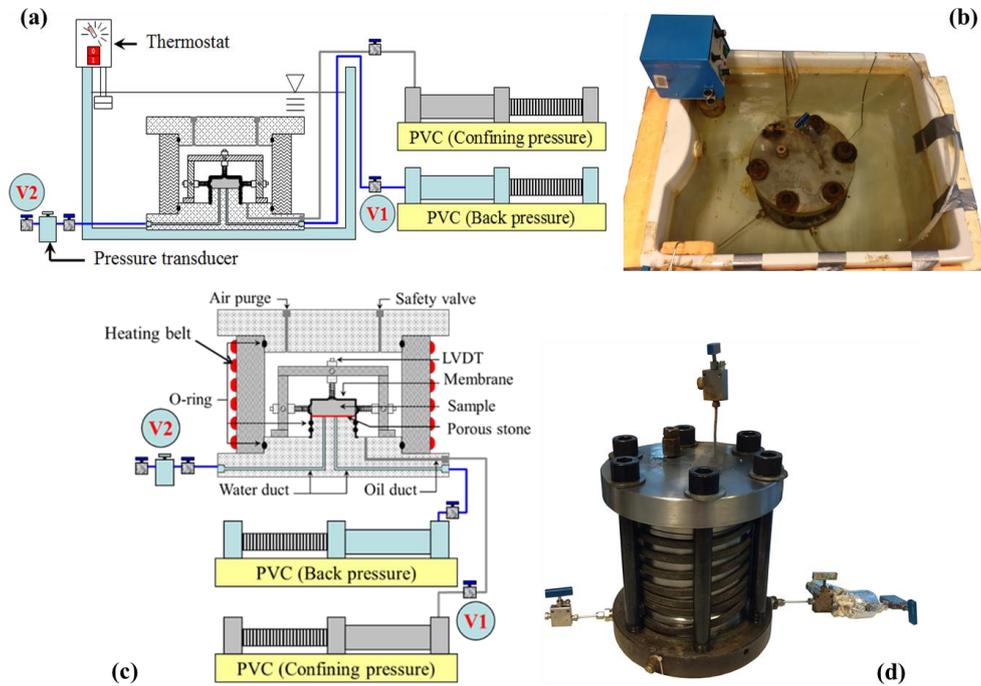


Figure 1-11. Disposition de la cellule isotrope: (a) schéma avec un bain thermostaté, (b) bain thermostaté, (c) schéma avec cordons chauffants, (d) photo de la cellule avec cordons chauffants.

L'échantillon est mis en place dans une membrane qui en enveloppe le sommet et la face latérale (Figure 1-12). L'air entre la membrane et l'échantillon est expulsé en appliquant du vide afin de coller la membrane à l'échantillon avant l'emplacement de l'enceinte de la cellule et l'embase supérieure. Une pierre poreuse de 1.2 mm d'épaisseur est utilisée comme élément de drainage.



Figure 1-12. Mise en place de l'échantillon dans la cellule isotrope.

1.3.2. Cellules triaxiales

Deux cellules triaxiales à haute pression ont été utilisées dans cette thèse (Figure 1-13a). La cellule triaxiale à cylindre creux dite « Timodaz » (Figure 1-13b) développée par Monfared et al. (2011) pour les roches argileuses de faible perméabilité a été transformée en cellule triaxiale standard (échantillons de 38 mm de diamètre et 76 mm de hauteur) en adaptant les embases inférieure et supérieures et en adoptant un système de drainage amélioré à l'aide de deux géotextiles latéraux distincts placés autour des parties supérieures et inférieures de l'échantillon comme indiqué sur la Figure. Ce dispositif sera décrit plus en détail au paragraphe 1.4.3 consacré à la procédure de saturation. L'effort déviatorique est appliqué à l'aide d'une presse classique de 250 kN. La force axiale est mesurée à l'intérieur et à l'extérieur de la cellule à l'aide de deux capteurs de force d'une capacité de 250 kN. Le capteur immergé permet des mesures non affectées par le frottement piston/cellule.

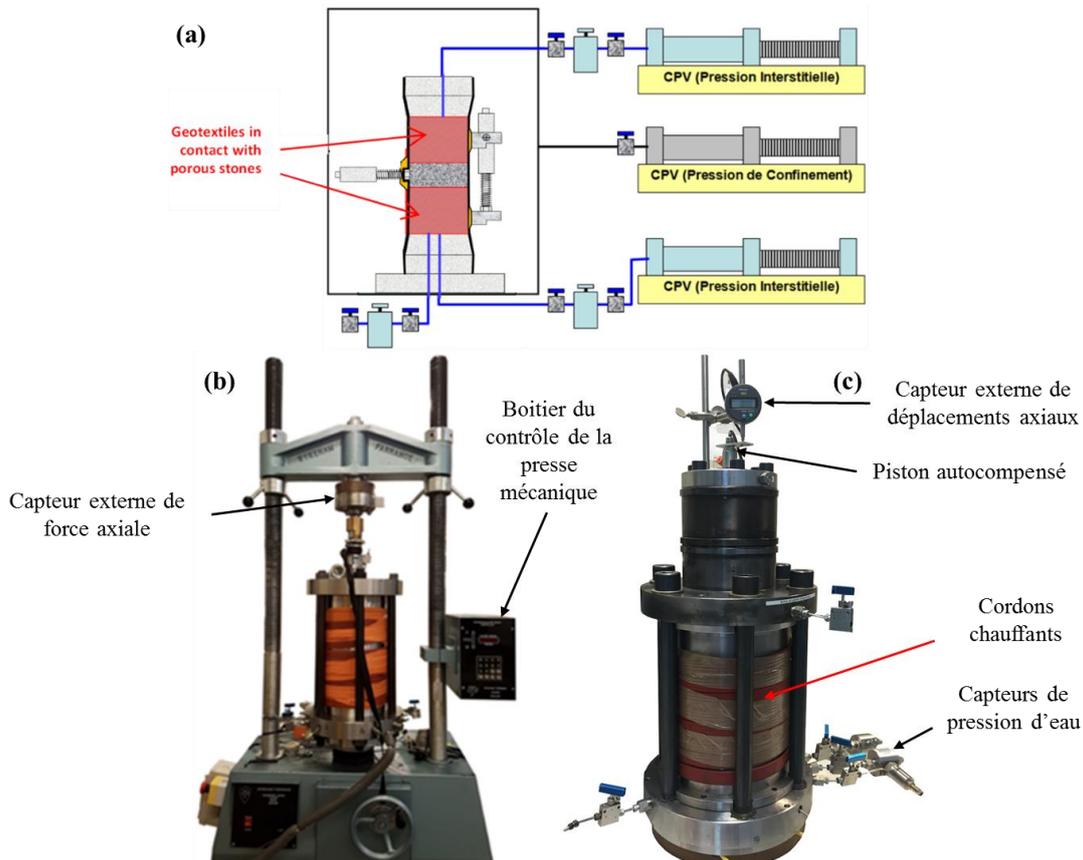


Figure 1-13. Cellules triaxiales : (a) Schéma d'ensemble, (b) Cellule Timodaz, (c) Cellule HP3.

Une deuxième cellule auto-compensée de marque Geodesign (Université de Lille) dite « HP3 » (Figure 1-13c) avec une taille standard d'échantillon a également été utilisée. Dans cette cellule autonome, l'effort déviatorique est appliqué par un système hydraulique auto-compensé qui est tel que l'effet de la contrainte de confinement ne se fait pas sentir sur le piston

externe. L'effort axial est repris par les barres latérales de la cellule. L'effort axial est appliqué par un CPV (marque GDS) de 64 MPa. La mesure de la force axiale est assurée par un capteur de force immergé d'une capacité de 25 kN, correspondant à une contrainte axiale maximale de 22 MPa.

Dans les deux cellules, le contrôle de la température est assuré par des cordons chauffants. La pression interstitielle et la contrainte de confinement sont contrôlées par des GDS. Les déformations axiales et radiales sont mesurées localement dans les deux dispositifs en utilisant des capteurs de déplacement de type LVDT (Figure 1-14). La cellule Timodaz dispose de 4 LVDTs radiaux et 2 LVDTs axiaux et la cellule HP3 dispose de 3 LVDTs radiaux et 2 LVDTs axiaux.

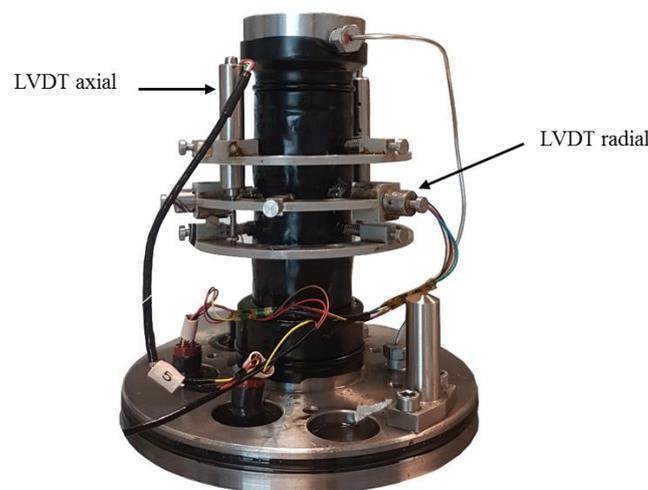


Figure 1-14. Système de mesure locale des déformations dans les cellules triaxiales.

1.4. Protocoles et méthodes

1.4.1. Préparation et conservation des échantillons

L'argilite du Callovo-Oxfordien est livrée au laboratoire dans des cellules T1 fournies par l'Andra, qui permettent d'appliquer un certain confinement des éprouvettes (Figure 1-15). Tout de suite après l'extraction, les carottes de 30 cm de longueur et 80 mm de diamètre sont rapidement enveloppées dans une membrane, placées dans un tube en PVC de plus grande largeur à l'intérieur duquel est coulé un coulis de ciment. Un confinement axial est également exercé par un système de ressort comme indiqué sur la Figure 1-15. Ces carottes proviennent d'une profondeur de 490 m au niveau du laboratoire de Meuse/Haute-Marne à Bure.

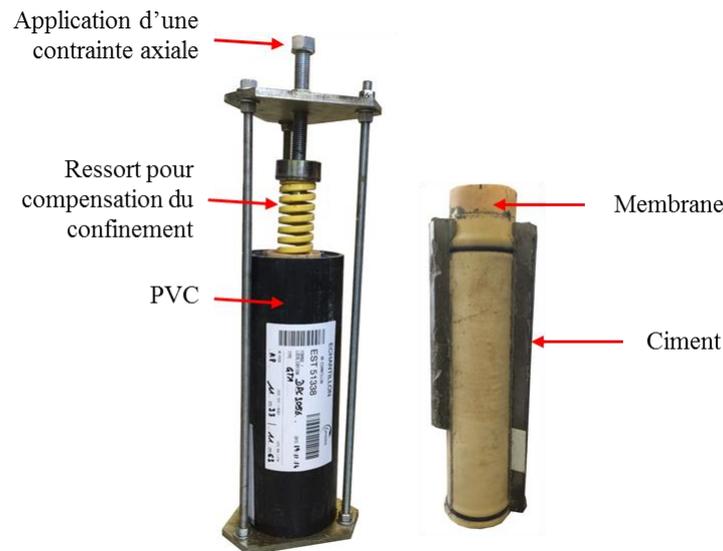


Figure 1-15. Cellule T1 des carottes de l'argilite du Callovo-Oxfordien.

Les carottes de l'Argile à Opalinus sont livrées dans des tubes PVC avec trois couches d'isolation (Figure 1-16) : i) une première couche de feuille d'aluminium avec application d'un vide permettant un bon placage de la feuille sur la carotte ; ii) une couche de résine ajoutée autour de la feuille d'aluminium et iii) le cylindre en PVC. Deux carottes nommées Core5 et Core7 ont été reçues, elles ont un diamètre de 100 mm et des longueurs respectives de 102 et 80 cm et proviennent du site de Lausen, à 31 et 37 m de profondeur.



Figure 1-16. Carotte de l'Argile à Opalinus.

Les photos réalisées par la Nagra au microtomographe révèlent l'existence d'au moins une fissure sur Core7 et de une à quatre fissures sur Core5. Après ouverture de la carotte Core5, vu la sensibilité de ces matériaux au relâchement de contrainte, d'autres fissures sont ouvertes (Figure 1-17).

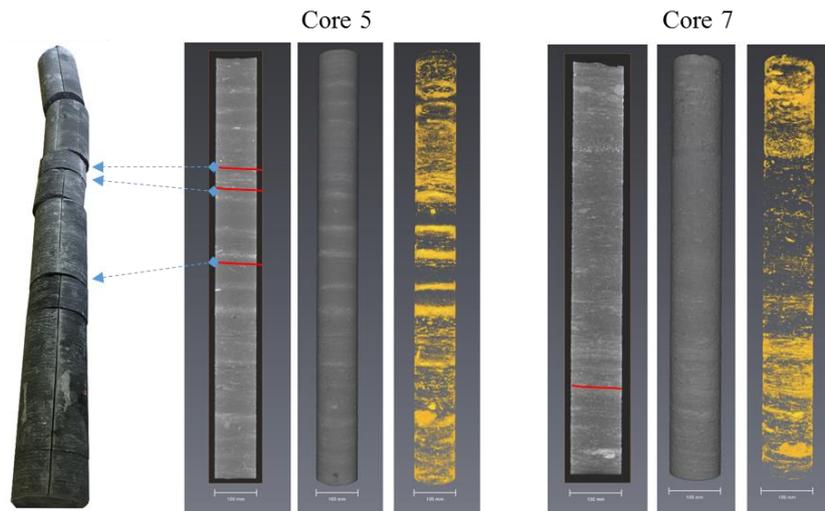


Figure 1-17. Photos au microtomographe des carottes de l'Argile à Opalinus fournies par la Nagra avec la carotte core5 après ouverture.

1.4.1.1. Conservation des échantillons

Pour éviter la désaturation des carottes lors de leur utilisation au laboratoire, elles sont protégées rapidement après ouverture par trois couches d'isolant : i) une couche d'un mélange de paraffine (70%) et de huile de vaseline (30%, destinée à réduire la fragilité de la paraffine et à éviter sa fissuration) est d'abord appliquée au pinceau (Figure 1-18a). Les échantillons sont ensuite enveloppés dans du papier aluminium (Figure 1-18b) et sont recouverts par une membrane en cellophane (Figure 1-18c).

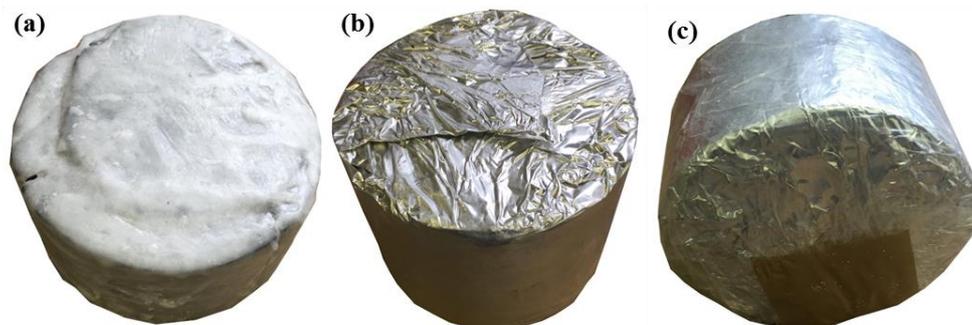


Figure 1-18. Conservation des échantillons au laboratoire.

1.4.1.2. Préparation des échantillons

Les carottes d'argilite du COx ont été extraites horizontalement à partir de galeries du laboratoire souterrain, leur axe est parallèle au litage. Les échantillons ont été carottés dans un sens perpendiculaire au litage comme montré sur la Figure 1-19. Le diamètre des carottes de l'argilite de COx est de 80 mm, ce qui impose une longueur maximale des échantillons triaxiaux de 65 mm.

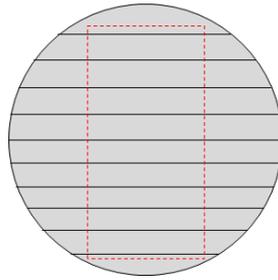


Figure 1-19. Carottage des échantillons de l'argilite de COx.

Les carottes de l'Argile à Opalinus ont un axe perpendiculaire au litage et un diamètre de 100 mm. Les carottes ont d'abord été découpées en cylindres d'environ 85 à 95 mm (Figure 1-20).



Figure 1-20. Bouts de carotte de l'Argile à Opalinus préparés pour échantillonnage.

La taille des éprouvettes de diamètre 38 mm s'est faite par carottage diamant à l'air en confinant les cylindres dans un cylindre en PVC serré par deux colliers de type Serflex (Figure 1-21a). Deux échantillons en parallèle ont été carottés à partir d'un même cylindre (Figure 1-21b).

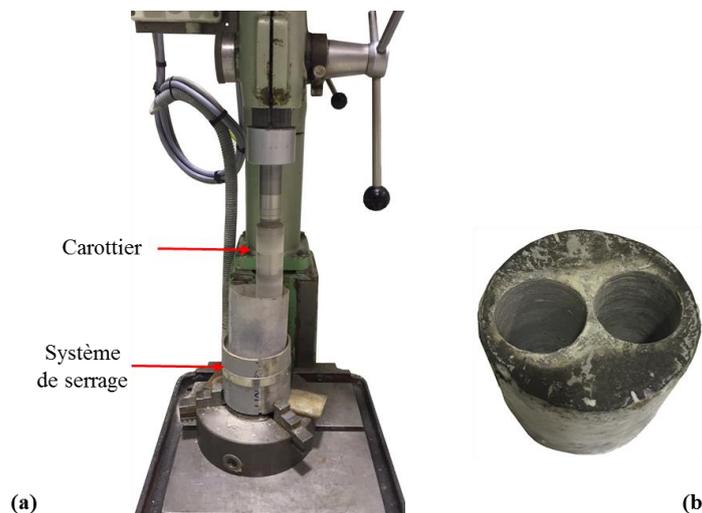


Figure 1-21. Carottage des échantillons : (a) Carottier à diamant, (b) disposition du carottage de l'Argile à Opalinus.

Les échantillons sont découpés à la hauteur souhaitée par le biais d'une scie à fil diamanté (ESCIL W6234, Figure 1-22a). Les échantillons sont fixés sur une table rainurée qui permet de recevoir différents systèmes de serrage (Figure 1-22b). La table a une course permettant

l'avancement de l'échantillon pendant que le fil tourne à une vitesse ajustable. Une fois découpés, les échantillons sont surfacés à l'aide du papier en verre (Figure 1-22d).

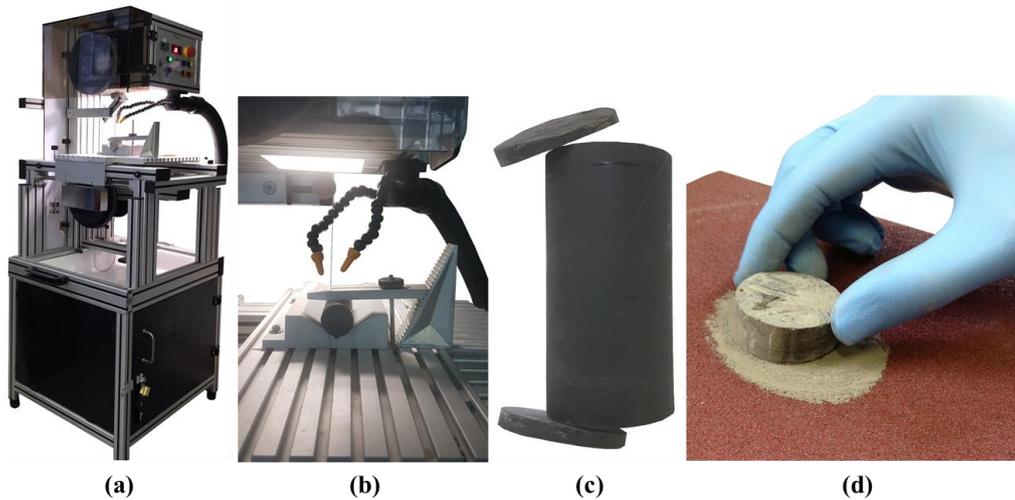


Figure 1-22. (a) Scie à fil diamanté, (b) Système de serrage de la scie à fil, (c) échantillon triaxial découpé, (d) surfacage des échantillons.

1.4.2. Mesure des déformations

Pour obtenir une plus grande précision sans effet parasites des déformations thermo-mécaniques de la membrane, les déformations radiales sont mesurées en assurant un contact direct entre le matériau et la tige des LVDTs au travers de la membrane. Pour ce faire, des inserts sont préparés au laboratoire en couplant une tige filetée de 2 mm de diamètre avec son écrou correspondant (Figure 1-23). La membrane est trouée à l'aide d'une punaise d'un diamètre plus petit que celui de la tige filetée (environ 0.5 mm). La tige filetée est passée à travers le trou, l'écrou est serré de l'extérieur et une colle néoprène est rajoutée autour de l'écrou pour assurer l'étanchéité.



Figure 1-23. Inserts pour assurer le contact direct entre l'échantillon et le LVDT.

Cette méthode a permis une nette amélioration de la mesure des déformations une précision des déplacements mesurés par les LVDTs de 0.1 μm . La différence entre la mesure

d'un LVDT mis en contact avec la roche et un LVDT posé sur la membrane est montrée sur la Figure 1-24. On observe que les déplacements mesurés en contact direct suivent parfaitement les cycles de chargement-déchargement tandis que la mesure sur la membrane n'aperçoit pas les cycles entre la 18^{ème} et la 26^{ème} heure. Plus de détails sont donnés dans le §3.2.3.3.

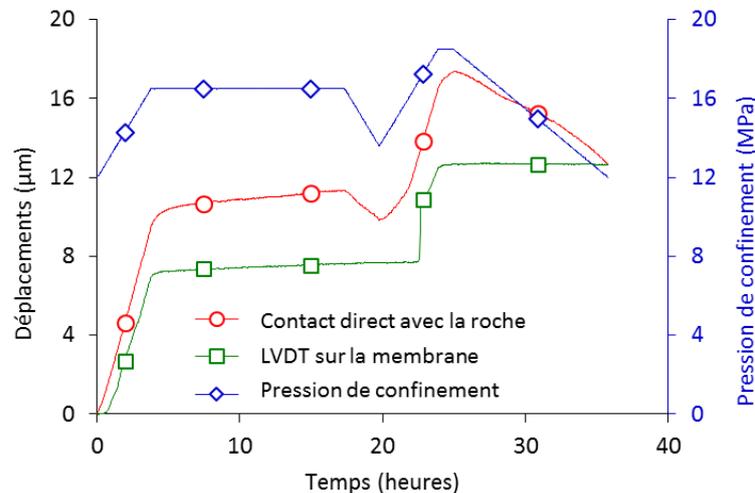


Figure 1-24. Effet de la membrane sur la mesure des déformations.

1.4.3. Phase de saturation

Les échantillons testés au laboratoire sont dans un état désaturé résultant de l'évaporation qui se produit durant les étapes de carottage, de stockage, de transport et de taille des éprouvettes. Comme montré préalablement (Monfared et al. 2011, Mohajerani et al. 2012), une importance particulière est accordée à la phase de la resaturation préalable des éprouvettes. Il s'agit d'une opération longue dans les matériaux de très faible perméabilité. Pour y remédier, les dispositifs utilisés ici sont dotés de faibles chemins de drainage (10 mm pour la cellule isotrope et 19 mm pour la cellule triaxiale) afin de réduire les durées de saturation très longues sur les dispositifs courants.

Comme il a été montré sur les sols gonflants (e.g. Delage et al. 2007), il est nécessaire de saturer les roches argileuses sous contraintes proches de l'état in-situ. Il est également important de mener la saturation avec une contre-pression élevée pour permettre la dissolution des micro bulle d'air dans l'eau et favoriser la saturation (Wu et al. 1997). Pour l'argilite du COx, les contraintes in-situ sont proches d'une contrainte moyenne de 13.7 MPa et d'une pression interstitielle de 4 MPa. Il est également important de maintenir les éléments de drainage secs pour éviter tout gonflement parasite au contact de l'eau sans contrainte appliquée.

L'échantillon placé dans la cellule est d'abord mis sous une contrainte effective proche des conditions in-situ (8 MPa) à une vitesse de 100 kPa/min. Une fois que les déformations sont

stabilisées (après environ 24 heures), les conduits et éléments de drainage sont soigneusement saturés en les mettant sous vide afin d'évacuer les bulles d'air présentes dans le système de drainage. Après mise en eau sous vide, la contrainte de confinement et la pression interstitielle sont simultanément augmentées jusqu'à des valeurs respectives de 12 et 4 MPa à une vitesse de 100 kPa/min. Après la phase de saturation, la contrainte de confinement est augmentée, à l'état de contrainte souhaité pour la réalisation des essais, sous conditions drainée à une vitesse de 0.5 kPa/minute.

Les premiers essais triaxiaux réalisés sur l'Argile à Opalinus ont été réalisés sous faibles contraintes moyennes, avec une saturation sous 1.3 MPa de contrainte de confinement et 0.3 MPa de pression interstitielle. La procédure décrite pour l'argilite du COx a été suivie. Pour les essais réalisés à des contraintes moyennes effectives supérieures à 5 MPa, une phase de mise en pression à une vitesse de 5 kPa/min a été réalisée avant la saturation jusqu'à la contrainte effective désirée. Cette vitesse est assez faible pour assurer une bonne consolidation de la roche avant la mise en contact avec l'eau. Une fois la contrainte moyenne effective atteinte, le vide a été appliqué, comme pour l'argilite du COx, et la contrainte de confinement et la pression interstitielle ont été augmentées finalement simultanément jusqu'à une contre-pression de 1.9 MPa imposée par la capacité de la cellule d'interface interposée entre le CPV et la cellule pour l'injection de l'eau saline (Figure 1-25a). Cette cellule est indispensable pour protéger le réservoir du CPV de l'oxydation que provoquerait la salinité de l'eau synthétique utilisée qui est une composition chimique similaire à l'eau de Pearson et al. (2003) mais avec moins de salinité.

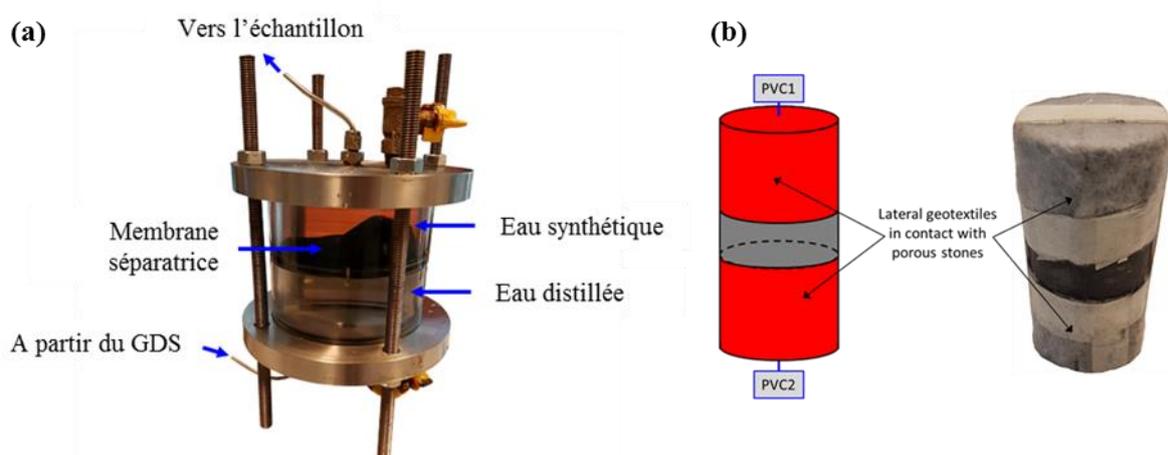


Figure 1-25. (a) Cellule d'interface entre eau distillée du GDS et eau synthétique, (b) Bandes de géotextile pour le drainage latéral.

La composition de l'eau synthétique fournie par la Nagra et utilisée pour la phase de saturation est précisée au Tableau 1-2.

Tableau 1-2. Composition minéralogique de l'eau de l'Argile à Opalinus.

	NaCl	NaHCO ₃	CaCl ₂ 2H ₂ O	KCl	MgCl ₂ 6H ₂ O	Na ₂ SO ₄
Concentration (mg/L _{d'eau})	2.25	0.01	0.58	0.06	0.62	1.14

La particularité des essais triaxiaux menés dans le cadre de cette thèse est la mise en place autour d'une éprouvette de taille standard d'un système de drainage géotextile autour de l'échantillon pour assurer le drainage latéral. Deux bandes de géotextiles sont placées en haut et en bas de l'échantillon (Figure 1-25b) en veillant à laisser un espacement de 1 cm d'épaisseur entre les deux, pour ; (1) éviter un éventuel transfert d'eau en cas de gradient de pression non maîtrisé entre les deux CPV, et (2) permettre un contact direct des LVDTs pour la mesure des déformations radiales. Ce système permet la réduction du chemin de drainage à 19 mm (rayon de l'échantillon) et la diminution de la durée de la phase de saturation.

1.4.4. Vitesses de chargement

La réalisation d'essais de compression isotrope ou de cisaillement drainés sur les matériaux à très faible perméabilité nécessite le recours à de faible taux de chargement pour éviter d'engendrer des surpressions interstitielles et pour garantir l'homogénéité du champ de pressions interstitielles (Gibson and Henkel 1954; Bishop and Henkel 1957). Toutefois, comme rappelé par Monfared et al. (2011), même si les taux de chargement sont assez faibles, une légère surpression apparaît dans l'échantillon. Un taux de chargement peut être considéré satisfaisant si l'amplitude de la surpression engendrée est faible par rapport aux contraintes appliquées, avec peu d'influence sur la réponse de l'éprouvette.

1.4.4.1. Essai de compression isotrope drainée

En cas de compression isotrope drainé, un taux de compression commun de 0.5 kPa/min est utilisé (voir Sultan et al. 2000). Ce taux a été confirmé par Monfared et al. (2011) par un calcul numérique résolvant un problème de couplage hydromécanique pour une cellule triaxiale à cylindre creux avec un chemin de drainage de 10 mm. Dans le cas de notre cellule isotrope (chemin de drainage de 10 mm), on présentera plus en détail au chapitre 3 un calcul numérique poroélastique dont les résultats en termes de surpression induite sont montrés en Figure 1-26 pour des vitesses de chargement de 2 kPa/min, 1 kPa/min et 0.5 kPa/min. On observe que la surpression engendrée à 0.5 kPa/min (10 kPa) est négligeable. Ce taux sera adopté pour les essais de compression drainée.

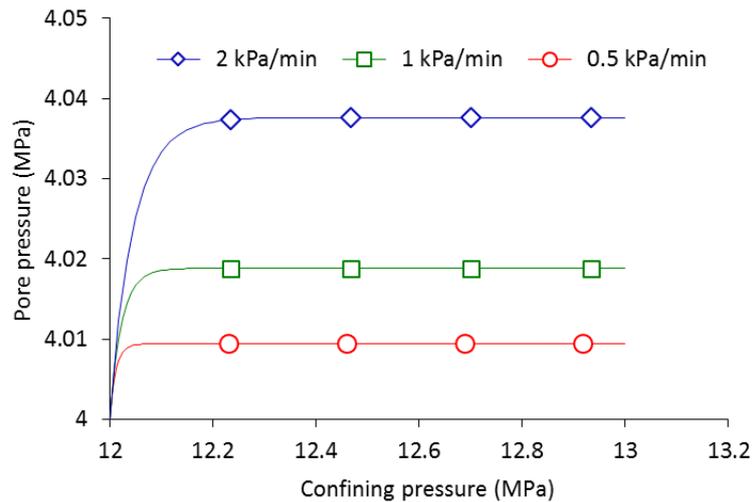
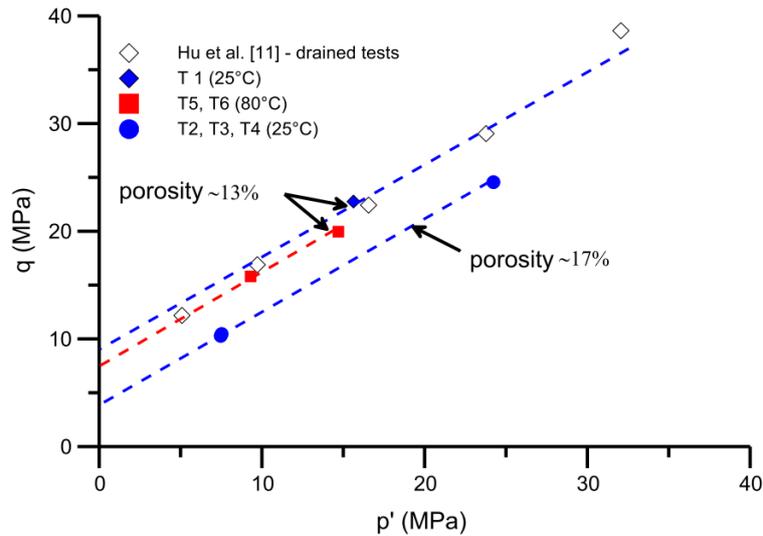


Figure 1-26. Surpressions interstitielles calculée à différents taux de chargement pour une compression isotrope drainée (Chapitre 3).

1.4.4.2. Essai de cisaillement drainé

Le taux de déformation courant utilisé en mécanique des sols pour les argiles de faible perméabilité pour les essais drainés sur des échantillons à taille standard (38/76) entourés de papier-filtre ¹ (Gibson and Henkel 1954; Bishop and Henkel 1957) est de 1 $\mu\text{m}/\text{min}$, soit $2.2 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$. En se basant sur les équations de consolidation (Gibson and Henkel 1954) et les approches courantes en mécanique des sols, Wu et al. (1997) ont estimé qu'un taux de déformation de $3 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ assurerait l'homogénéité et une dissipation satisfaisante de la pression interstitielle sur un échantillon drainé latéralement (longueur de drainage 12,5 mm) de la roche argileuse « Pierre II » de perméabilité $3.5 \times 10^{-20} \text{ m}^2$. Il est à noter qu'un champ de pression homogène doit également être assuré lors d'un essai de cisaillement non-drainé. Islam and Skalle (2013) ont adopté un taux de $2 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ pour des essais drainés sur une roche argileuse Pierre I drainé latéralement (chemin de drainage 19 mm).

Plus récemment Hu et al. (2014) et Menaceur et al. (2015) ont utilisés respectivement des taux de $1 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ et $0,9 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ sur des échantillons d'argilite du COx avec un chemin de drainage 10 mm. Ils ont présenté un critère de rupture qui s'aligne sur des droites parallèles en fonction de la porosité (Figure 1-27).



**Figure 1-27. Critère de rupture obtenu par Hu et al. (2014) et Menaceur et al. (2015)
(figure de Menaceur et al. (2015))**

Le taux de déformation axial (en s^{-1}) lors d'un essai de cisaillement triaxial nécessaire pour assurer un drainage correct dépend de plusieurs paramètres, à savoir la perméabilité, la longueur de drainage et la rigidité du matériau. Un calcul poroélastique sous différentes conditions aux limites de drainage permettant de déterminer un taux de déformation adapté sera présenté au paragraphe 4.2.3.

1.5. Conclusion

Les essais mécaniques correctement drainés sur des roches argileuses bien saturées sont difficiles à réaliser au laboratoire à cause de leur très faible perméabilité et des longues durées peuvent en résulter. A côté de la variabilité naturelle des propriétés des argilites, les diverses approches expérimentales adoptées dans la bibliographie en termes de saturation et de drainage des éprouvettes sont une des raisons à la source de la dispersion observée des caractéristiques mécaniques des argilites.

Dans le prolongement de travaux réalisés précédemment sur un appareil de cisaillement triaxial à cylindre creux et faible chemin de drainage, une attention particulière a été portée dans ce travail à l'amélioration des procédures de saturation et de drainage sur des éprouvettes triaxiales classiques de 38 mm de diamètre et 76 mm de hauteur. Un système de drainage latéral constitué de deux géotextiles placés en haut et en bas de l'éprouvette permettant de réduire le chemin de drainage à 19 mm a été mis en œuvre. Des calculs poroélastiques ont montré que les vitesses du chargement mécanique adoptées en compression isotrope et en cisaillement sont suffisamment lentes pour assurer un bon drainage et bien dissiper les pressions interstitielles.

Une contribution de cette these est la réalisation de mesures de déformations localement avec un contact direct assuré entre les capteurs de déplacement (LVDTs) et le matériau testé. Ceci a permis d'avoir une précision en déplacement de l'ordre de $0.1 \mu\text{m}$ donnant 10^{-5} en déformation.

Les dispositifs protocoles expérimentaux présentés ici sont utilisés pour tester l'argilite du Callovo-Oxfordien en compression isotrope et l'Argile à Opalinus en réalisant des essais déviatoriques.

Chapitre 2

Cadre théorique du comportement hydro- mécanique des milieux poreux

Chapitre 2 : Cadre théorique poroélastique

L'étude du comportement hydro-mécanique des roches argileuses nécessite une définition d'un cadre théorique qui régit la réponse d'un milieu poreux saturé par un seul ou plusieurs fluides. Il est nécessaire de préciser le cadre théorique de la modélisation, d'identifier les paramètres de base du modèle et de définir les essais de laboratoire nécessaires pour les évaluer. Dans un premier temps, le cadre théorique de la poroélasticité est présenté pour un milieu poreux isotrope, saturé par un seul fluide. Il est ensuite élargi au cas isotrope transverse, plus adapté aux roches sédimentaires ayant un axe de symétrie de révolution perpendiculaire aux plans de litage. Dans un deuxième temps, un rappel des extensions des principes de la poroélasticité aux milieux non-saturés est abordé.

2.1. Cadre théorique de la poroélasticité saturée

Un milieu poreux saturé est considéré comme la superposition de deux phases continues (Biot, 1941; Coussy, 2004) : la phase solide appelée également squelette et qui peut être constituée d'un ou plusieurs composants, et la phase fluide qui peut se déplacer librement dans l'espace poreux connecté ou se trouver emprisonnée dans une porosité occluse dans la phase solide (Figure 2-1). La porosité occluse peut également ne pas être saturée. Dans ce qui suit, la porosité occluse est considérée à l'image du fluide qui la remplit, comme une partie intégrante de la phase solide.

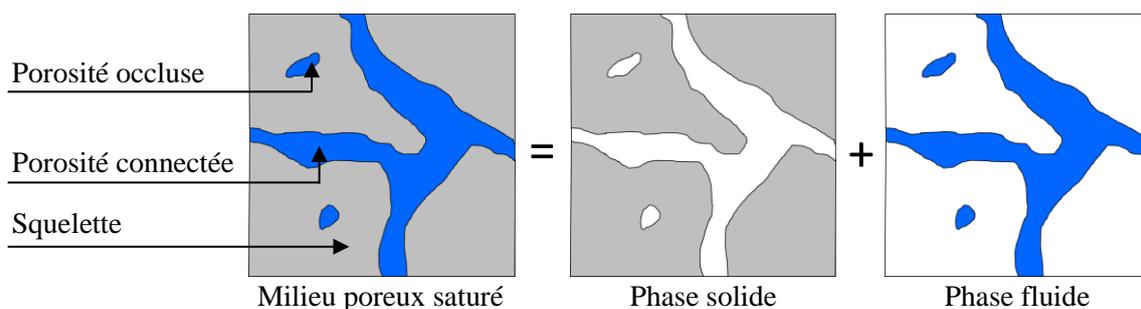


Figure 2-1. Principe de superposition des phases d'un milieu poreux saturé.

Un milieu poreux peut, à l'inverse d'un milieu continu classique, échanger de la matière avec le milieu extérieur, c'est ce qu'on appelle un milieu ouvert (Coussy, 1991). La matière échangée étant le fluide interstitiel qui, sous l'effet d'une augmentation de pression, induit une dilatation du matériau. L'effet d'une compression externe (contrainte totale) quant à elle, provoque une diminution du volume du matériau et engendre une surpression interstitielle si l'eau ne peut pas s'échapper du matériau ou y circule très lentement.

2.1.1. Comportement volumique poroélastique

Nous présentons ici un cadre poroélastique décrivant la réponse volumique d'un milieu poreux saturé par une phase fluide. Dans le but de simplifier la formulation, le matériau est considéré micro-isotrope et micro-homogène à l'échelle des grains solides (Cheng, 1997). La base théorique de cette formulation est abordée par plusieurs auteurs, dont Biot and Willis (1957), Brown and Korringa (1975), Rice and Cleary (1976), Zimmerman (1991), Detournay and Cheng (1993), Vardoulakis and Sulem (1995) et Coussy (2004).

Le but de cette formulation est d'identifier les paramètres de base du modèle et de définir les essais nécessaires pour les mesurer au laboratoire. La variation de la déformation volumique, définie comme la variation du volume total V par rapport au volume total initial V_0 , est notée $\varepsilon_v = -dV/V_0 = \varepsilon_1 + 2\varepsilon_2$, où ε_1 et ε_2 sont les déformations axiales et radiales, respectivement, qui seront mesurées durant les essais. Les conventions de signes adoptées ici sont celles de la mécanique des sols et des roches, où la contrainte totale σ est positive en compression.

En mécanique des sols, les effets de la contrainte totale et de la pression interstitielle sur la déformation des sols sont pris en compte par la contrainte effective de Terzaghi (1925, 1936). La contrainte effective de Terzaghi constitue une base fondamentale pour le développement de la mécanique des sols. Elle est définie comme la différence entre la contrainte totale σ et la pression interstitielle u_w (Eq. (1-1)).

$$\sigma_d = \sigma - u_w \quad (1-1)$$

La porosité Lagrangienne ϕ est le rapport du volume de l'espace poreux V_ϕ au volume total V_0 dans la configuration non-déformée du système :

$$\phi = \frac{V_\phi}{V_0} \quad (1-2)$$

Les variations du volume total V et du volume des pores V_ϕ sont exprimées en fonction des deux variables indépendantes qui sont la contrainte effective de Terzaghi σ_d de l'équation (1-1) et la pression interstitielle u_w . Ceci permet de définir quatre modules de compression K_d , K_s , K_p et K_ϕ suivant les relations (1-3) et (1-4) :

$$\varepsilon_v = -\frac{dV}{V_0} = \frac{1}{K_d} d\sigma_d + \frac{1}{K_s} du_w \quad (1-3)$$

$$-\frac{dV_\phi}{V_{\phi_0}} = \frac{1}{K_p} d\sigma_d + \frac{1}{K_\phi} du_w \quad (1-4)$$

K_d est le module de compression drainé, K_s est le module appelé couramment module sans membrane (*unjacketed*) et qui représente la compression des grains solides, K_p et K_ϕ sont les homologues de K_d et K_s et qui représente la déformabilité de l'espace poreux.

L'équation (1-3) peut être réécrite sous la forme de l'équation (1-5) :

$$\varepsilon_v = \frac{1}{K_d} \left[d\sigma - du_w + \frac{K_d}{K_s} du_w \right] = \frac{1}{K_d} (d\sigma - b du_w) \quad (1-5)$$

Le coefficient de Biot b est donc défini comme :

$$b = 1 - \frac{K_d}{K_s} \quad (1-6)$$

Dans la relation (1-5) l'expression $d\sigma' = d\sigma - b du_w$ est ce qu'on appelle la contrainte effective de Biot qu'on réécrit sans incrément de contraintes comme suit :

$$\sigma' = \sigma - b u_w \quad (1-7)$$

Cette relation prend en compte l'effet de la pression interstitielle sur la déformabilité des grains solides. A noter que la contrainte effective de Terzaghi est un cas particulier de la contrainte effective de Biot où $b = 1$.

Les quatre paramètres définis dans les équations (1-3) et (1-4) sont définis dans des conditions isothermes. Les essais qui permettent de mesurer les différents modules introduits ci-dessus sont présentés dans ce qui suit.

2.1.1.1. Essai de compression isotrope sans membrane ($\Delta\sigma = \Delta u_w$)

Cet essai, qu'on réalise par augmentation simultanée de la pression interstitielle et de la pression de confinement en proportions égales ($\Delta\sigma = \Delta u_w$), maintenant constante la contrainte effective de Terzaghi σ_d , permet de mesurer le module de compression sans membrane K_s (*unjacketed modulus* en anglais, Eq. (1-8)).

Cet essai permet d'appliquer une charge qui est supportée uniquement par les grains solides. De ce fait, la mesure de la déformation de l'échantillon permet de déterminer le module K_s . Dans le cas d'un matériaux poreux simple constitué d'une seule phase solide, ce module est égale au module de compression du minéral constituant de cette phase.

$$\frac{1}{K_s} = -\frac{1}{V_0} \left(\frac{\partial V}{\partial u_w} \right)_{\sigma_d} \quad (1-8)$$

La mesure de la variation du volume de la phase fluide dans cet essai permet en principe d'évaluer le module K_ϕ (Eq. (1-9)). Cependant la mesure expérimentale du module K_ϕ est très difficile, car pour trouver la variation du volume poreux de l'échantillon dans cet essai, qui doit être en principe un petit volume, le volume du fluide échangé doit être corrigé pour tenir compte de la compressibilité de système de drainage de la cellule et aussi de la compressibilité du générateur de pression (Ghabezloo, 2008).

$$\frac{1}{K_\phi} = -\frac{1}{V_{\phi_0}} \left(\frac{\partial V_\phi}{\partial u_w} \right)_{\sigma_d} \quad (1-9)$$

Dans le cas d'un matériau considéré micro-isotrope et micro-homogène à l'échelle des grains solides comme le cas de cette formulation (Cheng, 1997), les modules K_s et K_ϕ sont considérés égaux.

2.1.1.2. Essai de compression isotrope drainée ($\Delta\sigma, \Delta u_w = 0$)

Cet essai est réalisé en augmentant la pression de confinement tout en maintenant constante la pression interstitielle. La mesure de la variation du volume de l'échantillon permet d'évaluer le module de compression drainé K_d qui est donné par :

$$\frac{1}{K_d} = -\frac{1}{V_0} \left(\frac{\partial V}{\partial \sigma_d} \right)_{u_w} \quad (1-10)$$

Le module K_p (Eq. (1-11)) qui est une sorte de module drainé caractérisant la déformabilité des pores peut aussi être déterminé dans un essai drainé en mesurant la variation du volume des pores.

$$\frac{1}{K_p} = -\frac{1}{V_{\phi_0}} \left(\frac{\partial V_\phi}{\partial \sigma_d} \right)_{u_w} \quad (1-11)$$

Selon le théorème de réciprocité de Betti que l'on ne détaille pas ici (voir Detournay and Cheng 1993), l'augmentation du volume total sous l'effet d'une augmentation de la pression interstitielle est égale à la diminution du volume des pores sous l'effet d'une augmentation de la pression de confinement en condition isotherme. Ce théorème résulte, comme l'a aussi montré Zimmerman et al. (1986), en l'écriture de la relation (1-12) entre les modules élastiques K_p , K_d and K_s :

$$\frac{1}{K_p} = \frac{1}{\phi_0} \left(\frac{1}{K_d} - \frac{1}{K_s} \right) \quad (1-12)$$

Dans un milieu poreux saturé avec une phase fluide, de l'eau en l'occurrence, le volume des pores V_ϕ est le même que le volume de l'eau V_w ($V_\phi = V_w$) lors de l'essai drainé. De ce fait la combinaison des relations (1-2), (1-4) et (1-12) permet d'écrire la relation suivante :

$$\frac{dV_w}{V_0} = -\frac{d\sigma}{H} \quad (1-13)$$

Le module H est le module de Biot donné donc par :

$$\frac{1}{H} = \frac{1}{V_0} \left(\frac{\partial V_w}{\partial \sigma} \right)_{u_w} = \frac{1}{K_d} - \frac{1}{K_s} \quad (1-14)$$

De ce fait, à partir de la relation (1-14), la mesure du volume d'eau sortant de l'échantillon lors d'un essai drainé permet de définir une deuxième variante pour la détermination du coefficient de Biot b suivant cette relation :

$$b = \frac{K_d}{H} \quad (1-15)$$

La relation (1-14) montre que le module sans membrane K_s peut être déterminé indirectement en mesurant les deux modules H et K_d . On note aussi que la mesure de la quantité de la variation du volume d'eau au laboratoire est une opération délicate.

2.1.1.3. Essai en pression interstitielle sous confinement constant ($\Delta\sigma = 0, \Delta u_w$)

Suivant la relation (1-5), la mesure de la déformation volumique lors d'un essai où la pression interstitielle est variée sous confinement constant mène à :

$$d\varepsilon_v = -\frac{b}{K_d} du_w \quad (1-16)$$

Ceci est le même module de Biot H défini dans la relation (1-14) et qui peut être rédéfini suivant la relation (1-17) :

$$\frac{1}{H} = \frac{1}{V_0} \left(\frac{\partial V}{\partial u_w} \right)_\sigma \quad (1-17)$$

Cette méthode est une alternative pour la mesure du module H qui est difficilement mesuré lors d'un essai drainé comme expliqué précédemment. On a donc un troisième variante pour la détermination du coefficient de Biot volumique en réalisant un essai drainé et un essai en pression interstitielle sous confinement constant.

2.1.1.4. Essai de compression isotrope non-drainée ($\Delta\sigma, \Delta M_w = 0$)

L'essai de compression isotrope non-drainée est un essai réalisé dans une cellule triaxiale/isotrope en fermant le robinet du système de drainage. La pression de confinement est augmentée en maintenant constante la masse d'eau ($dm_w = 0$) dans l'échantillon.

Cet essai permet de déterminer le module de compression non-drainé K_u , en mesurant la déformation volumique et le coefficient de Skempton $B = \Delta u_w / \Delta\sigma$ (Skempton, 1954) (Eq. (1-18)), en mesurant la surpression interstitielle engendrée dans l'échantillon sous l'effet de la variation de la pression de confinement.

$$\frac{1}{K_u} = -\frac{1}{V_0} \left(\frac{dV}{d\sigma} \right)_{m_f}, \quad B = \left(\frac{du_w}{d\sigma} \right)_{m_f} \quad (1-18)$$

En remplaçant du_w par $B d\sigma$ dans la relation (1-5), on peut écrire K_u comme suit :

$$\frac{1}{K_u} = \frac{1-bB}{K_d} \quad (1-19)$$

La masse d'eau par unité de volume de l'échantillon est donné par $m_w = M_w/V_0 = \rho_w \phi$. La variation de la masse d'eau unitaire s'écrit donc :

$$dm_w = \phi_0 d\rho_w + \rho_w d\phi \quad (1-20)$$

La variation de la porosité Lagrangienne peut s'écrire $d\phi/\phi_0 = dV_\phi/V\phi_0$. En remplaçant celle-ci dans la relation (1-4) et en prenant en compte la relation (1-12), la variation de la porosité s'écrit comme suit :

$$d\phi = -\left(\frac{1}{K_d} - \frac{1}{K_s} \right) d\sigma + \left(\left(\frac{1}{K_d} - \frac{1}{K_s} \right) - \frac{\phi_0}{K_s} \right) du_w \quad (1-21)$$

La variation de la densité d'eau est donnée par $d\rho_w/\rho_w = du_w/K_w$ où K_w est le module de compression de l'eau liquide. En utilisant cette relation et la relation (1-21) dans l'équation (1-20) permet d'écrire :

$$dm_w = -\left(\frac{1}{K_d} - \frac{1}{K_s} \right) d\sigma + \left(\left(\frac{1}{K_d} - \frac{1}{K_s} \right) - \phi_0 \left(\frac{1}{K_w} - \frac{1}{K_s} \right) \right) du_w \quad (1-22)$$

De ce fait, dans le cas non-drainée ($dm_w = 0$), on peut écrire le coefficient de Skempton B comme suit :

$$B = \frac{du_w}{d\sigma} = \left(\frac{1}{K_d} - \frac{1}{K_s} \right) / \left(\left(\frac{1}{K_d} - \frac{1}{K_s} \right) + \phi_0 \left(\frac{1}{K_w} - \frac{1}{K_s} \right) \right) \quad (1-23)$$

2.1.1.5. Essai de pression interstitielle à déformation nulle ($\Delta u_w, \Delta \varepsilon_v = 0$)

Cet essai, difficile à réaliser au laboratoire, permet de déterminer le module du squelette solide N introduit par Biot, (Equation (1-24)) en mesurant la variation de la porosité sous l'effet d'une augmentation de pression interstitielle sous aucune variation du volume de l'échantillon. L'équation (1-24) est obtenue en remplaçant le terme $d\sigma = K_d \varepsilon_v + b du_w$ (pris à partir de la relation (1-5)) dans la relation (1-21).

$$d\phi = -b d\varepsilon_v + \frac{1}{N} du_w ; \quad \frac{1}{N} = \frac{b - \phi_0}{K_s} \quad (1-24)$$

2.1.1.6. Le coefficient de Biot b

Le coefficient de Biot est le paramètre clé du couplage hydromécanique pour l'utilisation de la théorie de poroélasticité de Biot. On a vu parmi les précédentes relations certaines équations qui permettent de déterminer ce coefficient. Nous résumons ici l'ensemble des relations obtenues et nous présentons également deux autres relations. Les résultats de deux essais différents ont été utilisés dans les relations (1-25)-(a) à (d). L'équation (1-25)-(e) est une équation où les résultats des quatre essais décrits précédemment sont utilisés.

La validité des résultats obtenus au laboratoire peut être vérifiée si l'on retrouve des valeurs comparables du coefficient de Biot par le biais de ces relations.

$$b = \begin{cases} \frac{K_d}{H} & (a) \\ 1 - \frac{K_d}{K_s} & (b) \\ \frac{1}{B} \left(1 - \frac{K_d}{K_u} \right) & (c) \\ \frac{K_u}{BK_u + H} & (d) \\ \frac{K_u(K_s - K_d)}{K_s(K_u - K_d) + H(K_s - K_d)} & (e) \end{cases} \quad (1-25)$$

Cette approche fera l'objet d'un programme d'essais réalisé dans cette thèse.

2.1.2. Poroélasticité anisotrope

Plusieurs études ont considéré la poroélasticité anisotrope des matériaux poreux (dont Thompson and Willis (1991), Detournay and Cheng (1993), Ghabezloo and Hemmati (2011), Noiret et al. (2011), Aichi and Tokunaga (2011)). La présentation faite ici s'inspire de Cheng (1997).

Cheng (1997) considère des tenseurs d'ordre 4 pour la matrice de rigidité $\underline{\underline{M}}$ et de souplesse $\underline{\underline{C}}^{-1}$, et des tenseurs d'ordre 2 pour les contraintes σ_{ij} les déformations ε_{ij} , les coefficients de Skempton B_{ij} et les coefficients de Biot b_{ij} . Pour plus de simplicité, nous considérons ici des tenseurs d'ordre 2 pour les matrice de rigidité et de souplesse, et des vecteurs pour les déformations, coefficients de Skempton et coefficients de Biot. Nous considérons uniquement les contraintes et déformations dans les directions principales.

Les vecteurs de contraintes, déformations, coefficients de Skempton et coefficient de Biot sont donnés par :

$$\underline{\sigma} = [\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3]^T \quad (1-26)$$

$$\underline{\varepsilon} = [\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3]^T \quad (1-27)$$

$$\underline{b} = [b_1, b_2, b_3]^T \quad (1-28)$$

$$\underline{B} = [B_1, B_2, B_3]^T \quad (1-29)$$

2.1.2.1. Poroélasticité orthotrope

Un matériau dit orthotrope possède trois plans orthogonaux de symétrie et les propriétés mécaniques sont donc différentes selon chaque axe. Le nombre des composantes élastiques indépendantes est réduit. Nous présentons ici l'écriture des tenseurs de coefficient de Biot et Skempton dans le cas d'un matériau orthotrope. La relation élastique déformations-contraintes donnée par Cheng (1997) s'écrit :

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_1 - b_1 u_w \\ \sigma_2 - b_2 u_w \\ \sigma_3 - b_3 u_w \end{pmatrix} \quad (1-30)$$

Où les composantes C_{ij} de la matrice de souplesse $\underline{\underline{C}}^{-1}$ d'un matériau orthotrope sont donnés par :

$$C_{11} = \frac{1}{E_1}, \quad C_{22} = \frac{1}{E_2}, \quad C_{33} = \frac{1}{E_3}, \quad C_{12} = \frac{-\nu_{12}}{E_1}, \quad C_{13} = \frac{-\nu_{13}}{E_1}, \quad C_{23} = \frac{-\nu_{23}}{E_2}$$

où E_1, E_2 et E_3 sont les modules de Young dans les directions x_1, x_2 et x_3 , respectivement. ν_{12}, ν_{13} et ν_{23} sont les coefficients de Poisson dans les plans $(x_1, x_2), (x_1, x_3)$ et (x_2, x_3) , respectivement. Pour une raison de symétrie, on a les égalités $\nu_{12}/E_1 = \nu_{21}/E_2$ et $\nu_{13}/E_1 = \nu_{31}/E_3$ et $\nu_{23}/E_2 = \nu_{32}/E_3$.

La matrice de rigidité, inverse de la matrice de souplesse, est donnée par :

$$\underline{\underline{M}} = \begin{pmatrix} M_{11} & M_{12} & M_{13} \\ M_{12} & M_{22} & M_{23} \\ M_{13} & M_{23} & M_{33} \end{pmatrix} \quad (1-31)$$

Les paramètres M_{ij} sont donnés par :

$$\begin{cases} M_{11} = \frac{E_1 E_2 (E_3 - E_2 \nu_{32}^2)}{A} \\ M_{22} = \frac{E_2^1 (E_3 - E_1 \nu_{31}^2)}{A} \\ M_{33} = \frac{E_3^1 (E_2 - E_1 \nu_{21}^2)}{A} \\ M_{12} = \frac{E_1 E_2 (E_3 \nu_{21} - E_2 \nu_{31} \nu_{32})}{A} \\ M_{13} = \frac{E_1 E_2 E_3 (\nu_{31} - \nu_{21} \nu_{32})}{A} \\ M_{23} = \frac{E_2 E_3 (E_1 \nu_{21} \nu_{31} - E_2 \nu_{32})}{A} \end{cases} \quad (1-32)$$

$$\text{Où,} \quad A = E_2 E_3 - E_1 E_2 \nu_{21}^2 - E_1 E_2 \nu_{31}^2 - E_2^2 \nu_{32}^2 - 2 E_1 E_2 E_3 \nu_{21} \nu_{31} \nu_{32}$$

L'écriture des composantes des tenseurs de Biot et de Skempton implique l'utilisation d'un tenseur de souplesse du grain solide C_{ijkl}^s , en lien avec le module de compression des grains solides K_s . Les tenseurs des coefficients de Biot et Skempton donnés par Cheng (1997) s'écrivent sous la forme :

$$b_{ij} = \delta_{ij} - M_{ijkl} \cdot C_{klmn}^s \quad (1-33)$$

$$B_{ij} = \frac{3(C_{ijkk} - C_{ijkk}^s)}{C} \quad (1-34)$$

Le coefficient C est le coefficient d'emmagasinement donné par :

$$C = (C_{ijij} - C_{ijij}^s) + \phi (C_f - C_{ijij}^s) \quad (1-35)$$

C_f est la compressibilité de la phase fluide qui est généralement de l'eau ($C_f = 1/K_f$).

Sous les hypothèses de micro-homogénéité (Thompson and Willis 1991; Cheng; 1997) et de micro-isotropie (Cheng 1997) qui postulent que le squelette solide est isotrope et homogène à l'échelle microscopique, le tenseur C_{klmn}^s est réduit à un paramètre volumique donnant le module de compression de la phase solide K_s .

$$C_{ijkk}^s = \frac{\delta_{ij} C_s}{3}, \text{ avec } C_s = \frac{1}{K_s} \quad (1-36)$$

Cette simplification permet de relier l'anisotropie des tenseurs de Biot et de Skempton à l'anisotropie structurale du matériau à l'échelle macroscopique. Les composantes du tenseur de Biot sont dans ce cas donnés par :

$$\begin{cases} b_1 = 1 - \frac{M_{11} + M_{12} + M_{13}}{3K_s} & (a) \\ b_2 = 1 - \frac{M_{12} + M_{22} + M_{23}}{3K_s} & (b) \\ b_3 = 1 - \frac{M_{13} + M_{23} + M_{33}}{3K_s} & (c) \end{cases} \quad (1-37)$$

Et les composantes du tenseur de Skempton sont données par :

$$\begin{cases} B_1 = \frac{3(C_{11} + C_{12} + C_{13}) - C_s}{C} & (a) \\ B_2 = \frac{3(C_{12} + C_{22} + C_{23}) - C_s}{C} & (b) \\ B_3 = \frac{3(C_{13} + C_{23} + C_{33}) - C_s}{C} & (c) \end{cases} \quad (1-38)$$

Le coefficient C s'écrit donc :

$$C = \left(C^* - \frac{1}{K_s} \right) + \phi \left(\frac{1}{K_w} - \frac{1}{K_s} \right) \quad (1-39)$$

C^* est l'équivalent de $1/K_d$ et il est donné par :

$$C^* = \sum C_{ij} = C_{11} + C_{22} + C_{33} + 2C_{12} + 2C_{13} + 2C_{23} \quad (1-40)$$

Le module K_d peut s'écrire sous la forme :

$$\frac{1}{K_d} = \frac{\sum M_{ij}}{9} = \frac{M_{11} + M_{22} + M_{33} + 2M_{12} + 2M_{13} + 2M_{23}}{9} \quad (1-41)$$

On constate que le coefficient de Skempton est égal à la moyenne des trois composantes du tenseur de Skempton (voir Monfared et al. (2011)) :

$$B = \frac{\sum B_i}{3} = \left(C^* - \frac{1}{K_s} \right) / \left(\left(C^* - \frac{1}{K_s} \right) + \phi \left(\frac{1}{K_w} - \frac{1}{K_s} \right) \right) \quad (1-42)$$

2.1.2.2. Poroélasticité isotrope transverse

Les roches argileuses sédimentaires telles que l'argilite du Callovo-Oxfordien, l'Argile à Opalinus, ou l'argilite de Tournemire (Noiret et al., (2011)) sont des matériaux isotropes transverses caractérisées par la présence d'un axe de symétrie de révolution perpendiculaire au litage, qui correspond à un plan présentant une isotropie dans ses deux directions. Nous présentons ici le cadre de la poroélasticité saturée étendu au cas des matériaux isotropes transverses.

En prenant l'axe de révolution dans la direction x_1 , une réduction du nombre des paramètres est possible par les égalités $\nu_{12} = \nu_{13}$ et $E_2 = E_3$. La matrice de souplesse s'écrit :

$$\underline{\underline{C}}^{-1} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} \\ C_{12} & C_{23} & C_{22} \end{pmatrix} \quad (1-43)$$

Et la matrice de rigidité est donnée par :

$$\underline{\underline{M}} = \begin{pmatrix} M_{11} & M_{12} & M_{12} \\ M_{12} & M_{22} & M_{23} \\ M_{12} & M_{23} & M_{22} \end{pmatrix} \quad (1-44)$$

Les paramètres M_{ij} dans ce cas sont donnés par :

$$\begin{cases} M_{11} = \frac{E_1^2(1-\nu_{23})}{E_1 - E_1\nu_{23} - 2E_2\nu_{12}^2} \\ M_{12} = \frac{E_2 E_1\nu_{12}}{E_1 - E_1\nu_{23} - 2E_2\nu_{12}^2} \\ M_{22} = \frac{E_2(E_1 - E_2\nu_{12}^2)}{(1+\nu_{23})(E_1 - E_1\nu_{23} - 2E_2\nu_{12}^2)} \\ M_{23} = \frac{E_2(E_1\nu_{23} + E_2\nu_{12}^2)}{(1+\nu_{23})(E_1 - E_1\nu_{23} - 2E_2\nu_{12}^2)} \end{cases} \quad (1-45)$$

Suivant Cheng (1997) on peut maintenant écrire les coefficients de Biot comme suite :

$$\begin{cases} b_1 = 1 - \frac{M_{11} + 2M_{12}}{3K_s} & (a) \\ b_2 = 1 - \frac{M_{12} + M_{22} + M_{23}}{3K_s} & (b) \end{cases} \quad (1-46)$$

Et les composantes du tenseur de Skempton sont données par :

$$\begin{cases} B_1 = \frac{3(C_{11} + 2C_{12}) - C_s}{C} & (a) \\ B_2 = \frac{3(C_{12} + C_{22} + C_{23}) - C_s}{C} & (b) \end{cases} \quad (1-47)$$

La détermination des coefficients de Biot nécessite la mesure séparée des quatre paramètres élastiques de la matrice de souplesse, à savoir ν_{12} , ν_{13} , E_1 et E_2 . D'autres méthodes peuvent être utilisées à l'image des études de Bemmer et al. (2004) et Noiret et al. (2011) à l'œdomètre ainsi qu'une nouvelle méthode développée dans cette thèse dans une cellule de compression isotrope.

2.2. Détermination des coefficients b_1 et b_2 au laboratoire

2.2.1. Essais œdométriques

Les essais œdométriques sont réalisés au laboratoire en appliquant un chargement axial sur une éprouvette en empêchant les déformations latérales. Pour la détermination des

composantes du tenseur de Biot (b_1 et b_2), une pression interstitielle est appliquée dans l'échantillon sous une contrainte axiale constante. La réalisation de ces essais nécessite une bonne étanchéité de la cellule œdométrique et un contrôle de la pression interstitielle. Des essais similaires ont été réalisés sur l'argilite du Callovo-Oxfordien par Vincké et al. (1998), Escoffier (2002) et Bemmer et al. (2004) et plus récemment sur l'argilite de Tournemire par Noiret et al. (2011).

La relation contraintes-déformations dans un milieu poreux isotrope transverse est donnée comme suit (Cheng (1997)):

$$\begin{pmatrix} \sigma_1 - b_1 u_w \\ \sigma_2 - b_2 u_w \\ \sigma_3 - b_2 u_w \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} M_{11} & M_{12} & M_{12} \\ M_{12} & M_{22} & M_{23} \\ M_{12} & M_{23} & M_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \end{pmatrix} \quad (1-48)$$

Nous avons écrit dans la relation (1-48) les trois composantes de déformation ε_1 , ε_2 et ε_3 et les trois composantes des contraintes σ_1 , σ_2 et σ_3 parce que dans les conditions œdométriques, si la direction de chargement est perpendiculaire au plan de la stratification il en résulte que la contrainte appliquée coïncidera avec la contrainte σ_1 . Dans ce cas les deux contraintes latérales seront égales ($\sigma_2 = \sigma_3$). Or, si le chargement est appliqué sur un axe parallèle aux plans de litage, la contrainte radiale varie en fonction de l'angle. Dans ce cas, on admet que le chargement axial coïncide avec la contrainte σ_2 , il en résulte que $\sigma_1 \neq \sigma_3$.

2.2.1.1. Cas perpendiculaire au litage

Dans le cas d'un essai œdométrique drainé ($du_w = 0$) avec un chargement perpendiculaire aux plans de litage (Figure 2-2), on aura $\varepsilon_2 = \varepsilon_3 = 0$ et $d\sigma_2 = d\sigma_3$ (qui sont à mesurer) tandis que $d\sigma_1$ est la charge qu'on applique et ε_1 la déformation axiale qu'on mesure.

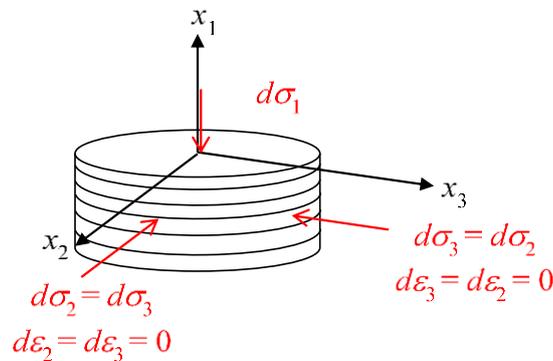


Figure 2-2. Conditions aux limites d'un essai œdométrique perpendiculaire aux plans de litage.

Pour distinguer entre les contraintes et déformations d'un essai où la contrainte axiale est contrôlée et un essai dans lequel la pression interstitielle est contrôlée, nous rajoutons un signe σ pour le premier cas ($d\sigma_i^\sigma$ et ε_i^σ) et un signe u_w dans le deuxième cas ($d\sigma_i^{u_w}$ et $\varepsilon_i^{u_w}$).

Essai drainé

L'application du cycle de déchargement-rechargement élastique et la mesure de la déformation axiale engendrée permettent de mesurer la composante M_{11} de la matrice de rigidité. A partir de la relation (1-48) on peut écrire :

$$d\sigma_1^\sigma = M_{11} \varepsilon_1^\sigma \quad (1-49)$$

Le module M_{11} ici est le module œdométrique mesuré dans l'axe perpendiculaire aux plans de litage.

La mesure de la contrainte radiale ($d\sigma_2 = d\sigma_3$) permet de mesurer la composante M_{12} de la matrice de rigidité. A partir de la relation (1-48) on peut écrire :

$$d\sigma_2^\sigma = M_{12} \varepsilon_1^\sigma \quad (1-50)$$

Essai en pression interstitielle

L'application d'un cycle de chargement-rechargement en pression interstitielle (du_w) sous contrainte axiale constante avec la mesure de la déformation axiale permet d'obtenir la relation :

$$- b_1 du_w = M_{11} \varepsilon_1^{u_w} \quad (1-51)$$

La mesure de la contrainte radiale dans un cycle de chargement-rechargement en pression interstitielle (du_w) permet, en mesurant la déformation axiale, de définir la relation :

$$d\sigma_2^{u_w} - b_2 du_w = M_{12} \varepsilon_1^{u_w} \quad (1-52)$$

La combinaison entre les relations (1-49) et (1-51) permet d'établir la relation ci-dessous pour le coefficient de Biot b_1 :

$$b_1 = \frac{d\sigma_1^\sigma / \varepsilon_1^\sigma}{du_w / \varepsilon_1^{u_w}} \quad (1-53)$$

La combinaison entre les relations (1-50) et (1-52) donne la relation ci-dessous pour le coefficient de Biot b_2 :

$$b_2 = \frac{d\sigma_2^{u_w}}{du_w} - \frac{d\sigma_1^\sigma / \varepsilon_1^\sigma}{du_w / \varepsilon_1^{u_w}} \quad (1-54)$$

Ces relations montrent qu'il est possible d'obtenir les deux coefficients de Biot b_1 et b_2 sur un seul échantillon en réalisant les deux précédents cycles de chargement en conditions œdométriques.

2.2.1.2. Cas parallèle au litage

Les conditions aux limites lors d'un essai œdométrique drainé ($du_w = 0$) sur un échantillon carotté dans le sens parallèle aux plans de litage, sont présentées schématiquement sur la Figure 2-3. La contrainte axiale que l'on fait varier dans ce cas est la contrainte σ_2 . Les caractéristiques mécaniques dans le plan (x_1, x_2) sont différentes de celles du plan (x_2, x_3) , et cela engendre une différence entre la contrainte qui sera mesurée dans la direction x_1 et celle de la direction x_3 ($d\sigma_1 \neq d\sigma_3$). La contrainte radiale varie suivant l'angle du plan de sa direction. Les conditions œdométriques imposent des déformations radiales ε_1 et ε_3 nulles ($\varepsilon_1 = \varepsilon_3 = 0$). La déformation ε_2 est mesurée.

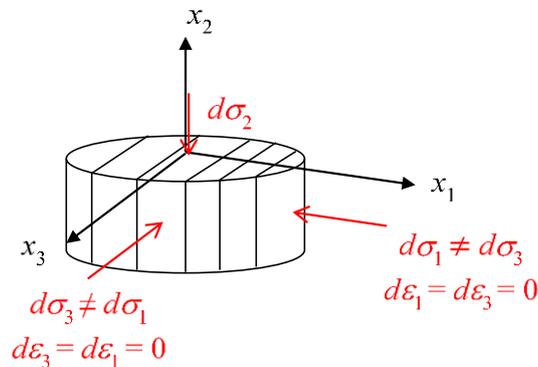


Figure 2-3. Conditions aux limites d'un essai œdométrique parallèle aux plans de litage.

Essai drainé

La variation de la contrainte axiale σ_2^σ dans les conditions drainées ($du_w = 0$) permet d'écrire, à partir de la relation (1-48), la relation qui donne la composante M_{22} de la matrice de rigidité. M_{22} est dans ce cas le module œdométrique dans la direction parallèle aux plans de litage :

$$d\sigma_2^\sigma = M_{22} \varepsilon_2^\sigma \quad (1-55)$$

La mesure des deux contraintes radiales $d\sigma_1^\sigma$ et $d\sigma_3^\sigma$ ($d\sigma_1^\sigma \neq d\sigma_3^\sigma$) permet, avec la mesure de la déformation axiale ε_2^σ , de mesurer les composantes M_{12} et M_{23} de la matrice de rigidité comme donné dans les relations suivantes :

$$d\sigma_1^\sigma = M_{12} \varepsilon_2^\sigma \quad (1-56)$$

$$d\sigma_3^\sigma = M_{23} \varepsilon_2^\sigma \quad (1-57)$$

Essai en pression interstitielle

L'application d'un cycle de chargement-déchargement en pression interstitielle (du_w) sous une contrainte axiale constante (dans ce cas $d\sigma_2^{uv} = 0$), et la mesure de la déformation axiale qui y est engendrée permettent d'écrire :

$$- b_2 du_w = M_{22} \varepsilon_2^{u_w} \quad (1-58)$$

La mesure des deux contraintes radiales $d\sigma_1^\sigma$ et $d\sigma_3^\sigma$ ($d\sigma_1^\sigma \neq d\sigma_3^\sigma$) permet, avec la mesure de la déformation axiale $\varepsilon_2^{u_w}$ d'écrire :

$$d\sigma_1^{u_w} - b_1 du_w = M_{12} \varepsilon_2^{u_w} \quad (1-59)$$

$$d\sigma_3^{u_w} - b_2 du_w = M_{23} \varepsilon_2^{u_w} \quad (1-60)$$

La combinaison des relations (1-55) et (1-58) permet d'écrire b_2 sous la forme :

$$b_2 = \frac{d\sigma_2^\sigma / \varepsilon_2^\sigma}{du_w / \varepsilon_2^{u_w}} \quad (1-61)$$

La combinaison des relations (1-56) et (1-57) avec les relations (1-59) et (1-60) respectivement permet d'écrire les coefficients b_1 et b_2 comme suit :

$$b_1 = \frac{d\sigma_1^{u_w}}{du_w} - \frac{d\sigma_1^\sigma / \varepsilon_2^\sigma}{du_w / \varepsilon_2^{u_w}} \quad (1-62)$$

$$b_2 = \frac{d\sigma_3^{u_w}}{du_w} - \frac{d\sigma_3^\sigma / \varepsilon_2^\sigma}{du_w / \varepsilon_2^{u_w}} \quad (1-63)$$

Ces relations montrent qu'il est possible de mesurer les coefficients de Biot b_1 et b_2 aussi d'un essai œdométrique sur échantillon parallèle aux plan de litage mais avec mesure des contraintes radiales. Le coefficient b_2 est donné par deux différentes relations. On note que dans le cas d'une orthotropie, la relation (1-63) donnerait théoriquement le coefficient de Biot b_3 .

2.2.2. Essais en cellule isotrope

La réalisation d'un essai de compression isotrope drainée et d'un essai en pression interstitielle comme expliqué dans les paragraphes 2.1.1.4 et 2.1.1.3 permet d'estimer les coefficients de Biot b_1 et b_2 . Nous développons ici un cadre théorique qui permet l'expression de ces deux coefficients. La mesure des déformations axiales et radiales est nécessaire. Dans ce qui suit, l'axe de l'isotropie transverse est perpendiculaire aux plans de litage.

Nous rappelons ici la relation déformations-contraintes pour un matériau isotrope transverse ayant l'axe de révolution dans la direction x_1 :

$$\begin{pmatrix} d\varepsilon_1 \\ d\varepsilon_2 \\ d\varepsilon_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_1} & \frac{-\nu_{12}}{E_1} & \frac{-\nu_{12}}{E_1} \\ \frac{-\nu_{12}}{E_1} & \frac{1}{E_2} & \frac{-\nu_{23}}{E_2} \\ \frac{-\nu_{12}}{E_1} & \frac{-\nu_{23}}{E_2} & \frac{1}{E_2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} d\sigma_1 - b_1 du \\ d\sigma_2 - b_2 du \\ d\sigma_3 - b_3 du \end{pmatrix} \quad (1-64)$$

Dans le cas d'une pression de confinement est isotrope ($d\sigma_1 = d\sigma_2 = d\sigma_3 = d\sigma$), on peut écrire, à partir de cette dernière relation, la variation des déformations axiale et radiale ($d\varepsilon_1, d\varepsilon_2$) comme suit :

$$\begin{cases} d\varepsilon_1 = \frac{1}{E_1}(d\sigma - b_1 du_w) - \frac{2\nu_{12}}{E_1}(d\sigma - b_2 du_w) & (a) \\ d\varepsilon_2 = -\frac{\nu_{12}}{E_1}(d\sigma - b_1 du_w) + \frac{(1 - \nu_{23})}{E_2}(d\sigma - b_2 du_w) & (b) \end{cases} \quad (1-65)$$

Compression isotrope drainée

Lors d'un essai de compression isotrope drainée ($du_w = 0$) (§2.1.1.2), la mesure des déformations axiales et radiales d'un échantillon carotté avec un axe perpendiculaire aux plans de litage permet d'écrire les relations (1-65)-(a) et (b) sous la forme :

$$\begin{cases} \frac{1}{D_1} = \frac{d\varepsilon_1}{d\sigma} = \frac{1}{E_1}(1 - 2\nu_{12}) & (a) \\ \frac{1}{D_2} = \frac{d\varepsilon_2}{d\sigma} = -\frac{\nu_{12}}{E_1} + \frac{(1 - \nu_{23})}{E_2} & (b) \end{cases} \quad (1-66)$$

Les modules D_1 et D_2 sont les modules anisotropes drainés dans les directions x_1 et x_2 respectivement.

Essai en pression interstitielle

Dans le cas d'un essai en pression interstitielle où la pression de confinement est maintenue constante ($d\sigma = 0$) (§2.1.1.3), il est également possible de mesurer les déformations anisotropes radiales et axiales et de définir les modules de Biot anisotropes H_1 et H_2 , dans les directions x_1 et x_2 respectivement. Cela permet de réécrire les relations (1-65)-(a) et (b) sous la forme :

$$\begin{cases} \frac{1}{H_1} = \frac{d\varepsilon_1}{du_w} = -\frac{b_1}{E_1} + 2\nu_{12} \frac{b_2}{E_1} & (a) \\ \frac{1}{H_2} = \frac{d\varepsilon_2}{du_w} = \frac{\nu_{12}}{E_1} b_1 - \frac{(1 - \nu_{23})}{E_2} b_2 & (b) \end{cases} \quad (1-67)$$

Les coefficients de Biot

A partir des relations (1-66) et (1-67) les coefficients de Biot b_1 et b_2 peuvent être écrits en fonction des paramètres mesurés dans les essais présentés ci-dessus D_1, D_2, H_1, H_2 , ainsi que le coefficient de Poisson ν_{12} :

$$\begin{cases} b_1 = -2\nu_{12} \left[\left(\frac{\nu_{12}}{H_1} + \frac{1}{H_2} \right) / \left(\frac{\nu_{12}}{D_1} + \frac{1}{D_2} \right) \right] - (1 - 2\nu_{12}) \frac{D_1}{H_1} & (a) \\ b_2 = - \left[\left(\frac{\nu_{12}}{H_1} + \frac{1}{H_2} \right) / \left(\frac{\nu_{12}}{D_1} + \frac{1}{D_2} \right) \right] & (b) \end{cases} \quad (1-68)$$

Cette approche est utilisée dans les travaux expérimentaux de cette thèse et des coefficients de Biot anisotropes ont été mesurés pour deux échantillons différents sous deux contraintes de confinement.

Essais non drainé et sans membrane

De la même manière, les modules anisotropes non-drainés U_1 et U_2 , dans les directions x_1 et x_2 respectivement, peuvent être définis en mesurant les déformations axiales et radiales lors d'une compression isotrope non-drainée. La pression de confinement est ensuite augmentée (ou diminuée) et la surpression (dépression) interstitielle est mesurée à l'aide de capteurs de pression connectés au système de drainage. En considérant un état simple où le coefficient de Skempton B est isotrope, les relations donnant les modules U_1 et U_2 peuvent être écrites ainsi :

$$\begin{cases} \frac{1}{U_1} = \frac{d\varepsilon_1}{d\sigma} = \frac{1}{E_1}((1-b_1B) - 2\nu_{12}(1-b_2B)) & (a) \\ \frac{1}{U_2} = \frac{d\varepsilon_2}{d\sigma} = -\frac{\nu_{12}}{E_1}(1-b_1B) + \frac{(1-\nu_{23})}{E_2}(1-b_2B) & (b) \end{cases} \quad (1-69)$$

Lors d'un essai de compression sans membrane ($d\sigma = du_w$) où l'on mesure le module de compression des grains solides K_s , la mesure des déformations anisotropes permet de définir des modules de rigidité anisotrope du grain solide, S_1 et S_2 dans les directions x_1 et x_2 respectivement :

$$\begin{cases} \frac{1}{S_1} = \frac{d\varepsilon_1}{d\sigma} = \frac{1}{E_1}((1-b_1) - 2\nu_{12}(1-b_2)) & (a) \\ \frac{1}{S_2} = \frac{d\varepsilon_2}{d\sigma} = -\frac{\nu_{12}}{E_1}(1-b_1) + \frac{(1-\nu_{23})}{E_2}(1-b_2) & (b) \end{cases} \quad (1-70)$$

En observant les relations (1-66) à (1-70) on constate que le cas où les coefficients de Biot b_1 et b_2 sont égaux ($b_1 = b_2$), les rapports d'anisotropie des modules anisotropes des différents essais sont à leur tour égaux ($D_2/D_1 = H_2/H_1 = U_2/U_1 = S_2/S_1$).

2.3. Poroélasticité non-saturée

Le comportement mécanique des milieux poreux non-saturés est d'une importance majeure dans l'ingénierie géotechnique et géomécanique, notamment pour son application dans la modélisation du comportement in-situ des roches argileuses sujettes à la désaturation (Charlier et al., 2013) ou des essais au laboratoire à l'exemple des travaux de (Mánica et al., 2016). Un milieu poreux est dit non-saturé dans le cas où il est composé au moins de trois phases distinctes ; une phase solide, et deux phases fluides, qui sont le plus souvent l'eau et l'air dans les sols et les roches (Figure 2-4).

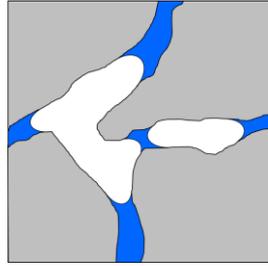


Figure 2-4. Représentation schématique d'un milieu poreux non-saturé.

Il est nécessaire de bien cerner les mécanismes gouvernant le transfert des fluides et les échanges hydriques dans la roche non-saturée. Dans ce contexte, des tentatives d'extension du concept de contrainte effective aux milieux poreux non-saturés ont été proposés (Bishop and Blight, 1963; Khalili and Valliappan, 1996; Gray and Schrefler, 2001; Loret and Khalili, 2002; Khalili et al., 2005; Coussy, 2007).

En se basant sur la saturation Lagrangienne, une formulation poroélastique en non-saturé ont été proposées par Coussy (2007) ($S_r = V_w/V_{\phi 0}$ avec V_w volume d'eau actuel et $V_{\phi 0}$ volume des vides initial) V_{w0} et des dérivations thermodynamiques. Pour pouvoir considérer des paramètres mesurables au laboratoire, Aichi and Tokunaga (2011) ont repris les travaux de Coussy (2007) en proposant un cadre théorique plus général prenant en compte l'anisotropie des propriétés du milieu poreux. Ils ont également proposé des essais imaginés, difficiles à réaliser au laboratoire, pour la détermination de paramètres plus compliqués au laboratoire. Ghabezloo et Hemmati (2011) ont proposé ce même cadre élargi au cas des matériaux hétérogènes à l'échelle microscopique.

Dans ce qui suit, nous présentons, comme pour le cas saturé, une écriture de la variation du volume total V et du volume des pores V_{ϕ} en fonction de trois variables indépendantes σ'' , u_w et s :

$$\sigma'' = \sigma - u_a, \quad s = u_a - u_w \quad (1-71)$$

où σ'' est la contrainte nette, une variable largement utilisée en mécanique des sols non saturés (Coleman 1962), σ est la contrainte totale, u_w la pression d'eau, u_a la pression d'air et s la succion. Ceci permet de retrouver la formulation poroélastique non-saturée présentée par Aichi and Tokunaga (2011) et Ghabezloo and Hemmati (2011) dans le cas isotrope.

$$\frac{dV}{V_0} = -\varepsilon_v = \frac{1}{V_0} \left(\frac{\partial V}{\partial \sigma''} \right)_{u_w, u_a} d\sigma'' + \frac{1}{V_0} \left(\frac{\partial V}{\partial u_w} \right)_{\sigma, u_a} du_w + \frac{1}{V_0} \left(\frac{\partial V}{\partial s} \right)_{\sigma, u_a} ds \quad (1-72)$$

$$\frac{dV_{\phi}}{V_{\phi 0}} = \frac{1}{V_{\phi 0}} \left(\frac{\partial V_{\phi}}{\partial \sigma''} \right)_{u_w, u_a} d\sigma'' + \frac{1}{V_{\phi 0}} \left(\frac{\partial V_{\phi}}{\partial u_w} \right)_{\sigma, u_a} du_w + \frac{1}{V_{\phi 0}} \left(\frac{\partial V_{\phi}}{\partial s} \right)_{\sigma, u_a} ds \quad (1-73)$$

Dans le cas où les pressions d'eau et d'air sont maintenues constantes sous une variation de la contrainte totale ($\Delta\sigma \neq 0$, $\Delta u_w = \Delta u_a = 0$), ce sera équivalent à un essai drainé en condition saturée. Les modules K_d et K_p peuvent être redéfinis en cas non-saturé comme suit :

$$\frac{1}{K_d} = -\frac{1}{V_0} \left(\frac{\partial V}{\partial \sigma''} \right)_{u_w, u_a} \quad (1-74)$$

$$\frac{1}{K_p} = -\frac{1}{V_{\phi_0}} \left(\frac{\partial V_{\phi}}{\partial \sigma''} \right)_{u_w, u_a} \quad (1-75)$$

Dans le cas où la pression de confinement, la pression d'eau et la pression d'air sont augmentées avec les mêmes incréments ($\Delta\sigma = \Delta u_w = \Delta u_a$), les conditions d'un essai sans membrane sur milieu saturé sont reproduites, permettant de redéfinir les modules K_s et K_{ϕ} sous la forme :

$$\frac{1}{K_s} = -\frac{1}{V_0} \left(\frac{\partial V}{\partial u_w} \right)_{\sigma, u_w} \quad (1-76)$$

$$\frac{1}{K_{\phi}} = -\frac{1}{V_{\phi_0}} \left(\frac{\partial V_{\phi}}{\partial u_w} \right)_{\sigma, u_w} \quad (1-77)$$

Un troisième cas de charge est l'augmentation de la succion en maintenant la contrainte nette σ'' et la pression d'eau constantes ($du_w = 0$, $d\sigma - du_a = 0$ donc $d\sigma = du_a = ds$). On définit maintenant deux nouveaux modules K_m et $K_{\phi m}$ qu'on peut mesurer physiquement (Khalili and Valliappan, 1996), avec :

$$\frac{1}{K_m} = -\frac{1}{V_0} \left(\frac{\partial V}{\partial s} \right)_{d\sigma'', du_w} \quad (1-78)$$

$$\frac{1}{K_{\phi m}} = -\frac{1}{V_0} \left(\frac{\partial V_{\phi}}{\partial s} \right)_{d\sigma'', du_w} \quad (1-79)$$

Il est à noter ici que les approches élastiques relatives aux variations de succion supposent implicitement la réversibilité, et ne tiennent donc pas compte des phénomènes d'hystérésis caractéristiques des propriétés de rétention d'eau des sols non saturés.

La définition des paramètres donnés dans les relations (1-74) à (1-79) permet de réécrire les relations (1-72) et (1-73) comme suit :

$$\varepsilon_v = \frac{1}{K_d} d\sigma'' + \frac{1}{K_s} du_w + \frac{1}{K_m} ds \quad (1-80)$$

$$\frac{dV_{\phi}}{V_{\phi_0}} = -\frac{1}{K_p} d\sigma'' - \frac{1}{K_{\phi}} du_w - \frac{1}{K_{\phi m}} ds \quad (1-81)$$

A partir de la relation (1-80), la variation de la contrainte totale peut être écrite sous la forme :

$$d\sigma = K_d d\varepsilon_v + b_w du_w + b_a du_a \quad (1-82)$$

avec,

$$b_w = \frac{K_d}{K_m} - \frac{K_d}{K_s}, \quad b_a = 1 - \frac{K_d}{K_m} \quad (1-83)$$

b_w et b_a sont les coefficients de Biot de l'eau et de l'air respectivement, écrits en fonction de modules mesurables au laboratoire. La relation (1-80) est similaire à la relation dérivée à partir du potentiel d'énergie suivant la théorie de la thermodynamique (Coussy, 2007; Ghabezloo and Hemmati, 2011; Aichi and Tokunaga, 2011). La somme des deux coefficients de Biot b_w et b_a donnés dans la relation (1-83) donne le coefficient de Biot saturé b comme suit :

$$b = b_w + b_a = 1 - \frac{K_d}{K_s} \quad (1-84)$$

Etant donné que la mesure du module K_m dépend de la succion qui est une variable liée au degré de saturation par le biais de la courbe de rétention d'eau, on peut postuler que les deux coefficients b_w et b_a dépendent à leur tour du degré de saturation. L'hypothèse la plus couramment utilisée, adoptée par Coussy (2007), relie ces deux paramètres au paramètre χ de Bishop (1959) (Eq. (1-85)) et au coefficient de Biot saturé b . Le paramètre χ dépend du degré de saturation.

$$b_w = \chi b, \quad b_a = (1 - \chi)b \quad (1-85)$$

La comparaison des relations (1-83) et (1-85) permet d'écrire le module K_m en fonction des modules saturés drainé et sans membrane (K_d et K_s) et du paramètre de Bishop χ :

$$\frac{1}{K_m} = \frac{\chi}{K_d} + \frac{(1 - \chi)}{K_s} \quad (1-86)$$

En considérant la porosité Lagrangienne (Eq. (1-2)) et sa variation $d\phi/\phi_0 = dV_\phi/V_{\phi_0}$, le remplacement de la relation (1-82) dans la relation (1-81) avec la prise en compte du théorème de réciprocité de Betti (Eq. (1-12)) permet d'écrire la variation élastique de la porosité sous la forme :

$$d\phi = -b d\varepsilon_v + \frac{1}{N_w} du_w + \frac{1}{N_a} du_a \quad (1-87)$$

Les modules N_w et N_a sont équivalents au module de Biot N d'un milieu poreux saturé (Eq. (1-24)), les indices w et a réfèrent aux phase eau et air respectivement. Ils sont donnés par :

$$\begin{cases} \frac{1}{N_w} = \frac{b - \phi_0}{K_s} - \frac{b}{K_m} + \frac{\phi_0}{K_{\phi m}} & (a) \\ \frac{1}{N_w} = \frac{b}{K_m} - \frac{\phi_0}{K_{\phi m}} & (b) \end{cases} \quad (1-88)$$

Dans le cas où $du_w = du_a$ l'équation (1-87) sera équivalente à l'équation (1-24), on retrouve dans ce cas la relation :

$$\frac{1}{N} = \frac{1}{N_w} + \frac{1}{N_a} = \frac{b}{K_s} - \frac{\phi_0}{K_{\phi}} \quad (1-89)$$

En se basant sur la décomposition proposée par Coussy (2007), on peut écrire la variation des porosités saturées par chaque phase fluide comme donné dans les relations (1-90)-(a) et (b). Ces deux relations introduisent des paramètres N_{ij} difficiles à mesurer au laboratoire. Le passage par ces relations est adopté pour définir des expressions plus simples des paramètres N_w et N_a en fonction de paramètres mesurables au laboratoire.

$$\begin{cases} d\phi_w = -\chi b d\varepsilon_v + \frac{1}{N_{ww}} du_w + \frac{1}{N_{aw}} du_a & (a) \\ d\phi_a = -(1-\chi) b d\varepsilon_v + \frac{1}{N_{aw}} du_w + \frac{1}{N_{aa}} du_a & (b) \end{cases} \quad (1-90)$$

On considère maintenant un essai sans membrane où la contrainte totale, la pression de l'eau et la pression de l'air sont augmentées simultanément avec le même incrément ($\Delta\sigma = \Delta u_w = \Delta u_a$). La mesure de la déformation volumique donne le module K_s et la relation $\Delta\sigma = \Delta u_w = \Delta u_a = K_s \varepsilon_v$ résulte de l'équation (1-80). Le remplacement de $\Delta u_w = \Delta u_a = K_s \varepsilon_v$ dans la relation (1-87) avec la prise en compte de la relation (1-89) permet d'écrire :

$$\frac{d\phi}{\phi_0} = \beta \varepsilon_v, \quad \beta = \frac{K_s}{K_{\phi}} \quad (1-91)$$

Le paramètre β a été introduit par Ghabezloo and Hemmati (2011). En conséquence, sous l'hypothèse que les constituants solides sont homogènes à l'échelle microscopique, les variations des porosités partielles de l'eau et de l'air peuvent être écrites ainsi (voir Coussy, 2007 ; Ghabezloo and Hemmati, 2011 ; Aichi and Tokunaga, 2011) :

$$\beta d\varepsilon_v = -\frac{1}{S_r} \frac{d\phi_w}{\phi_0} = -\frac{1}{(1-S_r)} \frac{d\phi_a}{\phi_0} \quad (1-92)$$

Le remplacement de la relation (1-92) dans les relations (1-90)-(a) et (b) permet de retrouver deux expressions des paramètres N_w et N_a en fonction de paramètres facilement mesurables au laboratoire :

$$\begin{cases} \frac{1}{N_w} = \frac{1}{N_{ww}} + \frac{1}{N_{wa}} = \frac{\chi b}{K_s} - \frac{S_r \phi_0}{K_\phi} & (a) \\ \frac{1}{N_a} = \frac{1}{N_{wa}} + \frac{1}{N_{aa}} = \frac{(1-\chi)b}{K_s} - \frac{(1-S_r)\phi_0}{K_\phi} & (b) \end{cases} \quad (1-93)$$

Maintenant, la comparaison des relations (1-93)-(a) et (b) avec les relations (1-88)-(a) et (b), en utilisant l'expression (1-86) donnant le $1/K_m$, nous permet de définir une expression du paramètre $K_{\phi m}$ en fonction des autres paramètre poroélastiques :

$$\frac{1}{K_{\phi m}} = \frac{\chi}{K_p} + \frac{(1-S_r)\phi_0}{K_\phi} \quad (1-94)$$

2.4. Conclusion

Le cadre théorique présenté ici permet d'identifier les types d'essais à entreprendre afin de caractériser convenablement le comportement poroélastique du matériau que l'on étudie. La poroélasticité saturée de l'argilite du Callovo-Oxfordien sera étudiée sur ses deux onglets isotrope et isotrope transverse.

Chapitre 3

Etude du comportement poroélastique de l'argilite du Callovo-Oxfordien

Chapitre 3 : Etude du comportement poroélastique de l'argilite du Callovo-Oxfordien

L'argilite du Callovo-Oxfordien (COx) est une roche argileuse sédimentaire résultant de la sédimentation, du dépôt et de l'enfouissement de particules argileuses et détritiques, soumise à une diagénèse pendant les 158 millions d'années de son histoire géologique. Il en est résulté une orientation préférentielle des particules d'argile le long des plan de litage subhorizontaux (voir Menaceur, 2014) et une isotropie transverse du matériau. L'anisotropie des propriétés mécaniques de l'argilite du COx a été mise en évidence par un certain nombre d'auteurs incluant Chiarelli (2000), Escoffier (2002), Mohajerani et al. (2012) et Zhang et al. (2012). Typiquement, les essais au laboratoire montrent une rigidité légèrement plus élevée parallèlement aux plans de litage que perpendiculairement. Zhang et al., (2012) ont réalisé une série d'essais de mini-compression à humidité relative contrôlée sur des échantillons dont l'axe est parallèle et perpendiculaire aux plans de litage. Ils ont observé des rapports de modules de Young E_2/E_1 (avec E_2 et E_1 respectivement parallèle et perpendiculaire au litage) variant entre 1.6 et 1.9 et qui augmentent en fonction de l'humidité relative. Néanmoins, de nombreuses simulations numériques (dont Gens et al. (2007) et Charlier et al. (2013)) considèrent des propriétés mécaniques isotropes avec un module de Young $E = 4$ GPa et un coefficient de Biot $b = 0.6$.

Ce chapitre présente une revue bibliographique sur les propriétés poroélastiques de l'argilite du COx, suivie d'une caractérisation expérimentale et d'une analyse des paramètres poroélastiques isotropes transverses obtenus dans le cadre de cette thèse à l'aide d'une cellule isotrope avec mesures de déformation de haute précision. Ces résultats sont présentés sous la forme d'un article publié dans le journal *Rock Mechanics and Rock Engineering*. Les données de ces travaux sont également interprétées à la lumière de considérations sur la microstructure et le statut de l'eau de l'argilite du Callovo-Oxfordien, ce qui permet d'aborder la question de la porosité active dans un matériau argileux gonflant où l'importance des interactions eau-argile est grande. Ces travaux ont fait l'objet d'un manuscrit soumis au journal *Géotechnique*.

3.1. Etat des connaissances

3.1.1. Mesure du coefficient de Biot

Contrairement aux grès et au calcaires, la mesure des paramètres poroélastiques des roches argileuses à faible perméabilité est délicate et difficile à réaliser en conditions saturées

au laboratoire. En effet, la resaturation des échantillons désaturés lors des opérations de carottage, de transport et de stockage au laboratoire est une étape délicate et longue dans les courants (un à deux mois). De plus, la réalisation d'essais drainés nécessite des vitesses de chargement suffisamment lentes pour dissiper les surpressions interstitielles engendrées, à cause de la très faible perméabilité. De ce fait, il existe dans la bibliographie peu de mesures de modules de compression drainés K_d . On trouve également peu de mesures du module de compression des grains solides K_s , qu'on détermine en réalisant un essai de compression dit « sans membrane ». Il en résulte des difficultés pour la caractérisation directe du coefficient de Biot b par la relation :

$$b = 1 - \frac{K_d}{K_s} \quad (3-1)$$

Différentes méthodes ont été adoptées pour la caractérisation du coefficient Biot, ce qui explique peut-être la dispersion dans les résultats publiés. Il est à noter également que la procédure de resaturation adoptée a également un impact, ainsi bien sûr que la composition minéralogique des éprouvettes testées, qui varie en fonction de la profondeur (Heitz, 1999).

La valeur du coefficient de Biot isotrope de l'argilite du COx retenue par Andra est égale à 0.6. Ceci postule que le module de compression des grains solides de ce matériau est égal à environ deux fois son module de compression drainé qui est autour de 3 GPa. Or, les grès et calcaires représentent des modules K_s avoisinants 35 GPa pour le grès de Berea et 70 GPa pour le calcaire d'Indiana (Hart and Wang 1995), et 41.6 GPa pour le grès de Vosges (Ghabezloo and Sulem 2009). Toutefois, les minéraux constituant ces matériaux sont inertes à l'eau et le module de compression mesuré s'agit du module brut.

Dans les matériaux ayant des minéraux réactifs avec l'eau tels que les ciments (Ghabezloo et al. 2008) et les argilites, l'eau adsorbée fait partie intégrante du grain solide. De ce fait, le module de compression des grains sont plus faibles que les grès et calcaires à l'exemple du $K_s = 21$ GPa mesuré sur un ciment par Ghabezloo et al. (2008) et le $K_s = 21.7$ GPa mesuré dans cette étude sur l'argilite du COx.

3.1.1.1. Détermination de b à l'œdomètre

L'ensemble des travaux menés par (Vincké et al. 1997; Vincké et al. 1998; Escoffier 2002; Bemer et al. 2004; Salager 2008) sont basés sur une mesure indirecte par le biais d'une cellule œdométrique dont le principe est schématisé sur la Figure 3-1. Le cadre théorique adopté est celui de la poroélasticité telle formulée par Biot (1941). Les échantillons d'une épaisseur de

20 mm sont saturés en injectant de l'eau par le haut et le bas au moyen de générateurs de pression. La paroi rigide indéformable du corps de la cellule empêche la déformation radiale ($\varepsilon_{rad} = 0$).

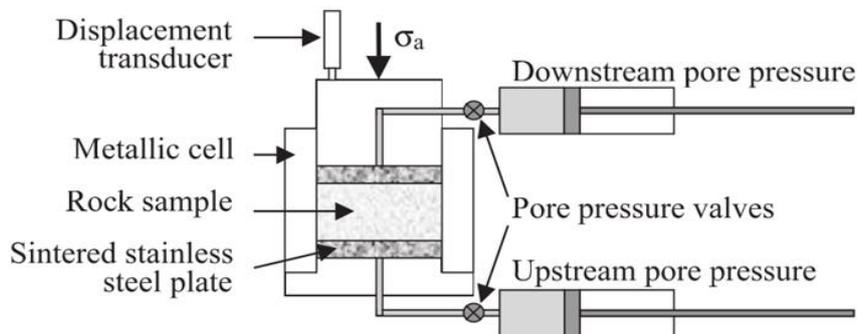


Figure 3-1. Principe de la cellule œdométrique utilisée par (Vincké et al. 1997; Escoffier 2002; Bemer et al. 2004).

A partir d'un état de contraintes initiales en confinement σ_0 et en pression d'eau u_{w0} , le coefficient de Biot est déterminé en deux étapes (voir Bemer et al., 2004) :

- 1. La contrainte axiale est variée avec un cycle déchargement-rechargement par paliers sous pression d'eau constante. La stabilisation des déformations est attendue pour chaque palier pendant une période d'environ 2.5 jours. Dans ce cas, le module œdométrique, mesuré à partir de la déformation engendrée, est donné par la relation $K_d + 4 G/3$, où G est le module de cisaillement.
- 2. La pression de l'eau est augmentée puis diminuée par paliers sous contrainte axiale constante. Une fois les paliers souhaités achevés, la mesure des déformations permet de mesurer un module donné par $(K_d + 4 G/3)/b$.

Le rapport entre les modules obtenus lors des étapes 1 et 2 donne le coefficient de Biot.

Cette méthode permet la mesure des coefficients de Biot anisotropes. Dans le cas où l'échantillon est chargé dans la direction perpendiculaire au plan de litage, le coefficient de Biot mesuré est le coefficient b_1 et dans le cas où il est chargé dans la direction parallèle aux plans de litage il s'agit du coefficient b_2 .

Les résultats obtenus par les différents auteurs cités précédemment sont présentés dans la Figure 3-2 en fonction de la contrainte axiale effective de Terzaghi à partir de laquelle les cycles de déchargement-rechargement ont été réalisés. Le signe \perp est attribué aux coefficients mesurés dans le sens perpendiculaire et le signe $//$ dans le sens parallèle.

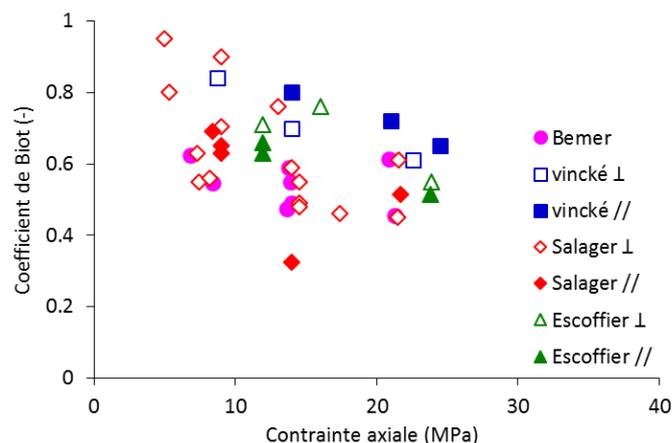


Figure 3-2. Valeurs de coefficient de Biot de l'argilite du COx mesurés par (Vincké et al. 1997; Vincké et al. 1998; Escoffier 2002; Bemert et al. 2004; Salager 2008).

Une tendance générale classique de diminution du coefficient de Biot avec l'augmentation de la contrainte effective est observée, ainsi qu'une certaine dispersion des résultats obtenus par Salager (2008) et Bemert et al. (2004). La diminution de b avec la contrainte s'explique du fait que le module K_d de l'argilite du COx décroît, comme la plupart des géomatériaux, avec l'augmentation de contrainte (e.g. Boutéca 1999, Mohajerani 2011) alors que le coefficient K_s ne varie pas significativement (cf. Hart and Wang (1995) sur le grès de Berea et le calcaire d'Indiana).

L'anisotropie du coefficient de Biot n'a pas pu être clairement identifiée dans les essais ci-dessus. En effet, les résultats obtenus par Escoffier (2002) et Vincké et al. (1997) dans les sens parallèle ou perpendiculaire aux plans de la stratification ne vont pas dans le même sens : Escoffier (2002) trouve que $b_1 > b_2$ tandis que Vincké et al. (1997) trouvent une tendance inverse avec $b_2 > b_1$.

3.1.1.2. Détermination de b en cellule de compression isotrope

Peu d'études ont été réalisées en compression isotrope sur l'argilite du COx. Les essais sont basés sur la méthodologie expliquée dans le §2.2.1. Cette procédure expérimentale a été adoptée par Heitz (1999) dans une cellule triaxiale sous des conditions de chargement initial proche des contraintes in-situ ($\sigma = 12$ MPa, $u_w = 4$ MPa). La saturation des échantillons se faisait pendant une période moyenne, assez longue, de 64 ± 23 jours. Toutefois, les mesures présentent une dispersion significative avec des valeurs du coefficient de Biot variant entre 0.2 et 1 (Figure 3-3).

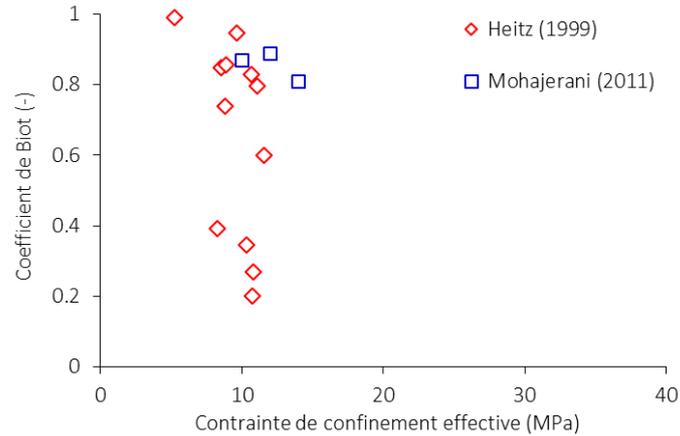


Figure 3-3. Coefficients de Biot mesurés dans la littérature en compression isotrope.

Heitz (1999) explique cette dispersion par la faible réactivité du système de mesure des déformations quand les paliers de chargement sont faibles. Ces mesures sont basées sur la seule mesure de déformation axiale externe, sans mesure de la déformation latérale, en supposant une déformation isotrope définie par $\varepsilon_v = 3\varepsilon_{ax}$. Pour un matériau isotrope transverse, la rigidité dans la direction radiale est plus grande que la rigidité dans la direction axiale, et ε_{rad} est donc inférieur à ε_{ax} . On peut donc imaginer que la déformation volumique mesurée est surestimée par rapport au cas réel où $\varepsilon_v = \varepsilon_{ax} + 2\varepsilon_{rad}$ et donc les modules mesurés sont sous-estimés, ce qui affecte directement la mesure du coefficient de Biot. De plus, la mesure externe des déformations axiales est souvent sous-estimée par rapport aux déformations axiales locales dans les cellules triaxiales à l'exemple des mesures réalisées par Menaceur et al. (2015) et dans le chapitre 4 de cette thèse. Elle peut également être affectée par des problèmes de frottement.

Mohajerani (2011) a réalisé un essai de compression isotrope drainé dans une cellule triaxiale à cylindre creux (Monfared et al. 2011a) avec un chemin de drainage de 10 mm (Figure 3-4). A partir d'un état de contraintes initiales proches des contraintes in-situ ($\sigma = 12$ MPa, $u_w = 4$ MPa), un cycle chargement-déchargement par palier de 2 MPa allant de 12 MPa à 18 MPa a été réalisé.

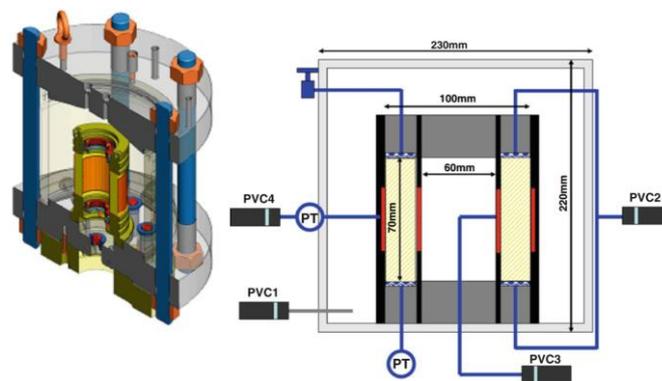


Figure 3-4. Principe de la cellule isotrope à cylindre creux utilisée par Mohajerani (2011).

La mesure des déformations locales via des LVDTs à la stabilisation permet d'obtenir la déformation volumique pour chaque palier. La mesure du volume d'eau échangé dans chaque palier a permis l'estimation de b . Des valeurs plus élevées supérieures à 0,8 et plus regroupées sont observées (Figure 3-3). L'effet du confinement sur la valeur de b n'est pas visible entre les paliers 12-14 MPa et 14-16 MPa et une légère diminution est observé au palier 16-18 MPa.

Tableau 3-1. Valeurs de coefficient de Biot obtenues par Mohajerani (2011).

Pression de confinement	12-14 MPa	14-16 MPa	16-18 MPa
Coefficient de Biot b	0.87	0.89	0.81

3.1.2. Mesures des modules drainé K_d et sans membrane K_s

La caractérisation des modules drainé K_d et sans membrane K_s se fait au laboratoire en réalisant respectivement un essai de compression isotrope drainé et un essai « sans membrane » (voir chapitre 2). La réalisation de ces essais est longue vu les temps nécessaires pour la saturation préalable des échantillons et les faibles vitesses requise pour la satisfaction des conditions de drainage. Vu ses valeurs élevées, la détermination de K_s exige en outre une grande précision dans les mesures de déplacement. Ces difficultés sont telles qu'à notre connaissance, il existe assez peu d'essais donnant le module K_d , et encore moins le module K_s .

3.1.2.1. Module de compression drainé K_d

Mohajerani et al. (2013) présentent un essai de compression isotrope drainé, réalisé par paliers de 2 MPa de 12 MPa à 18 MPa. Les déformations axiales et radiales ont été mesurées localement pour l'estimation de la déformation volumique. La déformation volumique finale obtenue à la stabilisation de chaque palier est reportée sur un graphe contraintes-déformations montrant une réponse assez réversible. La valeur du module de compression drainé ainsi obtenue est de 2.22 GPa.

Mohajerani (2011) présente des valeurs du module K_d entre 1.7 et 1.8 GPa. Toutefois, ces valeurs n'ont pas été mesurées directement. En effet, les cycles de chargement-déchargement effectués ici, à une vitesse de chargement constante de 1 kPa/min sur un échantillon cylindrique de 80 mm de diamètre et une hauteur de 10 mm, ont été réalisés sans mesure de déformations locales. Le seul paramètre mesuré était l'échange d'eau qui donne le module $H = K_d/b$. En supposant des valeurs du coefficient de Biot comprises en 0.86 et 0.9, les valeurs de K_d comprises entre 1.7 et 1.8 GPa sont obtenues.

Heitz (1999) a réalisé une série d'essais de compression isotrope sur des échantillons provenant de différentes profondeurs entre 465 et 500 m. Les modules K_d mesurés sont plutôt faibles et inférieurs à 1 GPa et il n'y a pas d'effet significatif de la profondeur (Figure 3-5), alors que l'on sait que les modules varient en fonction de la proportion de calcite variable avec la profondeur, comme démontré par Hu et al. (2013) à l'aide d'essais de micro-indentation et micro-compression. Les remarques faites au-dessus sur les incertitudes relatives aux mesures de déformations sont une autre raison pour considérer ces faibles valeurs avec circonspection.

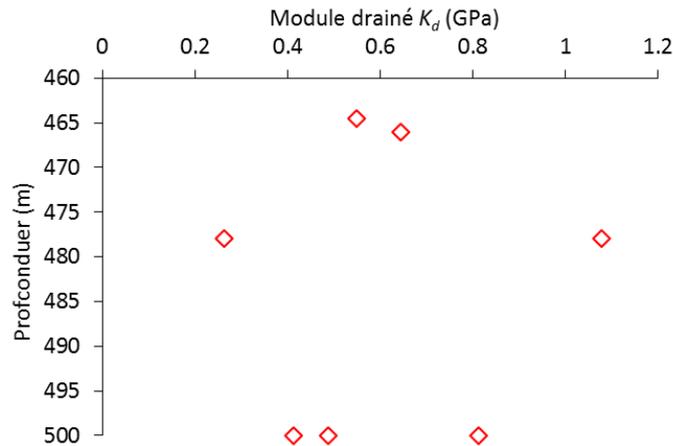


Figure 3-5. Modules drainés K_d mesurés par Heitz (1999) en compression isotrope.

L'estimation du module K_d a été également déterminée indirectement à partir de modules œdométriques obtenus lors de cycles de déchargement-rechargement élastiques (Escoffier 2002, Homand et al. 2006), avec des échantillons orientés selon des directions perpendiculaire et parallèle aux plans de stratification. Cette analyse inverse est basée sur l'hypothèse que le matériau est isotrope et la relation donnant le module œdométrique E' en fonction du module drainé K_d est la suivante :

$$E' = K_d + \frac{4}{3} G = K_d \left[1 + \frac{4}{3} \left(\frac{3}{2} \frac{1-2\nu}{1+\nu} \right) \right] \quad (3-2)$$

En considérant un coefficient de Poisson $\nu = 0.3$, on obtient $E' = 1.615 K_d$. Les modules K_d calculés en utilisant cette hypothèse sont représentés dans la Figure 3-6 en fonction de la contrainte axiale effective de Terzaghi.

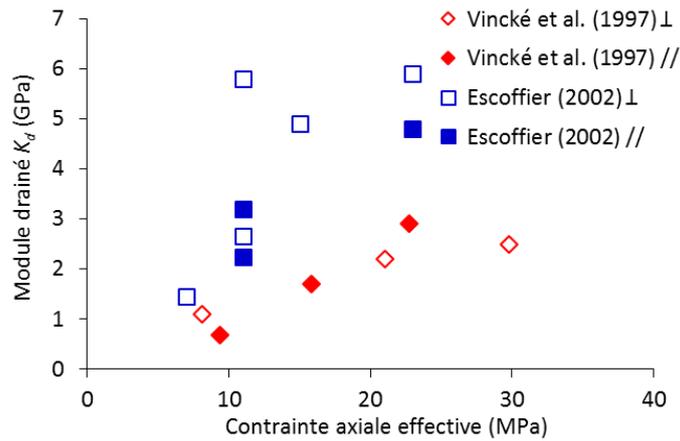


Figure 3-6. Modules drainés K_d estimés à partir de modules œdométriques.

On observe une augmentation du module K_d entre 1 et 6 GPa pour des contraintes comprises entre 8 et 25 MPa, sans distinction claire entre les orientations parallèle et perpendiculaire au litage. La dispersion des résultats est assez forte (entre 2 et 6 GPa à 11 MPa).

3.1.2.2. Module de compression de la phase solide K_s

A notre connaissance, aucun résultat d'essai de compression isotrope sans membrane sur l'argilite du COx n'a été publié. Les seuls modules K_s fournis par Escoffier (2002) sont estimés indirectement à partir d'essais œdométriques par la relation :

$$K_s = \frac{K_d}{1-b} = \frac{E'}{1-b} \frac{1}{\left[1 + \frac{4}{3} \left(\frac{3}{2} \frac{1-2\nu}{1+\nu}\right)\right]} \quad (3-3)$$

Les modules sans membrane K_s perpendiculaires et parallèles au plan de litage définis par cette analyse, présentés sur la Figure 3-7, varient entre 36 et 3 GPa. On ne peut tirer de conclusion ni sur l'effet de la contrainte appliquée, ni l'effet de la direction par rapport aux plans de stratification. Cette dispersion est expliquée par la différence de protocoles expérimentaux et notamment la saturation initiale avant les cycles mécaniques.

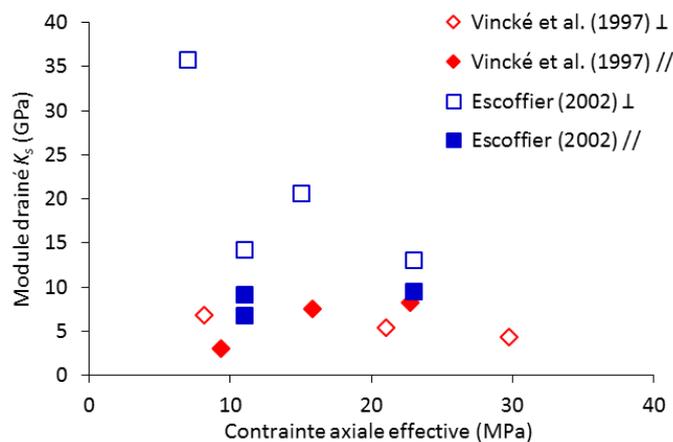


Figure 3-7. Modules sans membrane K_s estimés à partir d'essais œdométriques.

3.2. Détermination des propriétés poroélastiques de l'argilite du Callovo-Oxfordien

Les résultats obtenus à l'aide d'une cellule de compression isotrope dans laquelle a été développé un système de mesures de grande précision des déformations axiale et radiale sont présentés sous la forme d'un article publié dans la revue *Rock Mechanics and Rock Engineering*.

Cet article comprend également deux annexes dédiées à la détermination des taux de variations volumiques permettant une compression drainée et à une étude paramétrique détaillée sur les effets parasites liés aux volumes poreux des éléments de drainage sur la détermination des paramètres non drainés.

Poroelasticity of the Callovo-Oxfordian claystone

Malik Belmokhtar¹, Pierre Delage¹, Siavash Ghabezloo¹, Anh-Minh Tang¹,
Hamza Menaceur^{1,3}, Nathalie Conil²

¹ *Ecole des Ponts ParisTech, Laboratoire Navier/CERMES, 6-8 av. B. Pascal, F77455 Marne la Vallée, France*

² *Andra, Bure, France*

³ *Now at LEMTA, Université de Lorraine, Nancy, France*

Abstract

This work is devoted to an experimental investigation of the poroelastic behaviour of the Callovo-Oxfordian (COx) claystone, a potential host rock for the deep underground repository of high-level radioactive waste in France. Drained, undrained, pore pressure loading and unjacketed tests were carried out in a specially designed isotropic compression cell to determine the poroelastic parameters of fully saturated specimens. Great care was devoted to the saturation procedure and small loading rates were used to ensure full drainage conditions in drained and pore pressure tests (0.5 kPa/min) and in the unjacketed test (2 kPa/min). High precision strain measurements were performed by ensuring direct contact between the LVDTs' stems and the specimen. An analysis in the framework of transverse isotropic poroelasticity provided the Biot effective stress coefficients b_1 (perpendicular to bedding) between 0.85 and 0.87 and b_2 (parallel to bedding) between 0.90 and 0.98 under different stress conditions (pore pressure 4 MPa, total isotropic stresses of 14 and 12 MPa, respectively). A set of equivalent isotropic poroelastic parameters was also determined and a very good compatibility between the results of different tests was found, giving confidence in the parameters determined. The unjacketed test provided a directly reliable measurement of the unjacketed modulus ($K_s = 21.7$ GPa) that was afterwards

confirmed by an indirect evaluation that showed the non-dependency of K_s with respect to the stress level. These parameters were obtained for specimens cored and trimmed in the laboratory. A parametric study was then conducted so as to provide an estimation of the parameters in-situ, i.e. not submitted to the damage supported by laboratory specimens. A minimal value $b = 0.77$ seems to be a reasonable lower bound for the equivalent isotropic Biot parameter.

Keywords: Claystone, isotropic compression cell, poroelasticity, transverse isotropy, Biot coefficients, unjacketed modulus.

3.2.1. Introduction

A possible host rock for geological radioactive waste disposal in France is the Callovo-Oxfordian (COx) claystone, a sedimentary clayey rock from the Paris basin deposited 155 million years ago into a 150 m thick layer slightly tilting with an inclination of 2° with respect to horizontal over a layer of Dogger limestone and covered by a layer of Oxfordian limestone. Detailed investigations on the properties of the COx claystone are carried out in the Underground Research Laboratory (URL) managed by Andra, the French agency for the management of radioactive waste, close to the village of Bure in Eastern France. The URL is located at a depth of 490 m, at which the clay fraction in the claystone is maximum and close to 50%. A detailed investigation of the in-situ state of stress in the Bure URL was conducted by Wileveau *et al.* (2007), providing the following stress values: vertical total stress $\sigma_V = 12.7$ MPa (lithostatic), major horizontal stress $\sigma_H = 12.7-14.8$ MPa, minor horizontal stress $\sigma_h = 12.4$ MPa and pore pressure $u_w = 4.9$ MPa. Typical characteristics of the COx claystone are a very low permeability (in order of 10^{-20} m²) (Escoffier, 2002; Davy *et al.*, 2007; Zhang, 2011 ; Menaceur *et al.*, 2015a, 2015b), a good ability to retain radionuclides and a low diffusion coefficient resulting in very slow solute transfer.

To optimize the design of the galleries and disposal cells of a possible geological waste repository in the COx claystone, various investigations have been carried out to explore its hydromechanical behaviour (Chiarelli, 2000; Chiarelli *et al.*, 2003; Zhang & Rothfuchs, 2004; Hoxha *et al.*, 2007; Hu *et al.*, 2013; Menaceur *et al.*, 2015a, 2015b). As quoted by Menaceur *et al.* (2015b), the variability observed in published data can be linked to the different experimental procedures adopted by the different research groups involved, with respect to the state of saturation of the specimens and to the drainage conditions imposed during triaxial testing. The significant sensitivity of claystones to changes in water content has been observed by Zhang *et al.* (2012), Pham *et al.* (2007), Valès *et al.* (2004), Zhang and Rothfuchs (2004) and Chiarelli *et al.* (2003), with larger strength at lower degrees of saturation. The importance

of adopting short drainage length to ensure good saturation (under stress conditions close to the in-situ ones) within a reasonable period of time (no longer than one week) has been demonstrated by Monfared *et al.*, (2011a). Actually, short drainage length ensured satisfactory drainage conditions with homogeneous pore pressure field within the specimens, allowing to investigate the intrinsic response of low porosity specimens through fully drained tests with no excess pore pressure. In this regard, Monfared *et al.*, (2011a) developed a new hollow cylinder triaxial apparatus with a drainage length of 10 mm. Hu *et al.*, (2013a) also tested small sized triaxial specimens (20 mm in diameter and 40 mm in height). The failure criteria obtained on COx specimens by Hu *et al.*, (2013a) on fully saturated and fully drained specimens appeared to be compatible with that obtained on the hollow cylinder apparatus by Menaceur *et al.*, (2015b) on specimens of comparable porosity. Imperfect saturation and drainage conditions are known to over-estimate the mechanical characteristics (larger stiffness and larger failure stress).

Rather few studies addressed the poroelastic response of claystones (Vincké *et al.*, (1998); Escoffier, (2002); Bemmer *et al.*, (2004); Noiret *et al.* (2011)). Existing data show that various values of theunjacketed modulus K_s (i.e. modulus of the solid phase) have been found, resulting in a large range of possible values of Biot's effective stress coefficient b , between 0.33 and 0.95 (Escoffier, 2002). This variability is due to several reasons: natural variability of the samples (mineralogy, water content, porosity...), coring and trimming procedures, testing protocols adopted with respect to saturation, drainage procedure. Currently, the reference value of Biot coefficient adopted by Andra in numerical calculations is most often taken equal to 0.6 (Gens *et al.*, 2007; Charlier *et al.*, 2013). However, because of these uncertainty, it seems necessary to further investigate the poroelastic behaviour of the COx claystone so as to provide more reliable values of the poroelastic parameters and to reduce their variability for poroelastic calculations. To do so, a special isotropic compression cell developed by Tang *et al.* (2008) and adapted by Mohajerani *et al.* (2012) was used and further developed in this work. In this device, a reduced drainage length (10 mm) is ensured by using a 10 mm thick specimen drained at bottom. A high precision local strain measurement device was developed to allow a precise determination of the poroelastic parameters of the Callovo-Oxfordian claystone along various hydro-mechanical loading paths.

3.2.2. Poroelasticity framework

The Callovo-Oxfordian claystone is known as being transversely isotropic like many clayey sediments, with a preferential average orientation of the clay particles along a bedding plane that can be observed in scanning electron microscopy (e.g. Menaceur, 2014). The samples

tested in this work have been cored perpendicular to the bedding planes. The anisotropic properties of the COx claystone have been detected in particular by Chiarelli (2000), Escoffier (2002), Andra (2005), Mohajerani *et al.* (2012), Zhang *et al.* (2012). Typically, the axial stiffness is larger than radial one. Zhang *et al.*, (2012) performed a series of mini-compression tests on samples parallel and perpendicular to bedding planes under different relative humidities (RH). They observed a significant structural anisotropy reflected by a ratio of Young moduli E_2/E_1 (with E_2 and E_1 parallel and perpendicular to bedding, respectively) varying between 1.6 and 1.9 (increasing with decreasing RH). The Young moduli measured at RH = 98% of are $E_1 = 1.3$ GPa and $E_2 = 2.2$ GPa, respectively. Note that these values are smaller than the values currently used in numerical simulations with E taken equal to 4 GPa (Gens *et al.*, 2007; Charlier *et al.*, 2013). As a consequence, an anisotropic response can be expected from the isotropic compression paths planned in this work, as observed by Noiret *et al.* (2010) on another claystone, the Tournemire shale.

Anisotropic poroelasticity has been considered by several authors, including Thompson and Willis (1991), Detournay and Cheng (1993), Cheng (1997), Zimmerman (2000), Ghabezloo and Hemmati (2011). The generalized Hooke's law for a porous material is given by the relation $\underline{\varepsilon} = \underline{\underline{C}}^{-1}(\underline{\sigma} - \underline{b}u)$ (Cheng, 1997) where \underline{b} is the Biot's coefficients tensor and $\underline{\underline{C}}^{-1}$ the compliance tensor for a transverse isotropic material:

$$\begin{pmatrix} d\varepsilon_1 \\ d\varepsilon_2 \\ d\varepsilon_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_1} & \frac{-\nu_{12}}{E_1} & \frac{-\nu_{12}}{E_1} \\ \frac{-\nu_{12}}{E_1} & \frac{1}{E_2} & \frac{-\nu_{23}}{E_2} \\ \frac{-\nu_{12}}{E_1} & \frac{-\nu_{23}}{E_2} & \frac{1}{E_2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} d\sigma_1 - b_1 du \\ d\sigma_2 - b_2 du \\ d\sigma_2 - b_2 du \end{pmatrix} \quad (3-4)$$

In the case of a transverse isotropic material submitted to an isotropic stress increment ($d\sigma_1 = d\sigma_2 = d\sigma_3 = d\sigma$) the stress-strain relation can be written in the following form:

$$d\varepsilon_1 = \frac{1}{E_1}(d\sigma - b_1 du) - \frac{2\nu_{12}}{E_1}(d\sigma - b_2 du) \quad (3-5)$$

$$d\varepsilon_2 = -\frac{\nu_{12}}{E_1}(d\sigma - b_1 du) + \frac{(1 - \nu_{23})}{E_2}(d\sigma - b_2 du) \quad (3-6)$$

in which the x_1 axis is taken perpendicular to bedding with x_2 and x_3 parallel to bedding. E_1 is the Young modulus along direction x_1 and ν_{12} the Poisson ratio in the (x_1, x_2) plane. E_2 and ν_{23}

are defined in a similar fashion. For symmetry reasons, the Young moduli and Poisson ratios verify the relation $\nu_{12}/E_1 = \nu_{12}/E_2$.

The determination of the poroelastic parameters of the COx claystone was done here by performing isotropic drained, undrained, and unjacketed compression tests together with pore pressure loading tests, i.e. change in pore pressure under constant confining pressure (Ghabezloo *et al.*, 2008). In transverse isotropic materials, the changes in axial and radial strains under isotropic loading are different, leading to the definition of two moduli for axial and radial strains from relations (3-5) and (3-6), respectively.

In a drained isotropic compression test where pore pressure is kept constant ($du = 0$), the moduli, called D_1 and D_2 along directions x_1 and x_2 , respectively, are given by:

$$\frac{1}{D_1} = \frac{d\varepsilon_1}{d\sigma} = \frac{1}{E_1}(1 - 2\nu_{12}) \quad (3-7)$$

$$\frac{1}{D_2} = \frac{d\varepsilon_2}{d\sigma} = -\frac{\nu_{12}}{E_1} + \frac{(1 - \nu_{23})}{E_2} \quad (3-8)$$

The moduli measured in a test in which pore pressure is changed under constant confining pressure, ($d\sigma = 0$) are called H_1 and H_2 along directions x_1 and x_2 , respectively:

$$\frac{1}{H_1} = \frac{d\varepsilon_1}{du} = -\frac{b_1}{E_1} + 2\nu_{12} \frac{b_2}{E_1} \quad (3-9)$$

$$\frac{1}{H_2} = \frac{d\varepsilon_2}{du} = \frac{\nu_{12}}{E_1} b_1 - \frac{(1 - \nu_{23})}{E_2} b_2 \quad (3-10)$$

In an unjacketed compression test (where $d\sigma = du$) moduli S_1 and S_2 in directions x_1 and x_2 , respectively, are given by:

$$\frac{1}{S_1} = \frac{d\varepsilon_1}{d\sigma} = \frac{1}{E_1}((1 - b_1) - 2\nu_{12}(1 - b_2)) \quad (3-11)$$

$$\frac{1}{S_2} = \frac{d\varepsilon_2}{d\sigma} = -\frac{\nu_{12}}{E_1}(1 - b_1) + \frac{(1 - \nu_{23})}{E_2}(1 - b_2) \quad (3-12)$$

An undrained isotropic compression test, carried out by closing the valves of the drainage system and by measuring the change in pore pressure u with respect to changes in the confining pressure σ , provides the Skempton coefficient $B = du/d\sigma$ (Skempton, 1954). The undrained moduli U_1 and U_2 in directions x_1 and x_2 , respectively, are given by:

$$\frac{1}{U_1} = \frac{d\varepsilon_1}{d\sigma} = \frac{1}{E_1}((1 - b_1B) - 2\nu_{12}(1 - b_2B)) \quad (3-13)$$

$$\frac{1}{U_2} = \frac{d\varepsilon_2}{d\sigma} = -\frac{\nu_{12}}{E_1}(1 - b_1B) + \frac{(1 - \nu_{23})}{E_2}(1 - b_2B) \quad (3-14)$$

In a purpose of simplicity, the transverse isotropic poroelastic framework can be degraded into an isotropic one so as to provide equivalent isotropic parameters that are useful to conduct isotropic poroelastic calculations, like for example in Gens *et al.* (2007). Adopting $E_1 = E_2$ and $\nu_{i,j} = \nu$, one gets the standard isotropic poroelastic equations:

$$d\varepsilon_v = -\frac{dV}{V_0} = \frac{1}{K_d} \left[d\sigma - du + \frac{K_d}{K_s} du \right] = \frac{1}{K_d} (d\sigma - b du) \quad (3-15)$$

where

- K_d is the equivalent isotropic drained bulk modulus;

$$\frac{1}{K_d} = -\frac{1}{V_0} \left(\frac{\partial V}{\partial \sigma_d} \right)_u = \frac{1}{D_1} + \frac{2}{D_2} \quad (3-16)$$

- b is the equivalent isotropic scalar Biot effective stress coefficient defined by:

$$b = 1 - \frac{K_d}{K_s} \quad (3-17)$$

- K_s is the unjacketed modulus:

$$\frac{1}{K_s} = -\frac{1}{V_0} \left(\frac{\partial V}{\partial u} \right)_{\sigma_d} = \frac{1}{S_1} + \frac{2}{S_2} \quad (3-18)$$

- H is the equivalent isotropic Biot modulus determined in a pore pressure loading test carried out under constant confining pressure, given by:

$$\frac{1}{H} = \frac{1}{V_0} \left(\frac{\partial V}{\partial u} \right)_\sigma = \frac{1}{H_1} + \frac{2}{H_2} = \frac{b}{K_d} = \frac{1}{K_d} - \frac{1}{K_s} \quad (3-19)$$

Equation (3-19) shows that, knowing the drained modulus K_d , the determination of H provides an indirect evaluation of both the Biot coefficient b and the unjacketed modulus K_s .

The isotropic equivalent undrained bulk modulus K_u is given by:

$$\frac{1}{K_u} = -\frac{1}{V_0} \left(\frac{dV}{d\sigma} \right)_{m_f} = \frac{1}{U_1} + \frac{2}{U_2} \quad (3-20)$$

By replacing $du = B d\sigma$ in equation (3-15) leads to the following expression of K_u :

$$K_u = \frac{K_d}{1 - b B} \quad (3-21)$$

The experimental program followed in this work is based on the previous set of equations. It aims at characterizing various poroelastic parameters by running different tests so as to

examine the compatibility between the results obtained, in an aim to get satisfactory confidence in the experimental determination of the poroelastic parameters.

3.2.3. Material and methods

3.2.3.1. The Callovo-Oxfordian claystone

The mineralogical composition of the COx claystone and more specifically the clay and carbonate contents, vary with depth. The total porosity is estimated between 14% in carbonated levels and 19.5% in more argillaceous levels (Yven *et al.*, 2007). At the level of the Bure URL, the COx claystone is made up of a clay matrix (45-50% clay fraction) in which are embedded 20-30% carbonates, 20-30% quartz and a small fraction of feldspar. The clay fraction is composed of 10-24% mixed layer illite/smectite, 17-21% illite, 3-5% kaolinite, 2-3% chlorite (Gaucher *et al.*, 2004). The smectite fraction of the mixed layer illite/smectite is estimated between 50 and 70%. It provides to the COx claystone some swelling properties (e.g. Mohajerani *et al.*, 2012; Delage *et al.*, 2014) and interesting self-sealing capabilities (Davy *et al.*, 2007; Zhang, 2011; Menaceur *et al.*, 2015b).

The specimens tested in this study (EST31912c and e) come from 80 mm diameter cores that were extracted at the depth of the Bure URL (490 m). Two specimens of 38 mm diameter and 10 mm height were cored by using a diamond core in the direction perpendicular to the bedding plane and cut at the required length by using a diamond saw. The water content was obtained by weighing the sample before and after oven drying at 105°C during 48 hours. The sample volume was determined by hydrostatic weighing to calculate the total connected porosity and the initial degree of saturation. The specimen EST31912c was tested immediately after coring. Its initial water content was equal to 7.45%, corresponding to a degree of saturation of 94.2%, considering a particle density of 2.70 g/cm³ (Andra, 2005). The specimen EST31912e, that was tested two months later, was preserved from evaporation by plunging it in a mix 70% paraffin 30% vaseline oil and wrapping it in plastic film. Its water content however decreased to 4.54% during the conservation period, corresponding to a degree of saturation of 67.8%. The initial characteristics of the two specimens tested are presented in Tableau 3-2. A suction measurement was carried out on some cuttings of specimen EST31912c by using a chilled mirror tensiometer (WP4, Decagon), providing a value of 19.7 MPa for a specimen with a degree of saturation of 94.2%. These data are representative of a good preservation of the specimen. They are in good compatibility with the water retention curves

provided by Pham *et al.* (2007) and Wan *et al.* (2013). This measurement was unfortunately not carried out on specimen EST31912e.

Tableau 3-2. Initial characteristics of the studied specimens.

ID Ech.	w (%)	ρ (g/cm ³)	ρ_d (g/cm ³)	e	S_r (%)	ϕ (%)	Suction (MPa)
EST31912c	7.45	2.39	2.22	0.21	94.2	17.6	19.7
EST31912e	4.54	2.39	2.29	0.18	67.8	15.3	-

3.2.3.2. Experimental device

The experimental device developed in this work is an extension of a system initially developed by Tang *et al.* (2008) to investigate the thermal behaviour of compacted bentonites. It was further developed by Mohajerani *et al.* (2012) to investigate thermal pressurization in the COx claystone. As shown in Figure 3-8, it is composed of a thermal isotropic compression cell connected to two pressure-volume controllers (PVC, GDS Brand) imposing pressures up to 60 MPa. Compared to previous works³, the sample diameter was reduced to 38 mm in order to add a local system of axial and radial strains measurement by mean of LVDTs (Figure 3-8a). The short height of the sample (10 mm with drainage at bottom) results in a short drainage length that ensures a good saturation within a reasonable period of time and good drainage (see Monfared *et al.* (2011b)). Drainage was ensured by a thin geotextile on specimen EST31912c. To reduce the compressibility of the drainage system, the geotextile was replaced by a porous disk for specimen EST31912e. The difference between the two drainage systems (geotextile and porous disk) slightly affects the measurement of the undrained parameters. A correction of the parasite effects of the pore volume of the drainage system is presented in the Appendix 2. Monfared (2011) checked the drainage performances of the geotextile under pressure. To insulate the sample from the confining fluid (silicone oil), a specially designed cylindrical neoprene membrane able to continuously envelop the top and lateral face of the sample was used, without using any piston or porous disk on the top of the sample. The membrane was tightly fixed to the bottom base by means of two O-rings.

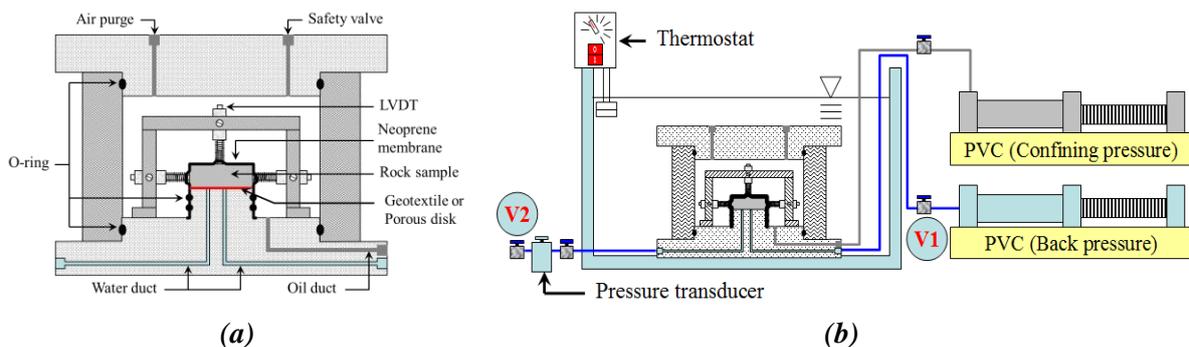


Figure 3-8. (a) Isotropic compression cell; (b) Overall system with controlled temperature bath.

As shown in Figure 3-8b, the cell was immersed in a temperature-controlled bath. Pore pressure changes in the sample were measured by a pressure transducer (0 to 75 MPa range) placed outside the bath to avoid any perturbation due to the temperature changes in the bath. The temperature of the bath was controlled with 0.1°C accuracy and measured by means of a thermocouple. One of the two ducts arriving at the sample bottom was connected to the pressure transducer whereas the other one was connected to the back pressure PVC. This PVC was carefully filled by demineralized and de-aired water.

3.2.3.3. Strain measurement

The main improvement with respect to the device of Mohajerani *et al.* (2012) concerns the monitoring of the axial and radial strain by means of LVDTs, as shown in Figure 3-9. Given the stiffness of the COx claystone, with a Young modulus of about 4000-5600 MPa (ANDRA 2005; Gens *et al.*, 2007; Charlier *et al.* 2013) and because of the small size of the sample, the displacements during compression are expected to be small (around 2 μm by MPa). To avoid any disturbance due to the neoprene membrane, direct contact between the LVDT stem and the specimen was ensured by piercing the membrane with a hole smaller in diameter than the stem. Good fluid tightness was ensured by putting a drop of neoprene glue on the membrane around the stem. Using this technique, displacement measurements were improved with a minimum accuracy of 0.1 μm corresponding to a strain of 10^{-5} .

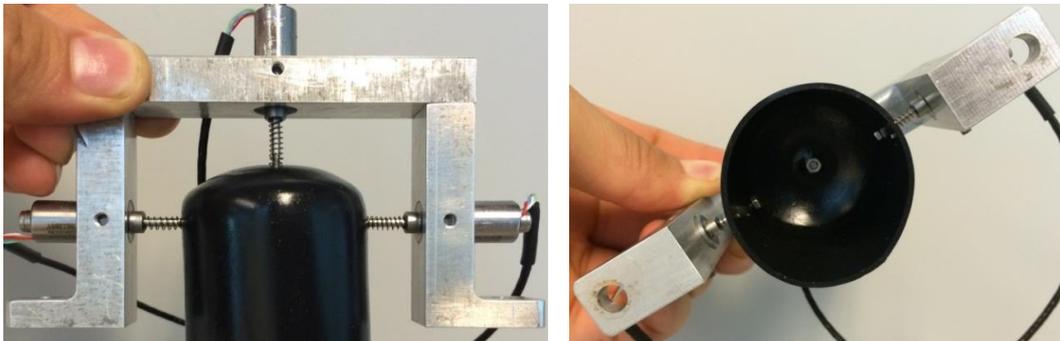


Figure 3-9. Displacement measurement system.

Figure 3-10 shows a comparison during an undrained compression test between the data of the radial LVDT in direct contact with the specimen through the membrane and that obtained by the axial one in contact with the membrane. Starting from an initial confining stress of 12 MPa with a back pressure of 4 MPa, the confining stress was increased with a loading rate of 20 kPa/min and maintained at 16.5 MPa during 13 hours. Afterwards, an unloading-reloading path up to a maximum pressure of 18.5 MPa was followed. Finally, the confining stress was decreased down to 12 MPa with a loading rate of 10 kPa/min. The comparison

between the two measurements clearly shows that the LVDT in direct contact with the sample precisely follows all the loading and unloading phases, while the measurements made on the membrane do not detect the unloading phases at the 18 and 26th hours. The loading sequence at 20h is also poorly monitored. This clearly shows the improvement provided by ensuring a direct contact of the LVDT stem with the specimen through the membrane.

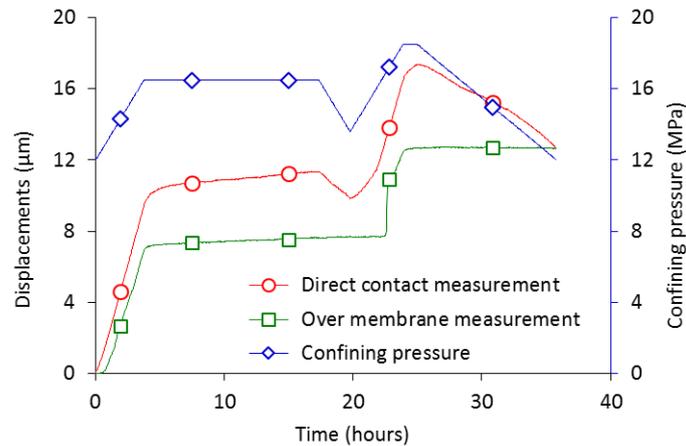


Figure 3-10. Effect of the membrane on the strain measurements.

3.2.3.4. Saturation phase

As commented in the Introduction, the mechanical properties of high clay content rocks are very sensitive to changes in water content. Given that the specimens provided to the laboratory are partially saturated (see Tableau 3-2), particular attention has been devoted to the resaturation procedure prior to mechanical testing, in an aim to limit any possible swelling. As demonstrated in swelling soils (e.g. Delage *et al.* (2007) and applied by Monfared *et al.* (2011a) on the Opalinus clay and Mohajerani *et al.* (2011) and Menaceur *et al.* (2015a; 2015b) on the COx claystone, it is mandatory to saturate swelling soils and clay rocks under stress conditions close to in-situ one so as to minimize swelling and damage. To do so, the ducts and the geotextile were kept dry during the sample setup to avoid any contact of the sample with water. Once the sample placed on the base with the membrane put around and the cell placed and filled with the confining fluid (oil), vacuum was applied through the valve located close to the pressure transducer (valve V2 in Figure 3-8b) so as to evacuate any trapped air between the membrane and the sample. Then, the confining pressure was increased to 8 MPa, a value close to the in-situ Terzaghi effective stress. The drainage system under vacuum was afterwards filled with demineralized de-aired water through valve V2 while valve V1 was kept closed, ensuring good saturation of the drainage system. Given that evaporation and the partial desaturation of the samples resulted in a slight increase in salinity of the pore water (since dissolved salts

remain within the sample pore water), saturation with demineralized water with limited swelling allows to get back to the initial salinity of the pore water.

Finally, the confining stress and pore pressure were simultaneously increased up to 12 MPa and 4 MPa respectively at a rate of 100 kPa/min to reach stress conditions close to in-situ. Figure 3-11a shows the water exchange (i.e. the ratio of injected water ΔV_w monitored by the PVC with respect to the initial sample volume V_0) together with the volumetric strains measured by the LVDTs in tests EST31912c. The sample exhibit a small swelling (0.05%, at the limit of the precision of the PVC) with axial swelling larger than radial one. The monitoring of water exchanges does not seem to be satisfactory during the first day, but a good compatibility of the volume changes with water exchanges is observed after one day.

The response of the axial LVDT is not satisfactory for sample EST31912e (Figure 3-11b) and no volume change could be calculated from local strain measurement. The radial strain stabilizes after one and a half day, like in sample EST31912c, but at a value significantly larger, a possible effect of the smaller initial degree of saturation.

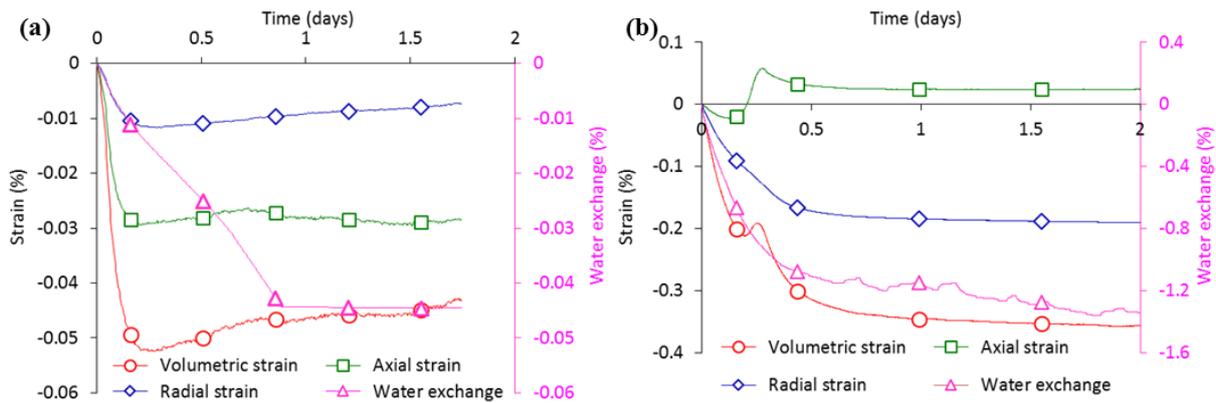


Figure 3-11. Saturation phase: (a) sample EST31912c, (b) sample EST31912e.

A possible reason of the significant difference in the swelling response is the difference in initial degrees of saturation, with values of 94.2% and 67.8% respectively for EST31912c and EST31912e samples. Similar observations were made by Menaceur (2014) when testing in the oedometer two samples of COx samples with degrees of saturations of 77% and 91% and by Ewy (2015) who found larger swelling in shales and claystones with lower partial saturation. Indeed, loss of water (drying) in clayey rocks results in damage and micro-cracks that enhance swelling.

3.2.3.5. Loading rates

When performing a drained compression test, the pore pressure field should remain homogeneous with negligible changes in pore pressure (Gibson and Henkel, 1954).

Homogeneity of the pore pressure field is also mandatory when performing an unjacketed test or an undrained compression test. In practice, pore pressure can only be controlled at the sample borders connected to the drainage system. This occurs at the bottom of the 10 mm height cylindrical specimen in the isotropic compression tests carried out here. In all cases, pore pressure homogeneity can be ensured if a sufficiently low stress rate is adopted. The loading rates depends on the sample permeability, drainage length, material's stiffness and of the nature of the test carried out. It is difficult to have a perfectly homogeneous pore pressure distribution, however a loading rate can be considered as satisfactory for a given loading path when the generated pore pressure heterogeneity inside the sample has a negligible influence on the measured strains and consequently on the evaluated poroelastic parameters (Ghabezloo et al. 2009a). Some poroelastic calculations of the excess pore pressure generated during the various tests carried out in this work are presented in Appendix 1.

The calculations in Appendix 1 confirm that a loading rate of 0.5 kPa/min ensures good drainage in both the drained compression and the pore pressure loading tests. This rate was already adopted in the drained standard triaxial tests carried out by Sultan *et al.* (2000) on the Boom clay and by Monfared *et al.* (2011a) (who used a hollow cylinder triaxial cell with 10 mm drainage length) on both the Boom clay and the Opalinus clay. Calculations also show that a loading rate of 2 kPa/min is satisfactory for the unjacketed test, in which volume changes and water exchanges are smaller, given that this test mobilises the modulus K_s of the solid phase, that is larger than the drained modulus K_d .

3.2.3.6. Correction of drainage system effect for the undrained experiments

Undrained compression tests are run by increasing the confining pressure while all valves of the drainage system are closed. The confining pressure variation results in a simultaneous change of the sample pore pressure. The measurement of the pore pressure change by the pressure transducer inevitably requires some fluid mass exchange between the pore volumes of the sample and of the drainage system. The loading rate should thus be slow enough to ensure pore pressure equilibrium between these pore volumes. Therefore, the undrained condition ($\Delta m_w = 0$) cannot be ensured in the pore volume of the sample only, it is actually imposed in the larger volume including the pore volumes of both the specimen and the drainage and pore pressure measurement system. This artefact induces some error in the measured undrained parameters due to the compressibility of the drainage system and of the fluid filling it. A correction method should thus be applied to the measured parameters.

Wissa (1969) and Bishop (1976) were the first who proposed a correction method for the effect of the drainage system on the results of an undrained compression test, that was afterwards extended to temperature effects by Ghabezloo and Sulem (2009, 2010). This correction has been applied to the results of experiments performed on Opalinus clay (Monfared *et al.*, 2011a) and COx claystone (Mohajerani *et al.*, 2012). The correction method is presented in the Appendix 2 along with a parametric study on the effects of various parameters.

3.2.4. Experimental program and results

The determination of the isotropic transverse parameters described in Eqs. (4) to (11) has been undertaken by running the following set of experiments:

- 1. A drained isotropic compression test in which the confining pressure is changed under constant pore pressure;
- 2. A test in which pore pressure is changed under constant total stress;
- 3. An unjacketed compression test in which pore pressure and confining pressure are simultaneously changed, keeping constant the Terzaghi effective stress;
- 4. An undrained isotropic compression test in which the confining pressure is changed while the drainage system is closed. In this test, the increase in pore pressure Δu due to an increase in confining stress $\Delta\sigma$ is measured, providing the value of the Skempton coefficient $B = \Delta u / \Delta\sigma$.

Under the simplified hypothesis of equivalent isotropy, test 1 provides the drained bulk modulus K_d , test 2 the Biot modulus H , test 3 the unjacketed modulus K_s and test 4 both the undrained bulk modulus K_u and the Skempton coefficient $B = \Delta u / \Delta\sigma$, in which Δu is the increase in pore pressure due to an increase in confining stress $\Delta\sigma$.

The experimental program was carried out under initial isotropic Terzaghi effective stresses of 10 MPa for test EST31912c and 8 MPa for test EST31912e.

3.2.4.1. Drained isotropic compression test

The drained compression test was carried out by keeping the pore pressure constant ($\Delta u = 0$) by connecting valve V1 (Figure 3-8b) to the PVC controlling the pore pressure ($u = 4$ MPa). A loading rate of 0.5 kPa/min was adopted (see Appendix 1) to ensure satisfactory drained conditions with the drainage length of 10 mm. Thanks to the accuracy of the strain measurements, small stress cycles of only 500 kPa were applied, a small enough range to stay within the elastic domain.

Three drained unloading-reloading cycles were performed, one on sample EST31912c (between 14 MPa and 13.5 MPa) and two on sample EST31912e (between 12 MPa and 11.6 MPa and between 12 MPa and 11.4 MPa). The response in axial and radial strain indicates some anisotropy (Figure 3-12) with smaller radial strains with ratios $\varepsilon_1/\varepsilon_2$ of 2.3 and 2.4 for samples EST31912c and EST31912e, respectively. The good repeatability observed in the two cycles carried out on sample EST31912e (Figure 3-12b) provides good confidence in the results. One also observes the stress dependency of the drained compressibility, with higher modulus obtained under higher Terzaghi effective stress.

The anisotropic strain response provides the value of moduli D_1 and D_2 in axial and radial directions, respectively, with $D_1 = 5.6$ GPa and $D_2 = 12.8$ GPa for sample EST31912c and $D_1 = 3.7$ GPa and $D_2 = 9$ GPa for sample EST31912e. The isotropic equivalent drained bulk modulus K_d values are equal to 2985 MPa ($\sigma_d = 14$ MPa) and 2027 MPa ($\sigma_d = 12$ MPa) for tests EST31912c and EST31912e, respectively.

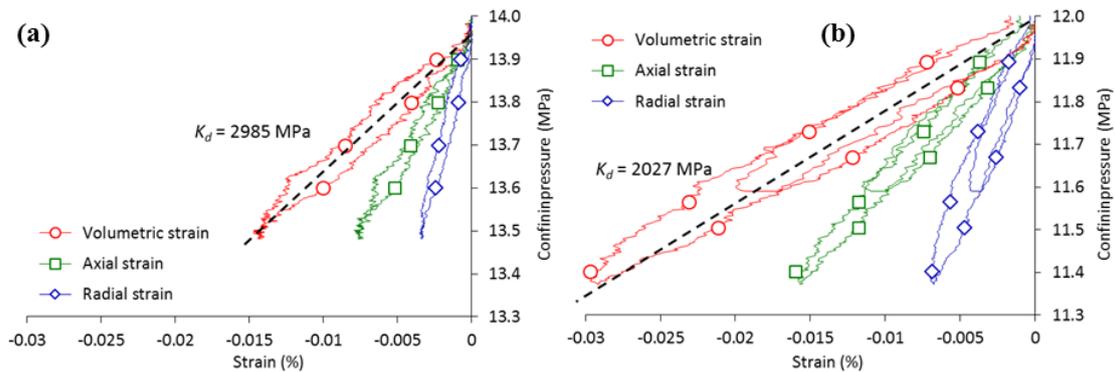


Figure 3-12. Drained isotropic compression cycles: (a) EST31912c, (b) EST31912e.

3.2.4.2. Pore pressure loading test

The pore pressure loading test should be carried out under a slow rate of pressure change (0.5 kPa/mn, Appendix 1), like in a drained test, so as to ensure uniform pore pressure distribution within the sample. The pore pressure was first increased from 4 MPa up to 4.8 MPa and then decreased, resulting in an unloading-reloading cycle in Terzaghi effective stress. As previously, the pressure change was chosen small enough to remain in the elastic domain and avoid any potential damage of the sample. As seen in Figure 3-13, the response is linear and anisotropic with smaller radial strains and an anisotropy ratio $\varepsilon_1/\varepsilon_2$ of 1.8 and 1.5 for samples EST31912c and EST31912e, respectively.

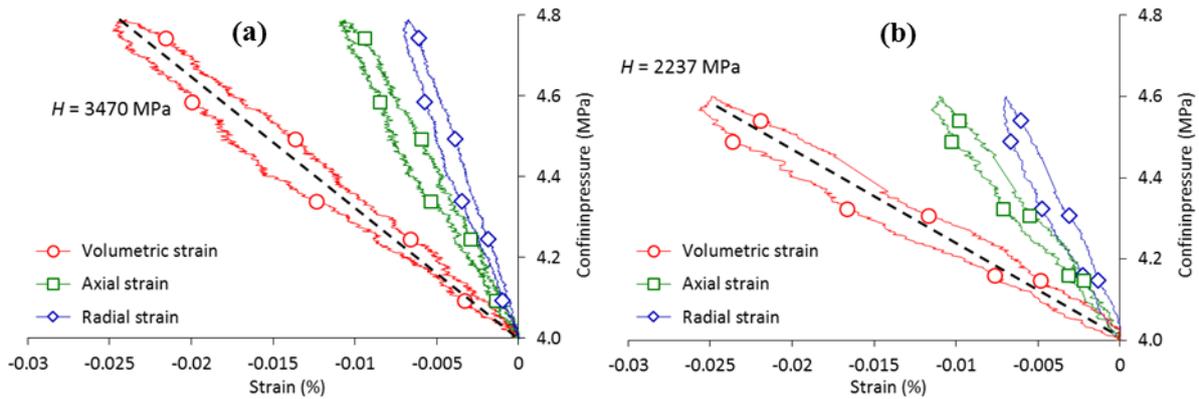


Figure 3-13. Pore pressure loading-unloading test: (a) EST31912c, (b) EST31912e.

The moduli H_1 and H_2 in axial and radial directions are found equal to 7.3 GPa and 13 GPa, respectively, for sample EST31912c, and to 5.2 GPa and 7.7 GPa, respectively, for sample EST31912e.

Values of equivalent isotropic Biot modulus H of 3.47 GPa under 10 MPa (test EST31912c) and of 2.237 GPa under 8 MPa (test EST31912e) are obtained (Equation (3-19)). Like in the drained test, one observes a stress dependency of the Biot modulus (H) with respect to Terzaghi effective stress.

3.2.4.3. Unjacketed compression test

An unjacketed compression test, in which the confining pressure and the pore pressure are increased simultaneously ($\Delta\sigma = \Delta u_w$), keeping the Terzaghi effective stress constant) mobilizes the compression of the solid phase, resulting in small strains that require quite a good precision in strain measurements. Moreover, the very low permeability of the COx claystone makes unjacketed compression tests rather long because of the small loading rate necessary to ensure homogeneous pore pressure field within the specimen (see Appendix 1).

The results of an unjacketed test carried out with the high precision device of Figure 3-8 on sample EST31912c at a loading rate of 2 kPa/mn are presented in Figure 3-14. The isotropic confining pressure was increased from 14 MPa to 16 MPa and the pore pressure from 4 MPa to 6 MPa, keeping a constant value of the Terzaghi stress of 10 MPa. The data are presented in terms of change in axial and radial strain with respect to isotropic confining pressure. At maximum confining pressure (16 MPa) a maximum axial strain of 0.012% that corresponds to a displacement value of 0.8 μm (indicating good performance of the local strain measurement) is measured. A significantly anisotropic response is observed with radial strains (ε_r , parallel to

bedding) significantly smaller than axial ones (ε_1 , perpendicular to bedding) and a ratio $\varepsilon_2/\varepsilon_1$ equal to 5.7.

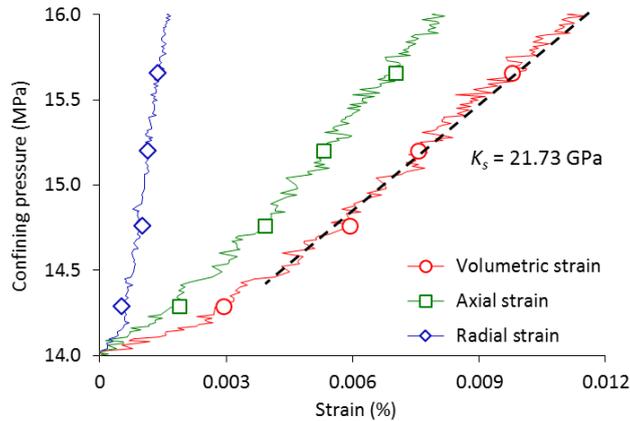


Figure 3-14. Unjacketed test (EST31912-c), pressure-strain response in loading phase.

The isotropic equivalent unjacketed modulus obtained is equal to 21.73 GPa, corresponding to a compressibility coefficient $c_s (1/K_s)$ equal to 0.046 GPa^{-1} .

3.2.4.4. Undrained compression test

The undrained compression test carried out on sample EST31912c included an unloading sequence from 13.9 down to 12.8 MPa. Four cycles were performed between 12 MPa and 11 MPa on sample EST31912e, as seen in Figure 3-15 that presents the changes in radial, axial and volumetric strains with respect to the confining pressure for both tests.

Linear responses with clear anisotropy are again observed in axial and radial strains with an anisotropy ratio of 3.7 and 3.5 for tests EST31912c and EST31912e, respectively. Load cycles provide a satisfactory reversible response for the sample EST31912e (Figure 3-15b). The maximum strain measured by the radial LVDTs is equal to 0.003% (10^{-5} , say a displacement of $0.52 \mu\text{m}$), and that measured by axial LVDT is 0.011%, say a displacement of $1.09 \mu\text{m}$), confirming the high precision performance of the monitoring of the local strains.

The measured undrained equivalent isotropic moduli are $K_u^{\text{mes}} = 7.09 \text{ GPa}$ for test EST31912c and $K_u^{\text{mes}} = 6.48 \text{ GPa}$ for test EST31912e, respectively. They correspond to corrected values $K_u^{\text{cor}} = 12.42 \text{ GPa}$ and $K_u^{\text{cor}} = 10.93 \text{ GPa}$, respectively. Compared to corrected values, the significantly lower measured values are due to the high ratio between the volume of the drainage system and the sample volume (V_L/V) (see Appendix A2). The smaller undrained bulk modulus in test EST31912e compared to that of test EST31912c is due to the smaller applied Terzaghi effective stress. The good correspondence between the two values provides a good confidence in the K_u values obtained.

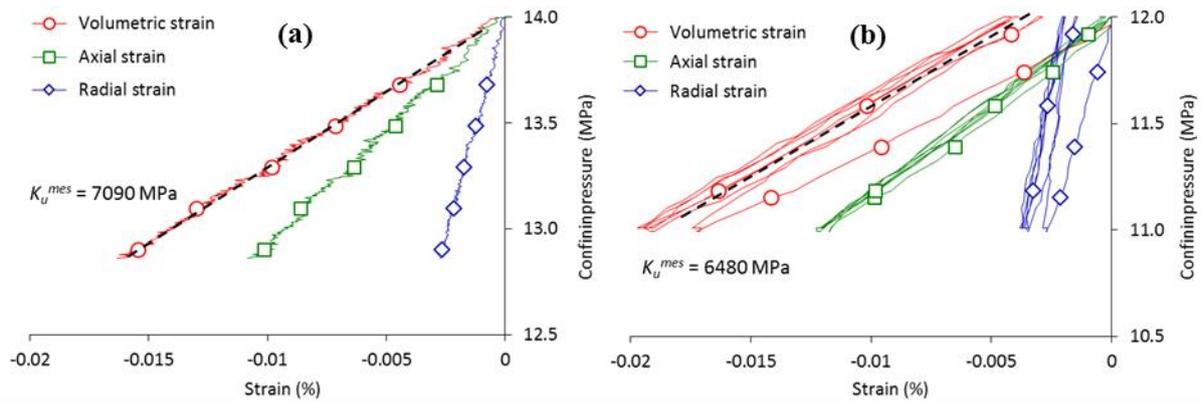


Figure 3-15. Undrained isotropic compression tests: (a) EST31912c, (b) EST31912e.

3.2.4.5. Skempton coefficient B

Figure 3-16 presents the changes in pore pressure with respect to the confining pressure measured on sample EST31912c when decreasing the confining stress from 14 MPa down to 12.8 MPa. The response is quite linear and the slope provides a measured value of the Skempton coefficient $B^{mes} = 0.63$.

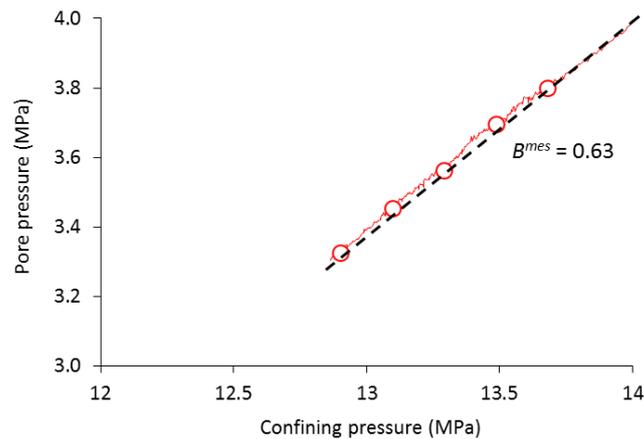


Figure 3-16. Skempton coefficient measured for test EST31912c.

The correction (see Appendix 2) provides a corrected value $B^{cor} = 0.84$, with a difference compared to B^{mes} of about 25%, mostly due to the compressibility of water and to the large dead volume of the drainage system, made up of a geotextile. This corrected Skempton coefficient B^{cor} is equal to that found in the COx claystone by Mohajerani *et al.* (2013) in a hollow cylinder triaxial cell. These authors demonstrated that $B = 0.84$ indicated a good saturation of the specimen.

Unfortunately, a leak occurred during the test on sample EST31912e and no B value could be obtained.

3.2.5. Analysis of experimental results and discussion

3.2.5.1. Biot effective stress coefficients

From equations (3-7) to (3-10), the Biot coefficients b_1 and b_2 can be written with respect to the measured parameters D_1 , D_2 , H_1 , H_2 and to the unknown parameter ν_{12} , as follows:

$$b_1 = -2\nu_{12} \left[\left(\frac{\nu_{12}}{H_1} + \frac{1}{H_2} \right) / \left(\frac{\nu_{12}}{D_1} + \frac{1}{D_2} \right) \right] - (1 - 2\nu_{12}) \frac{D_1}{H_1} \quad (3-22)$$

$$b_2 = - \left[\left(\frac{\nu_{12}}{H_1} + \frac{1}{H_2} \right) / \left(\frac{\nu_{12}}{D_1} + \frac{1}{D_2} \right) \right] \quad (3-23)$$

Tableau 3-3 summarizes the moduli D_1 , D_2 , H_1 , H_2 evaluated from the drained compression and from the pore pressure test on samples EST31912c and EST31912e. The difference between the ratio D_2/D_1 and H_2/H_1 is also shown.

Tableau 3-3. Measured anisotropic modulus in drained and pore pressure tests.

	EST31912c ($\sigma_d = 10$ MPa)	EST31912e ($\sigma_d = 10$ MPa)
D_1 (GPa)	5.6	3.7
D_2 (GPa)	12.8	9.0
H_1 (GPa)	-7.3	-5.2
H_2 (GPa)	-13	-7.7
D_2/D_1	2.3	2.4
H_2/H_1	1.8	1.5

Now, the estimation of b_1 and b_2 is only dependent of the unknown parameter ν_{12} . The calculated values of b_1 and b_2 when ν_{12} is varied between two values considered as reasonable boundaries (0.25 and 0.35) are presented in Tableau 3-4.

Tableau 3-4. Calculation of b_1 and b_2 for different ν_{12} .

	EST31912c ($\sigma_d = 10$ MPa)		EST31912e ($\sigma_d = 8$ MPa)	
ν_{12}	b_1	b_2	b_1	b_2
0.25	0.836	0.906	0.854	0.996
0.30	0.845	0.896	0.870	0.976
0.35	0.852	0.888	0.884	0.959

One can see that the calculated values of b_1 and b_2 show a weak dependency with respect to the changes in ν_{12} . Actually, the parameter ν_{12} could be measured by a triaxial shearing test, not planned in the present experimental program carried out in an isotropic compression cell. Note however that Menaceur *et al.* (2015b) obtained a ν_{12} value of 0.30 on the Callovo-Oxfordian claystone whereas Homand *et al.* (2006) provided a value of 0.35.

Adopting a value of 0.3 for V_{12} provides values of $b_1 = 0.845$ and $b_2 = 0.896$ under 10 MPa Terzaghi effective stress on specimen EST31912c and of $b_1 = 0.870$ and $b_2 = 0.976$ under 8 MPa on specimen EST31912e. b_i parameters are smaller under lower stress, but specimen EST31912e, with smaller degree of saturation, is probably more damaged, another reason of having a smaller b value (Aublivé-Conil 2003).

3.2.5.2. Effect of anisotropy on theunjacketed modulus

Figure 3-14 showed a significant anisotropy in the response of the unjacketed test, with a ratio $\varepsilon_1/\varepsilon_2$ of 5.7 indicating a compressibility perpendicular to bedding significantly larger than that parallel to bedding. This ratio is actually the highest one observed in all the tests carried out in this work.

The relation between the unjacketed modulus and the compressibility of the solid phase is complex in the case of composite materials and natural rocks made up of various minerals. The unjacketed modulus is an overall response depending on the one hand on the response in compression of the elementary particles and on the other hand, on the way particles are organised together, i.e on the fabric (or texture). It has been shown that most minerals (including quartz and calcite) exhibit a significant anisotropy with a dependence of the elastic modulus with respect to the direction (Bass, 1995). This is suspected to be also true for clays platelets (and more particularly for the smectite phase) with a significant effect of adsorbed water molecules along the smectite faces, that should increase the compressibility when compression is carried out perpendicular to the platelets (i.e. perpendicular to bedding). Note that an isotropic overall response in unjacketed test with comparable axial and radial strains can be observed in sandstone for instance (Coyner, 1984), when elementary grains (with anisotropic response) can be randomly oriented within the rock fabric, thanks to their rounded shape. This is obviously not the case of the fabric of the COx claystone where calcite, quartz and other detritic grains are embedded in a clay matrix (50%). In this case, the anisotropic response of the solid phase that is mobilised during an unjacketed test results from the combined response of the clay matrix and of the embedded grains. The response of the matrix itself results from both the anisotropic response of the elementary clay platelets (mixed layered illite-smectite) and from their preferred orientation along the bedding plane.

3.2.5.3. Overall compatibility of the equivalent isotropic parameters

The compatibility of the set of equivalent isotropic poroelastic parameters determined from the various tests is now examined, following the approach of Ghabezloo *et al.*, (2008) on a hardened cement paste.

The unjacketed modulus K_s directly evaluated from the unjacketed test ($K_s = 21.73$ GPa, see Figure 3-14) can also be calculated indirectly from the values of the drained bulk modulus (K_d) and the Biot's modulus (H) using Equation (3-19). As seen in Tableau 3-5, the indirectly evaluated K_s values for both samples are very close to that measured in the unjacketed test. As expected, the values of K_d and H are stress dependent but they finally provide comparable (not stress dependent) values of K_s . This analysis shows the compatibility of the results of drained, unjacketed and pore pressure loading tests.

Tableau 3-5. Calculated K_s from measured K_d and H .

	EST31912c ($\sigma_d = 10$ MPa)	EST31912e ($\sigma_d = 8$ MPa)
Measured K_d	2.985 GPa	2.027 GPa
Measured H	3.47 GPa	2.237 GPa
Calculated K_s	21.357 GPa	21.592 GPa
Measured K_s	21.73 GPa	

The isotropic equivalent Biot effective stress coefficient b can be determined by using the various poroelastic relations presented below ((3-24)-a to c) by combining the results of two tests among the four performed tests (drained, undrained, unjacketed compression and pore pressure loading tests). Expressions (3-24)-d and (3-24)-e use the results of all tests to evaluate the coefficient b . Note however that equations (c) and (d) cannot be used for sample EST31912e since the Skempton coefficient could not be measured.

$$b = \begin{cases} \frac{K_d}{H} & (a) \\ 1 - \frac{K_d}{K_s} & (b) \\ \frac{1}{B} \left(1 - \frac{K_d}{K_u} \right) & (c) \\ \frac{K_u}{BK_u + H} & (d) \\ \frac{K_u(K_s - K_d)}{K_s(K_u - K_d) + H(K_s - K_d)} & (e) \end{cases} \quad (3-24)$$

The Biot effective stress coefficients b calculated using the various expressions (3-24) are given in Tableau 3-6. One can see a good compatibility between the calculated values which vary between 0.84 and 0.89 with an average value of 0.87 for sample EST31912c and between

0.90 and 0.91 with an average value of 0.91 for sample EST31912e. Again, good overall compatibility of the set of poroelastic parameters of the COx claystone determined from the distinct performed tests is observed, with a stress dependency of the b coefficient (0.87 under $\sigma = 12$ MPa and 0.91 under $\sigma = 12$ MPa). This analysis shows again the overall compatibility between all the experiments and provides confidence in the parameters determined. One can then calculate the Skempton coefficient for sample EST31912e, providing a value of 0.90 using relation ((3-24)-(c)).

Tableau 3-6. Calculation of the Biot effective stress coefficient b .

	EST31912c ($\sigma_d = 10$ MPa)	EST31912e ($\sigma_d = 8$ MPa)	
Unjacketed modulus K_s	21.73 GPa		
Drained modulus K_d	2.985 GPa	2.027 GPa	
Biot modulus H	3.470 GPa	2.237 GPa	
Undrained modulus K_u	12.424 GPa	10.931 GPa	
Skempton coefficient B	0.84	-	
Biot's coefficient b	(a)	0.86	0.91
	(b)	0.85	0.90
	(c)	0.91	-
	(d)	0.89	-
	(e)	0.86	0.91
Mean Biot coefficient b	0.87	0.91	

3.2.5.4. Discussion on the equivalent isotropic Biot coefficient

This section presents a parametric study aimed at providing a range of possible values of the Biot coefficient of the intact COx claystone, considering the uncertainties that affect the Young modulus, the anisotropy ratio and the unjacketed modulus of the rock. Indeed, the specimens investigated in the laboratory may have supported some damage due to the effects of coring, stress release, evaporation, trimming and resaturation under in-situ stress prior to laboratory testing. These effects are suspected to weaken the mechanical properties of the tested COx specimens, that might be smaller than the intact values that govern the in-situ response of the claystone mass around the waste disposal.

The elastic parameters recommended by Andra (2005) and adopted by Gens *et al.* (2007) and Charlier *et al.* (2013) (Young modulus $E = 4$ GPa and Poisson ratio $\nu = 0.3$) provide an isotropic equivalent drained bulk modulus $K_d = 3.3$ GPa, larger than the 2.027 GPa value determined in this study. Using equation (3-17) with $K_s = 21.7$ GPa, an equivalent isotropic b value of 0.85 is obtained.

To account for the uncertainties in the values of Young modulus E and of anisotropy ratio E_2/E_1 , a parametric study was performed varying E between 2.5 and 4 GPa with E_2/E_1 equal to 1, 1.2, 1.5 and 1.8. Constant Poisson ratios ($\nu_{12} = \nu_{23} = 0.3$) are adopted for sake of simplicity.

The bulk modulus is calculated as follows:

$$\frac{1}{K_d} = \frac{1-4\nu_{12}}{E_1} + \frac{2(1-\nu_{23})}{E_2} \quad (3-25)$$

The changes in Biot coefficient with respect to the different parameter values adopted is summarized in Tableau 3-7. Based on the range of Young modulus and anisotropy ratio adopted, the calculated drained bulk modulus K_d varies between 2.1 GPa and 5.0 GPa, with the smallest value obtained in the isotropic case with the lowest Young modulus (2.5 GPa), also providing the largest b value (0.9). The largest K_d value is obtained with largest Young modulus (4 GPa) and anisotropy ratio ($E_2/E_1 = 1.8$), naturally providing the smallest Biot coefficient ($b = 0.68$).

Tableau 3-7. Variation of the Biot coefficient.

E_1 (GPa)	E_2/E_1	K_d (GPa)	Biot coefficient b
2.4	1	2.0	0.91
	1.2	2.5	0.89
	1.5	3.3	0.85
	1.8	4.1	0.81
4	1	3.3	0.85
	1.2	4.1	0.81
	1.5	5.4	0.75
	1.8	6.9	0.68

The average value obtained in this study ($b = 0.91$) under stress conditions close to in-situ ($\sigma_d = 8$ MPa) on extracted specimens tested in the laboratory is of course included between the minimum (0.7) and maximum (0.91) values calculated in the Tableau 3-7. The results of the parametric study carried out here confirms that the perturbations and damage supported by the specimens tested in the laboratory might tend to under-estimate the real COx stiffness (observed through smaller values of E_1 and K_d), resulting in an over-estimation of the Biot coefficient compared to the real one. The data of the Tableau 3-7 also indicate that 0.7 seems to be a reasonable lower bound for the Biot coefficient of the COx claystone.

3.2.6. Conclusion

The values of the poroelastic parameters of the Callovo-Oxfordian claystone are still debated with published values of equivalent isotropic Biot coefficients comprised between 0.3 and 1.0, with an average value of 0.6 generally adopted in numerical simulations. To provide further information on parameters that are of great importance in the hydro-mechanical modelling in the close field around deep geological repository of radioactive waste, an experimental program was conducted in a specially designed isotropic compression cell. High precision strain measurements were made possible by getting rid of the parasite effects of the rubber membrane. To do so, direct contact through the membrane between the LVDTs stem and the specimen has been permitted, improving significantly the accuracy of the measurements of radial and axial strains. Great care was also devoted to the saturation procedure that was carried out under stress conditions close to in-situ, following previous works (Monfared *et al.*, 2011a, 2011b, 2012; Mohajerani *et al.*, 2013; Menaceur *et al.*, 2015a, 2015b) on low permeability claystones (Callovo-Oxfordian claystone and Opalinus clay) and the Boom clay. Satisfactory drainage conditions were also ensured by adopting a small drainage length (10 mm) and low enough stress rates during isotropic compression. The parasite effects of the drainage system on the measurement of undrained parameters have also been corrected. Various poromechanical experiments have been performed with this device: drained and undrained isotropic compression tests, unjacketed compression test and pore pressure loading test.

The COx claystone exhibited a well-marked transverse isotropic response under isotropic compression with axial strains smaller radial ones. An analysis in the framework of transverse isotropic poroelasticity provided the relations between the Biot effective stress coefficients b_1 and b_2 and the Poisson's ratio ν_{12} and the various moduli measured in the experiments. A parametric study showed that b_1 and b_2 had a very low sensitivity with respect to changes in ν_{12} , allowing a reasonable estimation of these parameters for specimens tested in the laboratory under stress conditions close to the in-situ stress state with b_2 (parallel to bedding) equal to 0.976, slightly higher than b_1 (perpendicular to bedding), equal to 0.870. This difference is related to the mobilisation of the layers of water molecules adsorbed along the smectite faces in the mixed layer illite-smectite platelet within the clay matrix that results in a smaller stiffness perpendicular to bedding.

The experimental results were also considered within an equivalent isotropic poroelastic framework, providing a direct determination of the equivalent isotropic poroelastic parameters of the COx claystone: drained bulk modulus K_d , undrained bulk modulus K_u , Skempton

coefficient B ,unjacketed modulus K_s and Biot modulus H . A very good compatibility between the results of various experiments was found, showing their quality, demonstrating the robustness of the method and giving confidence in the obtained experimental data. The results showed the stress dependency of parameters K_d , K_u and H , that increased with increased effective stress. An indirect evaluation of the unjacketed modulus K_s showed that it was not stress dependent. For the tested specimens, cored at a depth of 490 m in the Underground Research Laboratory of Bure with around 50% clay fraction, the value of the equivalent isotropic Biot effective stress coefficient was found equal to 0.91 under a stress state close to that prevailing in-situ (mean total stress of 12 MPa and pore pressure of 4 MPa).

The poroelastic parameters determined here are that of a laboratory specimen previously extracted from the rock mass and probably affected by coring, stress release, desaturation, evaporation, trimming and resaturation under in-situ stresses. Given the susceptibility of claystones to damage, it is probable that these successive effects have some consequences on the parameters determined. A parametric study was hence conducted to investigate the effects of changes in Young modulus and anisotropy ratio on the b value. The possible effects of damage due to sample extraction, that results in a decrease in Young modulus, have been investigated and a range of b values between 0.7 (corresponding to the estimated real in-situ value of Young modulus of 4 MPa in an isotropic case) and 0.91 (with a Young modulus decreased to 2.4 GPa and a maximum anisotropy ratio $E_1/E_2 = 2$) has been determined. This value $b = 0.7$ seems to be a reasonable lower bound for the Biot coefficient.

This work should be completed in the laboratory by poromechanical experiments under deviatoric loading to evaluate all the transverse isotropic poroelastic parameters. The variability and stress dependency of these parameters should also be further investigated.

Appendix 1

Loading rates

In all the tests performed with controlled pore water pressure (drained test, pore pressure loading and unjacketed test), the pore water pressure field should be homogeneous within the samples. A drained compression test should be performed with no excess pore pressure (Gibson and Henkel, 1954), but, as recalled by the calculations conducted by Monfared *et al.* (2011a), a low level of excess pore pressure may be observed even at very slow loading rate. The drained condition is considered satisfactory if the excess pore pressure is negligible with respect to the applied confining pressure.

Commonly, a rate of 0.5 kPa/min is used in drained isotropic compression test on stiff clays (e.g. Sultan *et al.* 2000). The calculations run by Monfared *et al.* (2011a) confirmed the validity of this rate in a hollow triaxial cell with a drainage length of 10 mm, equal to that adopted here. To confirm Monfared *et al.* (2011a)'s calculations, a numerical resolution of the coupled hydromechanical equations of poroelasticity was performed using the finite element method with the 2D FreeFem++ code considering an axisymmetric calculation (Hecht, 2012). In a purpose of simplicity, the calculations are performed considering an isotropic material. The governing equations are recalled below:

$$\nabla \cdot \sigma + f = 0 \quad (3-26)$$

$$\nabla \cdot q_w + \frac{\partial m_w}{\partial t} = 0 \quad (3-27)$$

$$q_w = -\rho_w \frac{k}{\mu_f} \nabla u_w \quad (3-28)$$

$$\underline{d\varepsilon} = \underline{S} \left(\underline{d\sigma} - b \underline{du}_w \right) \quad (3-29)$$

with,

$$\underline{S} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E} & \frac{-\nu}{E} & \frac{-\nu}{E} \\ \frac{-\nu}{E} & \frac{1}{E} & \frac{-\nu}{E} \\ \frac{-\nu}{E} & \frac{-\nu}{E} & \frac{1}{E} \end{pmatrix} \quad (3-30)$$

$$d\phi = -b d\varepsilon_v + \frac{1}{N} du_w, \quad \frac{1}{N} = \frac{b - \phi_0}{K_s} \quad (3-31)$$

The Young modulus E and Poisson ratio ν were taken equal to 4000 MPa and 0.3 respectively (Gens et al., 2007), providing a drained bulk modulus K_d of 3333 MPa. The unjacketed bulk modulus K_s was taken equal to 21.7 GPa (Section 3.2.4.1), resulting in a Biot coefficient b of 0.84 (equation (3-17)). A permeability coefficient k of 20^{-20} m² was adopted, with a porosity ϕ of 14%, a bulk water compression modulus $K_w = 2237$ MPa and a water viscosity at 25°C $\mu_w = 8.9 \times 10^{-10}$ MPa.s at 25°C (Spang, 2002).

The effects of changes in loading rates of total stress $v_\sigma = d\sigma/dt$ (drained isotropic compression test and unjacketed test) and pore pressure $v_u = du_w/dt$ (unjacketed test and pore pressure loading test) were considered in the simulations. The drained isotropic compression test was started from a confining stress of 12 MPa and a pore water pressure of 4 MPa with an applied increase in confining pressure $\Delta\sigma = 1$ MPa. The pore pressure test started from the same conditions with an applied increase in pore water pressure $\Delta u = 1$ MPa. In the unjacketed test, values of $\Delta\sigma = \Delta u = 2$ MPa were adopted. The principle of the calculations conducted and boundary conditions are presented in Figure 3-17.

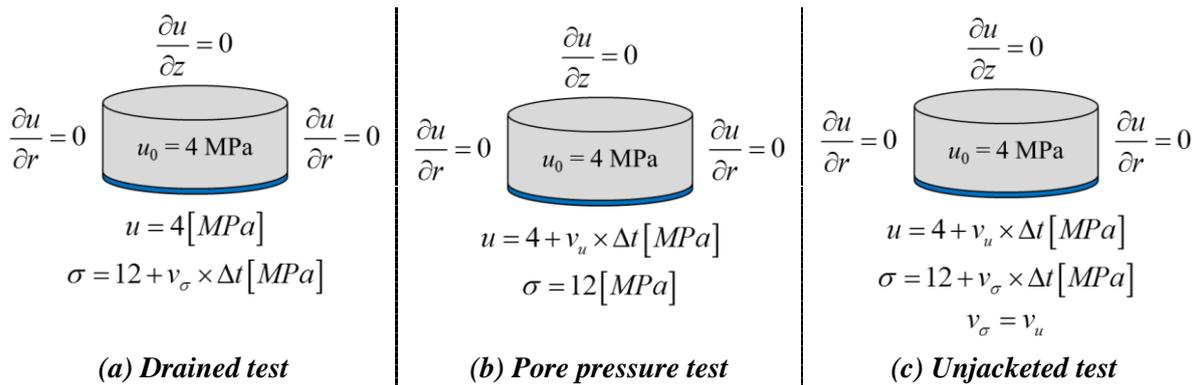


Figure 3-17. Initial and boundary conditions for the different tests.

Drained compression test

The result of the simulations are presented, for all the considered loading rates (0.5, 1 and 2 kPa/min) in terms of excess pore pressure at $z = 10$ mm (the farthest point from the drainage porous disk) in Figure 3-18a, and in terms of pore pressure profile in Figure 3-18b. It is observed that, unsurprisingly, the lowest excess pore pressure calculated at $z = 10$ mm is obtained at the lowest rate of 0.5 kPa/min with a value of 9 kPa (obtained once the confining stress reaches 12.05 MPa), negligible with respect to the value of 4 MPa imposed at the bottom boundary. Note however that the value of 38 kPa obtained at 2 kPa/min is not critical, and that a rate of 1 kPa/min (19 kPa excess pore pressure, with the steady state reached when the confining stress

is equal to 12.10 MPa) could be satisfactory. The pore pressure profiles have a shape typical of a consolidation problem.

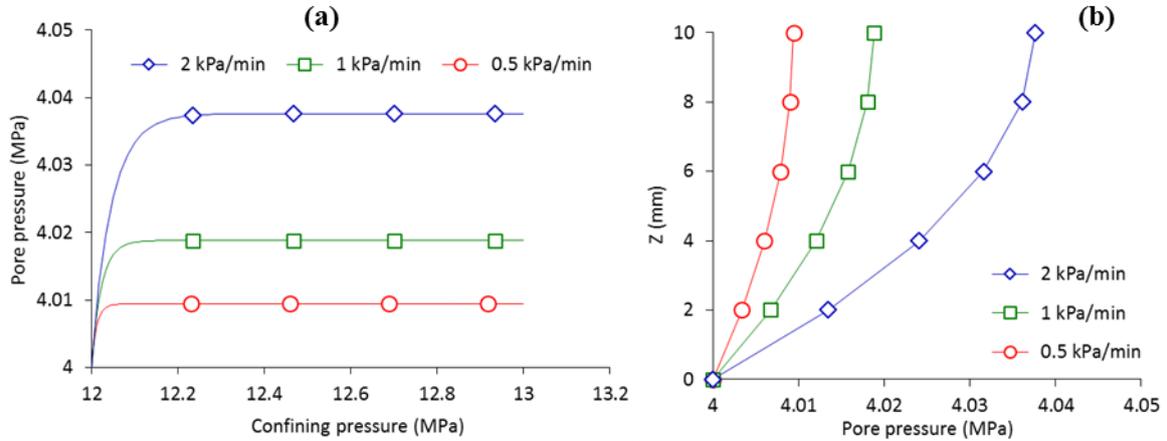


Figure 3-18. Calculated pore water pressure in a drained isotropic compression test: (a) Pore pressure vs. confining pressure at Z=10mm, (b) Calculated pore pressure along the sample at the end of loading.

Pore pressure loading test

Unsurprisingly, the conclusions drawn from the data of the simulations of pore pressure loading tests at all rates (0.5, 1 and 2 kPa/min, pore pressure profiles in Figure 3-19) lead to the same conclusions as for the drained state, with an maximum excess pore pressure of 11 kPa at $z = 10$ mm at 0.5 kPa/min. Here also, the excess pore pressure at 2 kPa/min is smaller than 50 kPa, and it seems that tests could have been run at 1 kPa/min, with a maximum excess pore pressure of 23 kPa.

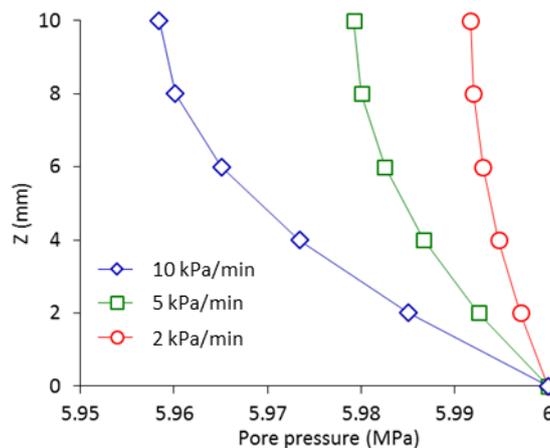


Figure 3-19. Calculated excess pore pressure profile in a pore pressure test.

Unjacketed compression test

The unjacketed test was carried out by maintaining $\Delta\sigma = \Delta u$, starting from $\sigma_i = 12$ MPa and $u_i = 4$ MPa and increased up to 14 and 6 MPa, respectively. There is less water exchanges

involved during unjacketed tests compared to the previous drained tests because only the compression of the solid phase is involved, with K_s larger than K_d , resulting in less sample volume changes involved.

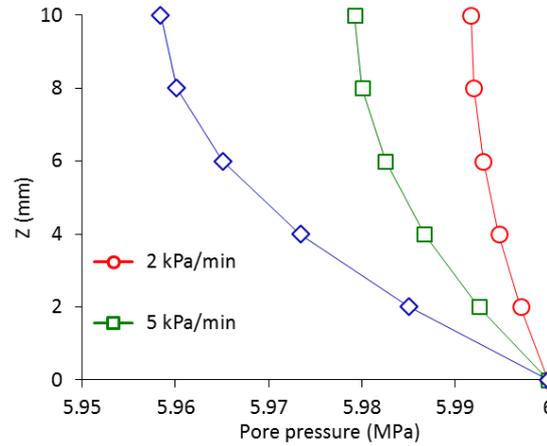


Figure 3-20. Evolution of pore pressure at $Z=10$ mm with respect to confining pressure.

Figure 3-20 shows the changes in pore pressure at $z = 10$ mm for rates of 2, 5 and 10 kPa/min. The negligible difference in pore pressure computed at 2 kPa/min at $z = 10$ mm (5.991 MPa instead of 6 MPa) shows that the pore pressure field is satisfactorily homogeneous. A difference of 20 kPa (around 0.3%) is observed at 5 kPa/min, showing that this rate could also have been adopted.

Appendix 2

Correction of the effect of the drainage system in undrained tests

The expression of the corrected Skempton coefficient (B^{cor}) with respect to the measured one (B^{mes}) is given below (Monfared *et al.* (2011a), following Bishop (1976)). For sake of simplicity, the equations are written in terms of compressibility $c_i = 1/K_i$.

$$B^{cor} = \frac{B^{mes}}{1 + \frac{1}{V(c_d + c_s)}(V_p c_{dp} + V_g c_{dg} - B^{mes}(V_p(c_{dp} + \phi c_w) + V_g c_{dg} + V_L(c_w + c_L)))} \quad (3-32)$$

The corrected undrained compressibility (c_u^{cor}) is then written as:

$$c_u^{cor} = \frac{c_d - c_u^{mes}}{1 + \frac{1}{V(c_d + c_s)} \left[V_p c_{dp} + V_g c_{dg} - \frac{V_p(c_{dp} + \phi_p c_w) + V_g c_{dg} + V_L(c_w + c_L)}{(c_d - c_s)} (c_d - c_u^{mes}) \right]} \quad (3-33)$$

where V_p , V_g and V_L are the volumes of the porous disk, geotextile and connecting lines, respectively and c_{dp} , c_{dg} and c_L their drained compressibilities. ϕ and ϕ_p are the porosities of the sample and the porous disk respectively. V , c_d , c_u , and B are the volume, the drained

compressibility, the undrained compressibility and the Skempton coefficient of the sample. c_s is theunjacketed compressibility.

The volume of samples EST31912c and EST31912e are $V=11795 \text{ mm}^3$ and $V=13847 \text{ mm}^3$, respectively. The volume of the connecting lines, porous disk and geotextile are $V_L=2412 \text{ mm}^3$, $V_p=2268 \text{ mm}^3$ and $V_g=113 \text{ mm}^3$, respectively. Monfared *et al.* (2011a) performed a calibration test on a dummy metal sample and found a drained compressibility of the connecting lines $c_L=0.32 \text{ GPa}^{-1}$, a drained compressibility of the porous disk $c_{dp}=1.02 \text{ GPa}^{-1}$, and a drained compressibility of the geotextile $c_{dg}=9.33 \text{ GPa}^{-1}$. The porosity of the porous disk was $\phi_p=0.22$. The water compressibility at 25°C is $c_w=0.447 \text{ GPa}^{-1}$ (Spang, 2002). The corrected undrained bulk modulus and Skempton coefficient presented in section 3.2.4.4 are calculated using these parameters.

Parametric study on the induced errors

A parametric study is presented here to better clarify the influence of various material and drainage system properties on the induced errors on different undrained parameters. The error on a quantity Q is evaluated as $(Q_{\text{measured}}-Q_{\text{corrected}})/Q_{\text{corrected}}$. The most influent parameters on the error are the drained compressibility c_d , the porosity ϕ and the ratio of the volume of the drainage system to the volume of the tested sample V_L/V . Three values of the drained compressibility c_d in the range of that of the COx claystone (0.1 GPa^{-1} , 0.3 GPa^{-1} and 0.6 GPa^{-1}) and $c_s = 0.05 \text{ GPa}^{-1}$. The volume ratio V_L/V was taken equal to 0.21 which corresponds to our experiment, and to further analyse the effect of the dead volume, a second ratio of 0.05 is also taken. The porosity is varied from 0.03 to 0.45.

Figure 3-21 shows the error on the measurement of the Skempton coefficient. When the rock is relatively highly compressible ($c_d = 0.5 \text{ GPa}^{-1}$ and $c_d = 0.3 \text{ GPa}^{-1}$), the range of error does not vary a lot between small and high porosities. A greater volume of the drainage system underestimates the Skempton coefficient (B). The measured Skempton coefficient juggles between a slight underestimating and a slight overestimating when a geotextile is used. But with a lower compressibility, the error varies a lot as a function of the porosity. In fact, we can observe that for a volume ratio of 0.21 the Skempton coefficient is underestimated with an error of 44% in case of geotextile, for 0.03 porosity and it is overestimated with an error of 35% for 0.45 porosity. When a porous disk is used, the Skempton coefficient is always underestimated (from 65% to 22%) for the same volume ratio. The error is more important and B is highly overestimated if the volume ratio is smaller on the use of geotextile and a high porosity material.

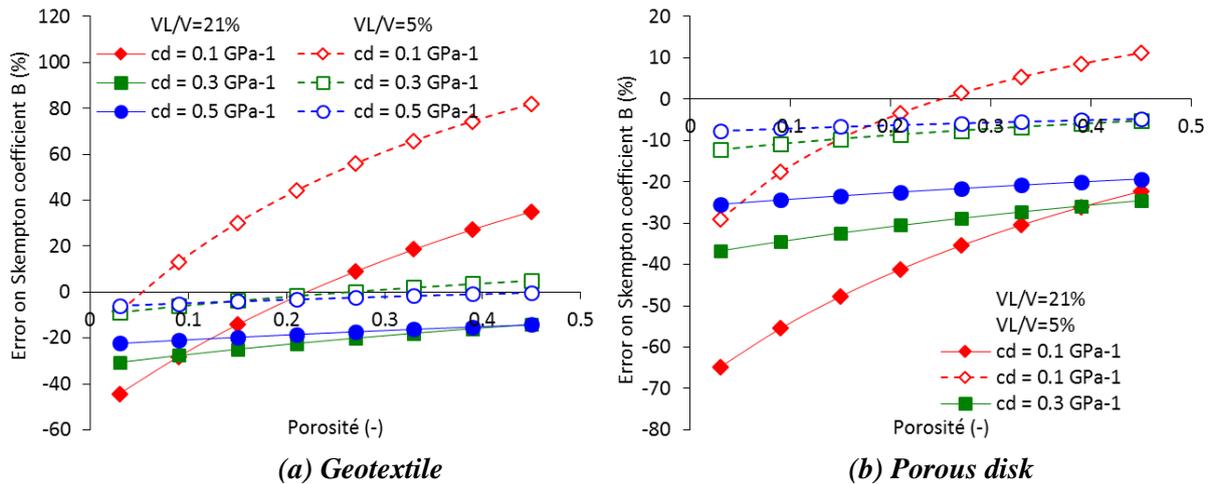


Figure 3-21. Parametric study of the error on Skempton coefficient (B).

The error made on the measurement of the undrained bulk modulus (K_u) is shown on Figure 3-22. Unlike for the Skempton coefficient, the error is more important for higher compressibilities. The effect of the volume ratio is more significant in the error on the measurement of K_u , as a large difference is shown between the two volume ratios. Once more, the error induced by the use of a porous disk is slightly more important than the geotextile.

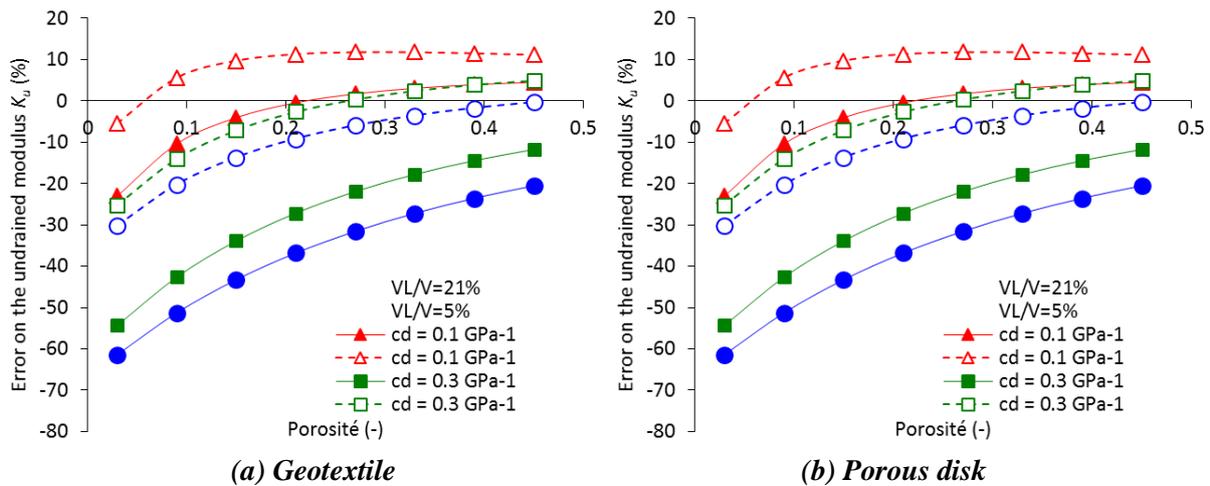


Figure 3-22. Parametric study of the error on the undrained modulus (K_u).

3.3. Effet des propriétés de compression des grains sur l'anisotropie macroscopique

Nous avons mesuré, dans ce qui vient d'être présenté, un module sans membrane $K_s = 21.7$ GPa, qui semble n'être que légèrement affecté par le niveau de la contrainte effective de Terzaghi. De plus, la réponse en déformations obtenue lors de l'essai sans membrane présente une anisotropie entre la déformation radiale et axiale, ce qui a conduit à la détermination des coefficients de Biot parallèle (b_2) et perpendiculaire (b_1) aux plans de litage. Sous deux niveaux de contraintes, le coefficient b_2 est supérieur au coefficient b_1 (Tableau 3-8). Dans la revue bibliographique présentée au paragraphe (3.1.1.1), les auteurs cités ne s'accordaient pas sur le plus grand des coefficients. Vincké et al. (1997) ont trouvé une tendance similaire à cette étude avec $b_2 > b_1$ alors qu'Escoffier (2002) trouvait $b_2 < b_1$.

Tableau 3-8. Valeurs de coefficient de Biot anisotropes mesurés dans cette étude.

EST31912c ($\sigma_d = 10$ MPa)		EST31912e ($\sigma_d = 8$ MPa)	
b_1	b_2	b_1	b_2
0.845	0.896	0.870	0.976

Dans ce qui suit, nous présentons une étude paramétrique de l'effet de l'anisotropie macroscopique de l'argilite sur l'anisotropie des coefficients de Biot b_1 et b_2 par l'analyse de l'effet du rapport d'anisotropie E_2/E_1 . Par ailleurs, nous considérons une éventuelle anisotropie de la réponse en compression des grains solides. De ce fait, nous proposons une écriture des composants du tenseur de Biot en considérant l'anisotropie des grains solides à l'échelle microscopique.

Rappelons que Cheng (1997) a donné la relation du tenseur des coefficients de Biot b_{ij} sous la forme :

$$b_{ij} = \delta_{ij} - M_{ijkl} C_{klmm}^s \quad (3-34)$$

M_{ijkl} est le tenseur de rigidité du milieu poreux, C_{klmm}^s est le tenseur de souplesse du grain solide et δ_{ij} est le symbole de Kronecker.

3.3.1. Micro-isotropie des grains solides

Sous l'hypothèse de micro-isotropie des grains à l'échelle des pores (Cheng, 1997), le tenseur de souplesse des grains solides se réduit un seul paramètre volumique :

$$C_{ijkk}^s = \frac{\delta_{ij} C_s}{3}, \text{ avec } C_s = \frac{1}{K_s} \quad (3-35)$$

Dans ce cas, comme nous l'avions présenté dans le cadre théorique, la matrice de rigidité du M d'un milieu poreux isotrope transverse ayant l'axe de symétrie dans la direction x_1 est donnée par Cheng (1997) :

$$\underline{\underline{M}} = \begin{pmatrix} M_{11} & M_{12} & M_{12} \\ M_{12} & M_{22} & M_{23} \\ M_{12} & M_{23} & M_{22} \end{pmatrix} \quad (3-36)$$

Les coefficients de Biot b_1 et b_2 sont dans ce cas donnés par :

$$\begin{cases} b_1 = 1 - \frac{M_{11} + 2M_{12}}{3K_s} & (a) \\ b_2 = 1 - \frac{M_{12} + M_{22} + M_{23}}{3K_s} & (b) \end{cases} \quad (3-37)$$

Nous rappelons aussi que les paramètres M_{ij} dans ce cas sont donnés par :

$$\begin{cases} M_{11} = \frac{E_1^2(1-\nu_{23})}{E_1 - E_1\nu_{23} - 2E_2\nu_{12}^2} & (a) \\ M_{12} = \frac{E_2E_1\nu_{12}}{E_1 - E_1\nu_{23} - 2E_2\nu_{12}^2} & (b) \\ M_{22} = \frac{E_2(E_1 - E_2\nu_{12}^2)}{(1+\nu_{23})(E_1 - E_1\nu_{23} - 2E_2\nu_{12}^2)} & (c) \\ M_{23} = \frac{E_2(E_1\nu_{23} + E_2\nu_{12}^2)}{(1+\nu_{23})(E_1 - E_1\nu_{23} - 2E_2\nu_{12}^2)} & (d) \end{cases} \quad (3-38)$$

Nous faisons varier le rapport E_2/E_1 , entre 1 (cas isotrope), 1.2, 1.5, 1.8 et 2. Les deux coefficients Poisson ν_{12} et ν_{23} sont considérés égaux à 0.3. A titre de comparaison, on adopte un module de Young $E_1 = 4$ GPa (Gens et al. 2007; Charlier et al. 2013) et on considère également une valeur $E_1 = 2.4$ GPa.

Tableau 3-9. Anisotropie du coefficient de Biot dans le cas de grains solides micro-isotropes.

E_1 (GPa)	E_2/E_1	K_d (GPa)	Coefficient de Biot isotrope b	Coefficient de Biot b_1	Coefficient de Biot b_2
2.4	1	2.0	0.91	0.91	0.91
	1.2	2.5	0.89	0.89	0.88
	1.5	3.3	0.85	0.86	0.83
	1.8	4.1	0.81	0.83	0.77
	2	4.8	0.78	0.79	0.72
4	1	3.3	0.85	0.85	0.85
	1.2	4.1	0.81	0.82	0.80
	1.5	5.4	0.75	0.77	0.72
	1.8	6.9	0.68	0.71	0.62
	2	8.0	0.63	0.66	0.53

Nous constatons dans le Tableau 3-9 que, logiquement, les coefficients de Biot b_1 et b_2 sont égaux et ont la même valeur que le coefficient de Biot isotrope équivalent b dans le cas d'isotropie élastique ($E_1 = E_2$). Dès que le rapport d'anisotropie E_2/E_1 augmente, les valeurs de b_1 et b_2 deviennent différentes (Figure 3-23) avec b_1 toujours supérieur à b_2 et le coefficient de Biot isotrope équivalent b compris entre b_1 et b_2 .

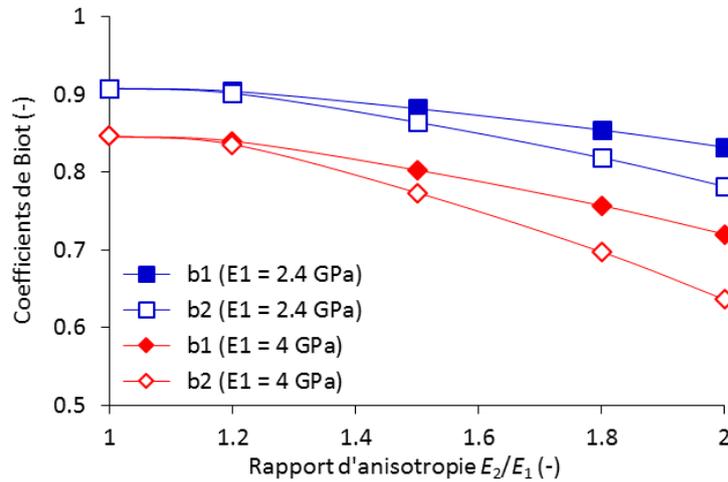


Figure 3-23. Evolution des coefficients de Biot anisotropes b_1 et b_2 avec le rapport E_2/E_1 dans le cas de grains solides isotropes à l'échelle microscopique.

Toutefois, en observant les relations (3-37)-(a) et (b), il est possible mathématiquement de trouver un cas où b_2 est supérieur à b_1 , si la somme $M_{11} + M_{12}$ est plus grande que la somme $M_{22} + M_{23}$. Le remplacement des expressions donnant les paramètres M_{ij} (relations (3-38)) dans ces sommes permet d'établir la condition suivante pour que b_2 soit supérieur à b_1 :

$$\frac{E_2}{E_1} < \frac{1 - \nu_{23}}{1 - \nu_{12}} \quad (3-39)$$

Généralement les valeurs admises pour les calculs numériques sont voisines de 0.3 pour le coefficient ν_{12} et de 0.24 pour le coefficient ν_{23} (Pardoen and Collin 2016). Dans ce cas la condition pour b_2 soit supérieur à b_1 et d'avoir un rapport E_2/E_1 inférieur à 1.14. Or, les rapports d'anisotropie admis par l'Andra pour l'argilite du COx sont compris entre 1.3 et 1.6. Il est moins probable alors d'avoir un b_2 supérieur à b_1 dans ces conditions.

3.3.2. Micro-anisotropie des grains solides

Nous formulerons maintenant, à partir de la relation (3-34), les relations donnant les composantes du tenseur de Biot dans le cas où les grains solides présentent une anisotropie de type orthotrope. Pour une écriture plus générale, nous considérons aussi l'orthotropie du matériau à l'échelle macroscopique. Dans ce cas, la matrice de souplesse des grains solides peut être écrite ainsi :

$$\underline{\underline{C}}^s = \begin{pmatrix} C_{11}^s & C_{12}^s & C_{13}^s \\ C_{12}^s & C_{22}^s & C_{23}^s \\ C_{13}^s & C_{23}^s & C_{33}^s \end{pmatrix} \quad (3-40)$$

Où,

$$C_{11}^s = \frac{1}{E_1^s}, \quad C_{22}^s = \frac{1}{E_2^s}, \quad C_{33}^s = \frac{1}{E_3^s}, \quad C_{12}^s = \frac{-\nu_{12}^s}{E_1^s}, \quad C_{13}^s = \frac{-\nu_{13}^s}{E_1^s}, \quad C_{23}^s = \frac{-\nu_{23}^s}{E_3^s}$$

E_1^s , E_2^s et E_3^s sont les modules de Young des grains solides dans les directions x_1 , x_2 et x_3 respectivement. ν_{12}^s , ν_{13}^s et ν_{23}^s sont les coefficients de Poisson des grains solides dans les plans (x_1, x_2) , (x_1, x_3) et (x_2, x_3) , respectivement. Pour une raison de symétrie, on a les égalités $\nu_{12}^s/E_1^s = \nu_{21}^s/E_2^s$, $\nu_{13}^s/E_1^s = \nu_{31}^s/E_3^s$ et $\nu_{23}^s/E_2^s = \nu_{32}^s/E_3^s$.

Le tenseur de rigidité global du matériau est également considéré orthotrope :

$$\underline{\underline{M}} = \begin{pmatrix} M_{11} & M_{12} & M_{13} \\ M_{12} & M_{22} & M_{23} \\ M_{13} & M_{23} & M_{33} \end{pmatrix} \quad (3-41)$$

Les coefficients de Biot anisotropes peuvent être écrits à partir de la relation (3-34) comme suit :

$$\begin{cases} b_1 = 1 - [(C_{11}^s + C_{12}^s + C_{13}^s)M_{11} + (C_{12}^s + C_{22}^s + C_{23}^s)M_{12} + (C_{13}^s + C_{23}^s + C_{33}^s)M_{13}] & (a) \\ b_2 = 1 - [(C_{11}^s + C_{12}^s + C_{13}^s)M_{12} + (C_{12}^s + C_{22}^s + C_{23}^s)M_{22} + (C_{13}^s + C_{23}^s + C_{33}^s)M_{23}] & (b) \\ b_3 = 1 - [(C_{11}^s + C_{12}^s + C_{13}^s)M_{13} + (C_{12}^s + C_{22}^s + C_{23}^s)M_{23} + (C_{13}^s + C_{23}^s + C_{33}^s)M_{33}] & (c) \end{cases} \quad (3-42)$$

3.3.3. Grains solides isotropes transverses

Nous supposons que les grains solides sont isotropes transverses avec un axe de révolution dans la direction x_1 , coïncidant avec l'axe d'isotropie transverse du matériau à l'échelle macroscopique. Ceci vient du fait que les plaquettes de la matrice argileuse sont orientées dans un plan parallèle aux plans de stratification. La matrice de souplesse des grains solides s'écrit dans ce cas comme suit :

$$\underline{\underline{C}}^s = \begin{pmatrix} C_{11}^s & C_{12}^s & C_{13}^s \\ C_{12}^s & C_{22}^s & C_{23}^s \\ C_{13}^s & C_{23}^s & C_{33}^s \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_1^s} & \frac{-\nu_{12}^s}{E_1^s} & \frac{-\nu_{12}^s}{E_1^s} \\ \frac{-\nu_{12}^s}{E_1^s} & \frac{1}{E_2^s} & \frac{-\nu_{23}^s}{E_2^s} \\ \frac{-\nu_{12}^s}{E_1^s} & \frac{-\nu_{23}^s}{E_2^s} & \frac{1}{E_2^s} \end{pmatrix} \quad (3-43)$$

Le remplacement des expressions C_{ij} de ce cas isotrope transverse dans les relations (3-42)-(a) à (c) permet d'écrire les coefficients de Biot b_1 et b_2 comme suit :

$$\begin{cases} b_1 = 1 - \left[M_{11} \left(\frac{1 - 2\nu_{12}^s}{E_1^s} \right) + 2M_{12} \left(\frac{-\nu_{12}^s}{E_1^s} + \frac{1 - \nu_{23}^s}{E_2^s} \right) \right] & (a) \\ b_2 = 1 - \left[M_{12} \left(\frac{1 - 2\nu_{12}^s}{E_1^s} \right) + (M_{22} + M_{23}) \left(\frac{-\nu_{12}^s}{E_1^s} + \frac{1 - \nu_{23}^s}{E_2^s} \right) \right] & (b) \end{cases} \quad (3-44)$$

Pour ce cas d'anisotropie de rigidité des grains solides, nous considérons des modules de Young des grains solides $E_1^s = 25$ GPa et $E_2^s = 82$ GPa, et des faibles coefficients de Poisson $\nu_{12}^s = \nu_{23}^s = 0.1$. Ce choix est fait d'une façon arbitraire mais en veillant à avoir un module de compression des grains solides volumique $K_s = 21.7$ GPa avec :

$$\frac{1}{K_s} = \frac{1 - 4\nu_{12}^s}{E_1^s} + \frac{2(1 - \nu_{23}^s)}{E_2^s} \quad (3-45)$$

Les mêmes rapports d'anisotropie E_2/E_1 précédents (1, 1.2, 1.5, 1.8 et 2) sont choisis. Cette analyse permet de retrouver les valeurs de Biot b_1 et b_2 donnés dans le Tableau 3-10.

Tableau 3-10. Anisotropie du coefficient de Biot dans le cas de grains solides isotropes transverses.

E_1 (GPa)	E_2/E_1	K_d (GPa)	Coefficient de Biot b	Coefficient de Biot b_1	Coefficient de Biot b_2
2.4	1	2.0	0.91	0.88	0.92
	1.2	2.5	0.89	0.86	0.90
	1.5	3.3	0.85	0.84	0.86
	1.8	4.1	0.81	0.81	0.81
	2	4.8	0.78	0.78	0.77
4	1	3.3	0.85	0.80	0.87
	1.2	4.1	0.81	0.77	0.84
	1.5	5.4	0.75	0.73	0.77
	1.8	6.9	0.68	0.68	0.68
	2	8.0	0.63	0.64	0.61

A l'inverse du cas précédent (§3.3.1) où les grains solides sont micro-isotropes, nous constatons ici, comme illustré dans la Figure 3-24, que les coefficients de Biot b_1 et b_2 sont anisotropes même quand le matériau est isotrope à l'échelle macroscopique ($E_1 = E_2$). Le coefficient b_2 est plus grand que b_1 , contrairement au cas précédent. Le rapport b_2/b_1 diminue lorsque le rapport E_2/E_1 augmente jusqu'à un certain niveau d'anisotropie du matériau (ici à $E_2/E_1 = 1.8$), niveau auquel la tendance s'inverse et où b_1 devient plus grand que b_2 .

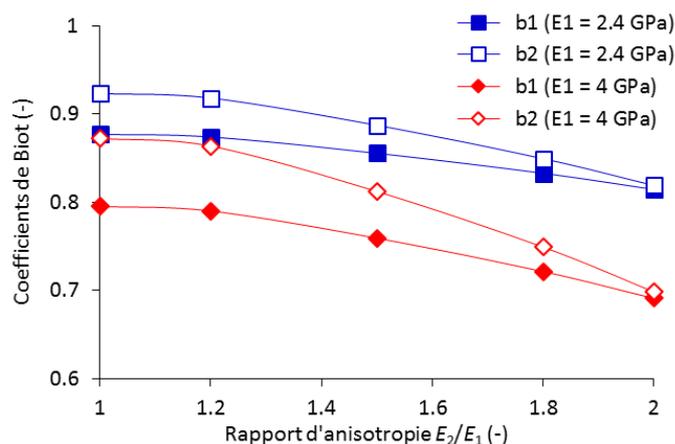


Figure 3-24. Evolution des coefficients de Biot anisotropes b_1 et b_2 dans le cas de grains solides isotropes transverses à l'échelle microscopique.

Les résultats expérimentaux trouvés dans ce travail ont montré une anisotropie des coefficients de Biot b_1 et b_2 avec des valeurs de b_2 supérieures à b_1 . La méthode expérimentale adoptée pour la mesure de b_1 et b_2 a pris en compte toutes les caractéristiques physiques du matériau, sans aucune hypothèse de micro-isotropie.

De ce fait, vu les résultats de l'étude paramétrique ci-dessus et la réponse anisotrope observée dans l'essai sans membrane (mesure de K_s), on en arrive à conclure que les grains solides composant l'argilite du COx ont une certaine anisotropie à l'échelle microscopique.

3.4. Porosité active dans l'argilite du COx

La théorie poroélastique a été développée pour des milieux poreux dans lesquels la distinction entre les phases solide et liquide est claire, comme les grès ou les roches calcaires (e.g. Hart and Wang 1995). L'interaction significative entre l'eau et les minéraux argileux gonflants (smectites) contenus dans la phase argileuse de l'argilite du COx est telle que cette distinction est moins évidente. Le statut de l'eau dans les argilites gonflantes a été récemment étudié dans Menaceur et al. (2016) et une distinction entre l'eau libre mobilisée en poroélasticité, et l'eau liée, dont la mobilisation est moins évidente, a été faite. C'est à partir de cette distinction que l'on établit, dans le manuscrit suivant soumis à la revue Géotechnique, la proportion de porosité active dans la réponse poroélastique de l'argilite du Callovo-Oxfordien.

Active porosity in swelling claystone and shales: insight from the Callovo-Oxfordian claystone.

Malik Belmokhtar¹, Pierre Delage¹, Siavash Ghabezloo¹, Nathalie Conil²

¹ *Ecole des Ponts ParisTech, UR Navier/CERMES, 6-8 av. B. Pascal, F77455 Marne la Vallée cdx 2, France*

² *Andra, Bure, France*

Abstract

In swelling claystones, significant clay-water interactions take place along the faces of the smectites minerals contained in the clay fraction, giving rise to the distinction between free water and adsorbed water. Further insight was recently gained by means of microstructure investigations, showing that the hydration mechanisms of pure or compacted smectites also hold to explain the hydration and swelling behaviour of the Callovo-Oxfordian (COx) claystone, a possible host rock for deep radioactive waste disposal in France. In this rock, the proportion of water molecules adsorbed in intra-platelets pores was recently estimated to around 25% of the total porosity, with 75% of the porosity containing free water. Based on these findings, the data of high precision poroelastic measurements conducted in an isotropic compression cell showed that the porosity to account for a proper calculation of the Skempton parameter is not the total porosity, but the 75% proportion corresponding to free water. This conclusion is believed to be of some interest with respect to the prediction of the rock response around the disposals at great depth, given that hydromechanical numerical simulations are often carried out within the framework of poroelasticity.

3.4.1. Introduction

The status of water in clayey soils and clay rocks (also called mudstones, claystones or shales) is known to be governed by the interactions between the water molecules and the active clay minerals contained in the clay fraction. A distinction is often made between free and adsorbed water, without however any detailed definition about the difference between these two physical states of water. Free water is supposed to have the properties of bulk water (density, viscosity, thermal expansion coefficient,...), whereas this should not necessarily be true for adsorbed water. The state of which is often described in the literature as being governed by clay water interactions governed by the double-layer theory (e.g. Bolt 1956; Jayadeva and Sridharan 1982; Baldi et al. 1988; Schanz and Tripathy 2009).

In the theory of poroelasticity, the state of water is by definition that of bulk water, and poroelastic calculations are made by adopting the physical properties of bulk water, like the unit mass ρ_w (1 Mg/m³) and the compression modulus K_w (2,24 GPa, Spang, (2002)). Similarly, the thermal expansion coefficient α_w and its changes with temperature adopted in thermoporoelastic calculations are that of bulk water (e.g. Baldi et al. 1988). The question as to whether the value of porosity to adopt in poroelastic calculations is the total porosity or that corresponding only to the fraction of free water then arises in clay soils and rocks.

This work is based on the data of two recent works carried out in the same research group about, on the one hand, the status of water in swelling claystones or shales (Menaceur *et al.*, 2016) and, on the other hand, the poroelastic behaviour of the Callovo-Oxfordian (COx) claystone (Belmokhtar et al. 2017). The COx claystone is considered in France as a possible host rock for the long-term disposal of high activity exothermic radioactive wastes at great depth. Further insights into the poroelastic response of the COx claystone is necessary so as to better predict the thermo-hydro-mechanical response around the galleries during the thermal phase of the repository (see Gens et al. (2007)).

3.4.2. Background

Swelling clays and shales have a given proportion of smectite materials in their clay fraction. Clay water interactions in smectites have been investigated in details for a long time by clay mineralogists by using X-Ray diffraction techniques (including Mooney et al. 1952; Méring and Glaeser 1954; Norrish 1954; Bérend et al. 1995; Cases et al. 1997; Tessier et al. 1998; Saiyouri et al. 2004; Ferrage et al. 2005, 2007). Although it is seldom considered in geomechanics, it is now well accepted that the adsorption of water molecules along the surface of smectite minerals during hydration from a dry state is governed by the successive adsorption of 1, 2 and then 3 molecules of water (also called 1W, 2W and 3W hydration states, respectively). The hydration of smectites starts from an initial inter-basal spacing of 9.6 Å at dry state, followed by inter-basal spacings of 12.6, 15.6 and 18.6 Å for 1W, 2W and 3W hydrations, respectively. The number of water layers is controlled by the value of the water potential (or suction) imposed to the smectite specimen, with approximately 1 layer at suction of various hundreds of MPa (12.6 Å basal spacing), 2 layers at suction of various tens of MPa (15.6 Å basal spacing) and 3 layers below 10 MPa (18.6 Å basal spacing). It has also recently been demonstrated that these conclusions, drawn from investigating pure montmorillonites with various cations (e.g. Ferrage *et al.* 2007) and compacted montmorillonites (Saiyouri *et al.* 2000, 2004), also hold along the faces of the smectite minerals contained in the mixed layer illite-

smectite minerals of the clay matrix of the COx claystone (Menaceur *et al.*, 2016). This observation allowed to further define the status of water in the COx claystone based on mercury intrusion porosimetry (MIP) measurements. As commented in more details in Menaceur *et al.* (2016), the porosity intruded by mercury at maximum pressure of 227.5 MPa (equivalent entrance diameter of 5.5 nm) approximately corresponds to the volume of free water contained within the inter-platelets pores, whereas smaller pores (called the infra-porosity) corresponds to the intra-platelets planar voids inside the clay platelets within a clay matrix that constitutes around 50% of the COx claystone. Menaceur *et al.* (2016) showed that the thickness of these intra-platelets planar voids was governed by the smectite hydration mechanisms described above. Another important conclusion drawn by Menaceur *et al.* (2016) is that the number of molecules adsorbed in the COx claystone at natural state is equal to 2 (2W hydration).

Following previous works that proposed for the COx claystone values of the Biot b parameter along a rather large range (between 0.4 and 0.9, Vincké *et al.* 1998, Escoffier 2002, Bemmer *et al.* 2004, Escoffier *et al.* 2005, Homand *et al.* 2004), a better knowledge of the poroelastic properties of the COx claystone has recently been gained by Belmokhtar *et al.* (2016). A detailed determination of the various poroelastic parameters within a transverse isotropic framework (Biot parameters b_1 and b_2 , Biot modulus H , compression modulus of the solid phase K_s) was presented by Belmokhtar *et al.* (2006). Recent contributions on this topic also include Noiret *et al.* (2011) on the Tournemire claystone, Yuan *et al.* (2017) on the COx claystone and Keller (2017) on the Opalinus clay. In a purpose of simplicity and to help in numerical calculations that are most often conducted within an isotropic equivalent framework (Gens *et al.* 2007), equivalent isotropic values have also been proposed. It was shown in Belmokhtar *et al.* (2016) that the equivalent isotropic value of the Biot parameter b of the COx claystone was larger than 0.7.

It was found interesting to bring together the considerations of these two works to gain further understanding about the exact value of the porosity involved in poroelastic calculations in the case of swelling clay rocks, in which a given proportion of pore water is adsorbed and does not have the physical properties of bulk water.

3.4.3. Materials and methods

3.4.3.1. The Callovo-Oxfordian claystone

The Callovo-Oxfordian claystone is a sedimentary rock deposited 155 million years ago over a layer of Dogger limestone in a 150 m thick layer covered by a layer of Oxfordian

limestone. The COx claystone has a very low permeability in the order of 10^{-20} m² (see Escoffier 2005, Homand et al. 2004, Escoffier et al. 2005, Mohajerani et al. 2011, Menaceur *et al.* 2015a), a high adsorption capacity for radionuclides and a low diffusion coefficient delaying solute transfer. For all these reasons, it has been considered as a potential host rock to store high activity radioactive waste at great depth in France.

The clay and carbonate contents of the COx claystone vary with depth (Gaucher et al., 2004). The total porosity of the COx claystone is estimated between 14% in carbonated levels and 19.5% in more argillaceous levels, like at 490 m depth (Yven et al., 2007). The microstructure of the COx claystone has been investigated in more details by Robinet et al. (2015) and Song et al. (2015) by using advanced investigation techniques, like for instance the Focussed Ion Beam techniques (see also Keller et al. 2011 on the Opalinus Clay). At the middle of the COx layer (depth 490 m) where the Bure Underground Research Laboratory (URL) managed by Andra (the French agency for the management of radioactive waste) is located, the COx claystone is characterised by a clay matrix (45-50%) in which are embedded 20-30% carbonates, 20-30% quartz and a small fraction of feldspar. The clay fraction is composed of 10-24% interstratified illite/smectite layers, 17-21% illite, 3-5% kaolinite, 2-3% chlorite (Gaucher et al., 2004). The smectite fraction is responsible for the swelling capacity (e.g. Mohajerani et al. 2011) and excellent self-sealing capacity of the COx claystone (e.g. Davy et al. 2007; Zhang and Rothfuchs 2008; Menaceur et al. 2015a).

The in-situ stress condition at the level of the URL (490 m) has been investigated in details by Wileveau *et al.* (2007), evidencing an anisotropic stress state with a lithostatic vertical stress ($\sigma_v = 12.7$ MPa), a minor horizontal total stress $\sigma_h = 12.4$ MPa close to σ_v , and a major horizontal total stress $\sigma_H = 12.7-14.8$ MPa. The measurement of pore water pressure provided a hydrostatic value of $p_w = 4.9$ MPa.

The specimen tested (EST31912c) was extracted at a depth of 490 m in the Bure URL. It was carefully diamond cored with a diameter of 38 mm from a 80 mm diameter core in the direction perpendicular to the bedding plane, and cut at the required length of 10 mm with a diamond saw. The water content ($w = 7.45\%$) was obtained by weighing before and after oven-drying at 105°C. The porosity (17.6%) was determined from volume measurements by hydrostatic weighing, providing a saturation degree of 94.2%. A suction of 19.7 MPa was measured by using a dew point potentiometer (WP4C, Decagon Devices). This high degree of saturation indicates that little evaporation occurred after coring and corresponds to a good quality sample.

The status of water in the COx claystone

Figure 3-25 shows the pore size distribution (PSD) curve of a sample of the COx claystone extracted at a depth of 490 m (Delage *et al.*, 2014). As explained in more details in Menaceur *et al.* (2016), dehydration was made by freeze-drying after plunging small COx specimens in slush nitrogen at -210°C , following Delage *et al.* (2006). The PSD curve shows that the porosity of the COx claystone detected by MIP is quite well defined around an average entrance diameter of 32 nm, with a mercury intruded porosity of 0.130 compared to a total porosity of 0.174, defining an infra-porosity (not intruded by mercury at maximum pressure) of 0.034. As detailed in Menaceur *et al.*, (2016), this average diameter is characterising the inter-platelets porosity. Based on a simplified brick model of the microstructure proposed by Yven *et al.* (2007), the average 32 nm diameter can be related to an average thickness of 32 nm of the platelets, providing an average number of layers of 21 with a 2W hydration in a sample in which a suction of 21 MPa was measured prior to dehydration.

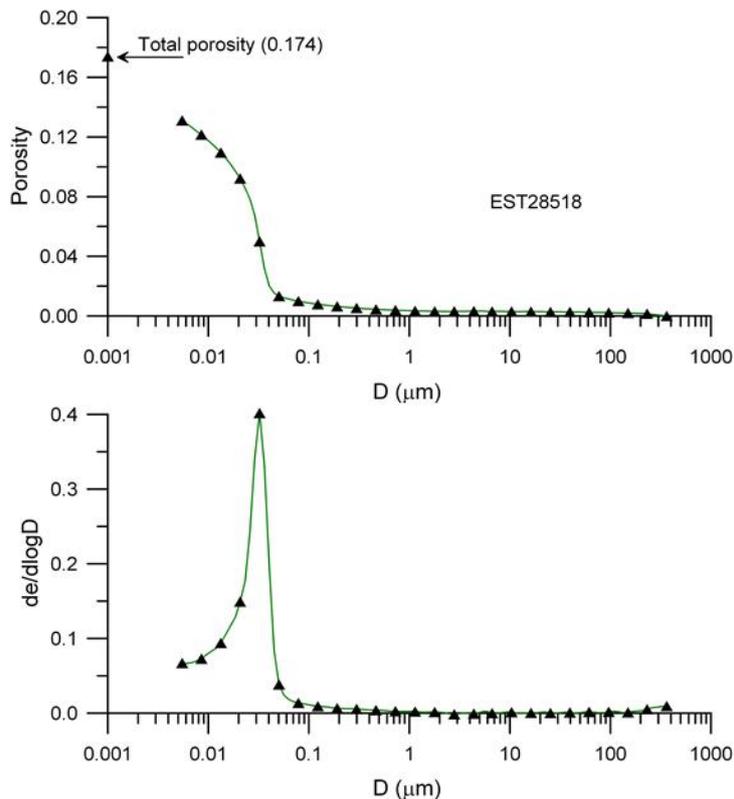


Figure 3-25. MIP pore size distribution of the COx claystone, after (Delage *et al.* 2014b).

As explained in Menaceur *et al.* (2016), the free water contained in the COx claystone is that contained in the inter-platelet porosity defined by the MIP curve of Figure 3-25, and estimated to approximately 75% of the total porosity. The intra-platelet corresponds to the two layers of water molecules adsorbed along the faces of the smectite layers, within the mixed-layer illite-smectite minerals, corresponding to the remaining 25%.

3.4.3.2. Experimental methods

The experimental device used for the investigation of the poroelastic properties of the COx claystone, already described in details in Belmokhtar et al. (2016), is presented in Figure 3-26. It consists in a thermal isotropic compression cell connected to two pressure-volume controllers (PVC, GDS Brand) imposing pressures up to 60 MPa. The sample diameter is equal to 38 mm and a system of axial and radial local strains measurement by mean of LVDTs (Figure 3-26a) are included in the cell. The short height of the sample (10 mm) ensure a short drainage length, allows satisfactory saturation within a reasonable period of time and ensure good drainage in drained compression tests (Monfared et al. 2011; Belmokhtar et al. 2016). Drainage is ensured at sample bottom by a thin geotextile. The sample is wrapped in a specially designed cylindrical neoprene membrane able to continuously envelop the top and lateral face of the sample, with no piston or porous disk on the top of the sample. The membrane is tightly fixed to the bottom base by means of two O-rings.

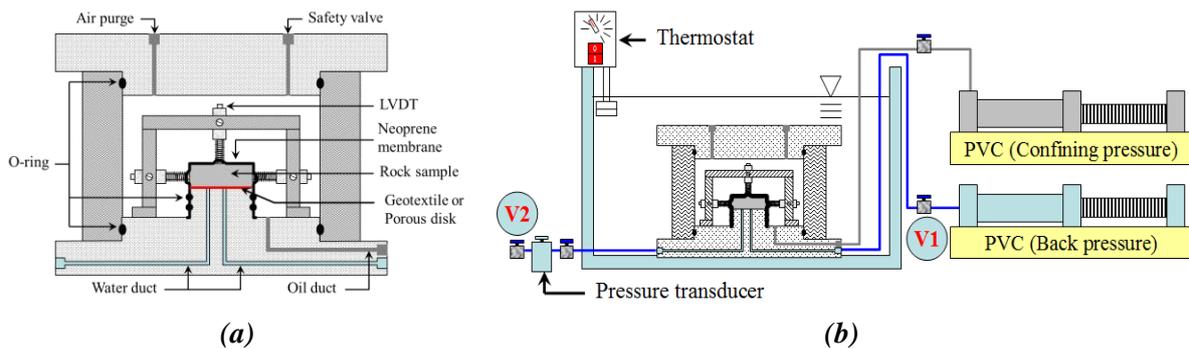


Figure 3-26. (a) Isotropic compression cell; (b) Overall system with controlled temperature bath

As shown in Figure 3-26b, the cell is immersed in a temperature controlled bath to ensure good temperature control ($25^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$, measured by means of a thermocouple). Pore pressure changes in the sample are measured by a pressure transducer (0 to 75 MPa range) placed outside the bath to avoid any perturbation due to the temperature changes in the bath. One of the two ducts connected to the sample bottom is connected to the pressure transducer whereas the other one is connected to the back-pressure PVC, carefully filled by demineralized and de-aired water.

3.4.3.3. Determination of the Skempton coefficient B

The Skempton B coefficient ($B = \Delta u / \Delta \sigma$, Skempton 1954) is determined during an undrained compression test as the ratio of the increment of pore pressure Δu generated by an increase in confining pressure $\Delta \sigma$. In a poroelastic medium, the expression of B is as follows:

$$B = \frac{\frac{1}{K_d} - \frac{1}{K_s}}{\frac{1}{K_d} - \frac{1}{K_s} + \phi \left(\frac{1}{K_w} - \frac{1}{K_s} \right)} \quad (3-46)$$

where ϕ is the porosity, K_d is the drained compression modulus of the sample, K_s that of the solid phase (determined by running an unjacketed compression test) and K_w the compression modulus of water. As commented above, the values of K_w and ϕ considered in the poroelastic framework are those of the free water contained in the porosity of the sample. This holds in porous rocks in which there is no significant interaction between the solid phase and the pore water, like for instance sandstones. It is no longer true in swelling clay rocks in which the physical properties of a given proportion of water are affected by clay water interactions.

As shown by Wissa (1969), Bishop (1976) and Ghabezloo and Sulem (2010), it is actually not feasible to run a perfectly undrained test by closing the valve of the drainage system, because of the parasite effects induced by unavoidable water transfers between the sample pore water and that of the pore drainage system (porous disk and ducts). Bishop (1976) calculated the correction to make, that was also considered by Monfared et al. (2011a) in a hollow cylinder triaxial apparatus developed to test low permeability clay rocks. The corrected value of the B coefficient is provided in terms of compressibilities (with $c_i = 1/K_i$) as follows:

$$B^{cor} = \frac{B^{mes}}{1 + \frac{1}{V(c_d + c_s)} (V_p c_{dp} + V_g c_{dg} - B^{mes} (V_p (c_{dp} + \phi_p c_w) + V_g c_{dg} + V_L (c_w + c_L)))} \quad (3-47)$$

where V is the volume of the sample, V_p , V_g and V_L are the volumes of the porous disk, geotextile and connecting lines, respectively, and c_{dp} , c_{dg} and c_L their drained compressibilities. ϕ_p is the porosity of the porous disk. c_d , c_u , and c_s are the drained, the undrained and the unjacketed compressibilities of the sample, respectively.

Following Monfared *et al.* (2011a), the drained compressibility of the connecting lines and the drained compressibility of the geotextile in equation (3-47) were estimated by performing a calibration test on a dummy metal sample and values $c_L=0.32 \text{ GPa}^{-1}$ and $c_{dg}=9.33 \text{ GPa}^{-1}$ were obtained for the connecting lines and geotextile, respectively, with $V_L=2412 \text{ mm}^3$ and $V_g=113 \text{ mm}^3$, respectively. The sample volume is $V = 11795 \text{ mm}^3$.

The drained bulk compressibility and the unjacketed compressibility of the sample were determined by Belmokhtar et al. (2016) and were equal to $c_d = 0.335 \text{ GPa}^{-1}$ and $c_s = 0.046 \text{ GPa}^{-1}$, respectively. The water compressibility at 25°C is $c_w = 0.447 \text{ GPa}^{-1}$ (Spang, 2002).

3.4.4. Experimental results

3.4.4.1. Saturation phase

The first step consisted in loading the sample at constant water initial content under an isotropic confining stress of 8MPa, close to the in-situ mean effective Terzaghi stress. To do so, the sample was set up on a dry cell, with no water inside the ducts and the drainage system, so as to avoid any contact of the sample with water.

The saturation phase was made under a confining pressure equal to the in-situ effective stress so as to minimize swelling during hydration as done by Monfared *et al.* (2011b) on Opalinus clay and by (Mohajerani et al. 2012), Menaceur *et al.* (2015b) and Belmokhtar *et al.* (2016) on the COx claystone. Vacuum was applied to the valve close to the pressure transducer (V2 in Figure 3-26b) in order to evacuate the air trapped between the membrane and the sample and in the drainage system. The drainage system under vacuum was then saturated with de-aired water injected from valve V2 while valve V1 was closed. Finally, the confining and pore pressures were simultaneously increased up to 12 MPa and 4 MPa respectively.

Figure 3-27 shows that the volumetric strains measured by the LVDTs during the saturation phase. They evidence a slight maximum swelling of 0.05% obtained after 6 h, followed by a subsequent slight decrease and a stabilisation at 0.045%. This limited swelling under hydration is another information on the good quality of the sample that supported little desaturation after coring and trimming, as indicated by a degree of saturation of 94.2%.

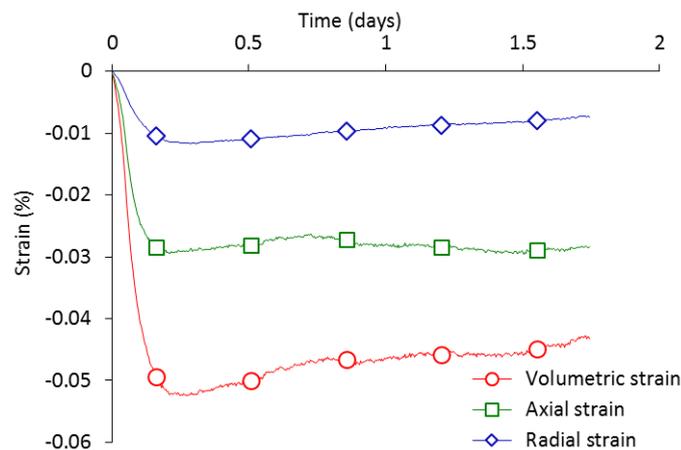


Figure 3-27. Volume changes during the saturation phase (EST31912-c)

3.4.4.2. Hydromechanical path followed

The detailed hydromechanical path followed during the test was aimed at determining the poroelastic parameters of the COx claystone. It has been described in details in Belmokhtar et

al. (2016) and will not be presented again. Only the relevant experimental data providing the two parameters K_d and K_s involved in the poroelastic expression of B (Eq. (3-46)) are presented here. The test consisted in:

- A drained isotropic compression test carried between 12 and 14 MPa with the back pressure maintained equal to 4 MPa to bring the specimen at the required initial stress condition ($\sigma = 14$ MPa, $u = 4$ MPa). The stress rate adopted was equal to 0.5 kPa/min, small enough to ensure satisfactory drainage with the 10 mm drainage length of the device (see Monfared et al. 2011a and Belmokhtar et al. 2016);
- A drained cyclic loading test (rate 0.5 kPa/min) in which the confining stress was decreased to 13.5 MPa and brought back to 14 MPa, to determine the elastic drained compression modulus K_d around 14 MPa, providing a K_d value of 2985 MPa (see Figure 3-28);
- A test in which the pore pressure was changed between 4 and 4.8 MPa under a constant total stress of 14 MPa to determine the Biot modulus H , found equal to 3470 MPa;
- An unjacketed compression tests run by changing simultaneously the pore pressure and the confining pressure between 14 and 16 MPa, providing a value of K_s equal to 21.73 GPa (see Figure 3-29);
- An undrained isotropic compression test in which the confining pressure was decreased from 13.9 MPa to 12.8 MPa while keeping the valve closed and monitoring the changes in pore pressure to determine the Skempton parameter $B = \Delta u / \Delta \sigma$. This test provided a measured value of B^{mes} equal to 0.63 (Figure 3-30).

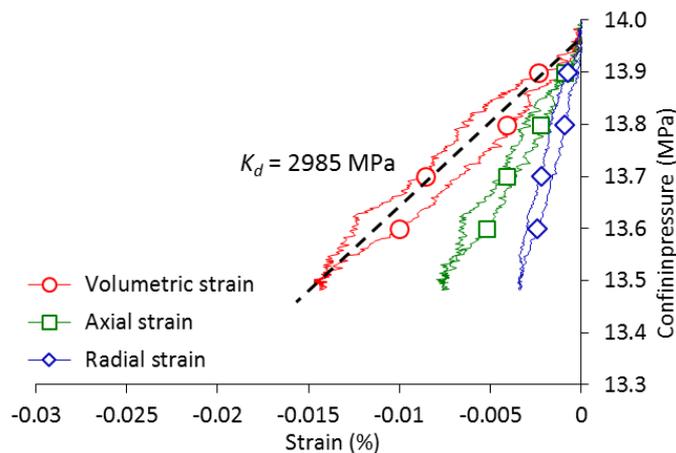


Figure 3-28. Drained isotropic compression test.

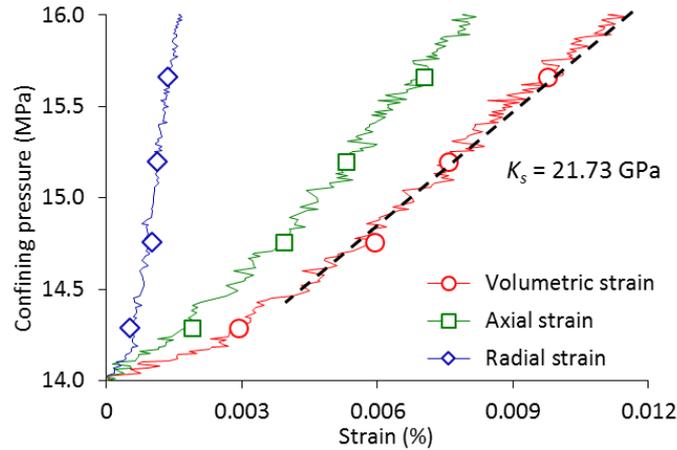


Figure 3-29. Unjacketed test

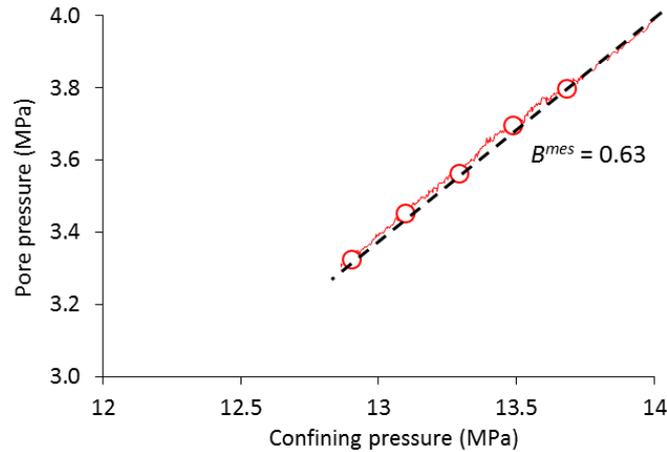


Figure 3-30. Undrained unloading test

3.4.4.3. The Skempton coefficient

The corrected value obtained by using to Equation (3-47) is $B^{cor}=0.84$, comparable to that obtained on the COx claystone by Mohajerani *et al.* (2012) during an isotropic compression test performed in a comparable isotropic cell ($B^{mes} = 0.7$, $B^{cor} = 0.85$) and by Mohajerani *et al.* (2013) in a hollow cylinder cell ($B^{mes} = 0.78$, $B^{cor}=0.87$). The difference between the measured and corrected values is due to the compressibility and to the dead volume V_L of the drainage system, more specifically to the ratio V_L/V (where V is the volume of the sample). Compared to Mohajerani *et al.* (2013), the smaller corrected value obtained in this study is due to the higher V_L/V ratio of 20%, resulting in a difference of 25% between the measured and the corrected value. In Mohajerani *et al.* (2013), the V_L/V ratios were equal to 5% and 7%, respectively, resulting in differences of 18% and 10%, respectively.

3.4.5. Active porosity in the COx claystone

The poroelastic B Skempton parameter depends (Equation (3-46)) on the drained compression modulus of the sample (K_d), and on the compression moduli of both water (K_w)

and solid phase (K_s), together with the porosity ϕ . This relation is valid in porous media in which there is no interaction between water and the solid phase, like for instance in limestones in which a clear distinction can be made between the calcite grains and the water (Lion et al. 2004, Sulem and Ouffroukh 2006, Ghabezloo et al. 2009, Hu et al. 2010). The situation is different in claystones, due to the clay-water interactions that affect a proportion of pore water that can no longer be considered as free water. This adsorbed water has been identified in the COx claystone within the framework of the 2W hydration of the smectites inside the intra-platelet porosity (Menaceur et al. 2016).

In Table 1, the experimental B values obtained in this study and also in Mohajerani et al. (2013) are compared to that calculated by Equation (3-46) by using the total sample porosity. The values obtained show that the B values calculated by using the total porosity provide underestimated values, whereas that calculated by using the estimated free porosity of the COx claystone (75% of the total porosity) provides calculated values in good agreement with the measured ones.

Tableau 3-11. Effect of total and active porosity on the value of the Skempton coefficient B .

	B^{cor}	Total porosity (ϕ_T)		Active porosity (ϕ_{ac})		Measured B
		ϕ_T	B^{calc}	ϕ_{ac}	B^{calc}	
This study	0.84	17.6	0.801	13.2	0.843	0.84
Mohajerani <i>et al.</i> (2013)	0.87	17.7	0.838	13.28	0.873	0.87

This conclusion is actually comparable to that of various authors who worked on cement materials. Scherer et al. (2007) argued that a part of the pore fluid in the microstructure of the cement paste was inactive. Like in this work, they evidenced the existence, on the surface of the solid particles, of a layer of immobile water of about 0.5 nm thickness, also corresponding to two water molecules. Accordingly, they reduced the total porosity of the cement paste for the effect of the thickness of the immobile water. In a similar approach, (Sun and Scherer 2010a, 2010b) excluded the volume of interlayer water in their evaluation of the active porosity of mortar samples. Ghabezloo *et al.* (2008) and Ghabezloo (2010 and 2011) also demonstrated that only a proportion of the total porosity of cement, corresponding to the mercury intruded porosity, was to consider when dealing with its poroelastic response. This extension to claystones of findings on other porous material in which mineral water interactions are also significant confirms the similarity between both materials.

3.4.6. Conclusion

The mechanical response of swelling claystones and shales is known to be influenced by the clay-water interactions along the faces of the smectite minerals present in their clay fraction. This effect is often accounted for in clay soils and rocks by making a distinction between free water and adsorbed water. In geomechanics, clay water interactions are most often accounted for by using the double diffuse layer theory whereas other important results obtained on the hydration mechanisms in smectites minerals from X-Ray diffractometry techniques are less often considered (e.g. Mooney et al. 1952, Ferrage et al. 2007). As demonstrated by these authors and others, it is now well accepted that the hydration of dry smectites under increased suction occurs by the discrete and successive adsorption of 1, 2 and 3 layers of water molecules adsorbed along the faces of the smectite minerals (1W, 2W and 3W hydration).

The results presented in this work come from the recent contribution of Menaceur et al. (2015), who showed that the nW hydration mechanism was also governing the hydration and swelling response of the Callovo-Oxfordian claystone. They also shown that two layers of water are adsorbed along the smectite faces of the clay fraction at initial state. This allowed to make a distinction between free water, located in the inter-platelets porosity and corresponding approximately to 75% of the total porosity, and the adsorbed water located inside the platelets along the smectite faces (25% of the total porosity). This work is also based on the work of Belmokhtar et al. (2016) who determined the full set of poroelastic parameters of the COx claystone.

By comparing the theoretical poroelastic value of the Skempton parameter B to the experimental one obtained from an undrained isotropic compression test, it was shown that the use of the total porosity tended to under-estimate the Skempton parameter. Conversely, considering the inter-platelets porosity determined by mercury intrusion provided compatible values of B . This feature was also demonstrated on the data from the tests carried out on the COx claystone by Mohajerani et al. (2013). Interestingly, this conclusion is compatible with that drawn on cement pastes by Scherer et al. (2007) and Sun and Scherer (2010a and b). Cement materials also are porous materials in which the water/minerals interactions are significant. These findings are expected to bring further insight into the macroscopic consequences of the mineralogical and microstructure features of swelling claystones and shales, evidencing that around 25% of the pore water in the COx claystone does not physically behave like a liquid within the porous medium. These microstructure considerations have clear effect on the macroscopic poroelastic response of the claystone.

3.5. Conclusion

près une étude bibliographique décrivant les quelques résultats concernant les propriétés poroélastiques de l'argilite du Callovo-Oxfordien, ce chapitre a présenté une étude de la poroélasticité de l'argilite conduite sur une cellule de compression isotrope à faible longueur de drainage (10 mm) avec des mesures de grande précision des déformations axiale et radiale de l'éprouvette, permises par un contact direct entre les LVDTs et l'éprouvette.

Ce système a permis une mesure précise des déformations dans un domaine élastique avec de faibles amplitudes de chargement. Nous avons mesuré des coefficients de Biot plus élevés dans le sens des plans de stratification (b_2) que dans le sens perpendiculaire aux plans de stratification (b_1). L'étude paramétrique que nous avons réalisée ainsi que la réponse anisotrope obtenue lors de l'essai sans membrane montrent que ceci est dû à l'anisotropie des grains solides à l'échelle microscopique.

La non-contribution de l'eau interfoliaire dans les couplages hydromécaniques a été montrée par une analyse microscopique et une estimation de la porosité permettant de calculer un coefficient de Skempton théorique équivalent au coefficient mesuré. Cette porosité active, qui représente environ 75% de la porosité totale d'après des résultats de porosimétrie au mercure, est obtenue en soustrayant la porosité interfoliaire de la porosité totale.

Chapitre 4

Caractérisation du comportement mécanique de l'argilite du Callovo-Oxfordien et de l'Argile à Opalinus

Chapitre 4 : Caractérisation du comportement mécanique de l'argilite du Callovo-Oxfordien et de l'Argile à Opalinus

La réalisation d'essais de cisaillement triaxiaux en conditions drainées et/ou non-drainées sur les géomatériaux à faible perméabilité comme les roches argileuses reste un défi. La faible perméabilité peut être la cause de génération de surpressions interstitielles qu'il faut éviter lors d'un essai drainé. Elle peut aussi engendrer l'inhomogénéité des champs de pressions interstitielles au sein de l'échantillon lors d'un essai non-drainé, ce qui peut fausser leur mesure à une des extrémités de l'éprouvette. De plus, la présence de volume morts dans les systèmes de drainage connectés à l'échantillon peuvent parasiter les mesures de pression interstitielle (Bishop 1976; Ghabezloo and Sulem 2010).

Les dimensions des échantillons testés dans des cellules triaxiales standard (38 mm de diamètre et 76 mm de hauteur) sont telles que des temps de saturation considérables sont nécessaires pour leur resaturation. Lors d'essais avec drainage à la base et au sommet de l'éprouvette, le chemin de drainage de 38 mm (moitié de la hauteur de l'échantillon) nécessite d'adopter des taux de cisaillement très faibles pour assurer la dissipation de la pression interstitielle. Pour pallier ce problème, la pratique en mécanique des sols consiste à entourer l'éprouvette de papier filtre afin de réduire le chemin de drainage à 19 mm (rayon de l'échantillon). Un taux de déformation axiale de 1 $\mu\text{m}/\text{min}$, soit $2.0 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ est classiquement utilisé pour les essais triaxiaux (Gibson and Henkel 1954; Bishop and Henkel 1957). Toutefois, le papier filtre n'est pas adéquat sous les hautes pressions auxquelles sont soumises les roches argileuses (Leroueil et al. 1988; Monfared 2011). Sur les roches argileuses à faible perméabilité, des drainages latéraux en fibre de verres ont été utilisés par Wu et al. (1997) sur des échantillons de 25 mm de diamètre. Un drainage latéral (dont la nature n'est pas non mentionnée) a été utilisé par Islam and Skalle (2013) sur des échantillons de la roche argileuse Pierre-1 de 38 mm de diamètre. Ces deux auteurs ont utilisé des taux de déformation de $3 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ et $2 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ respectivement.

Une alternative consiste à réduire le chemin de drainage par l'adoption de formes géométriques diverses telle que la cellule triaxiale à cylindre creux à faible chemin de drainage (10 mm) développée par Monfared et al. (2011a) et utilisée par Menaceur et al. (2015) sur l'argilite du COx. Ce dernier a trouvé un critère de rupture en bonne adéquation avec Hu et al. (2014) qui avaient testé des échantillons de petite taille de l'argilite du COx ayant 20 mm de

diamètre et 20 mm de hauteur drainés par le haut et par le bas, réduisant ainsi le chemin de drainage à 10 mm.

Dans ce chapitre, nous présentons un nouveau dispositif pour la saturation et la réalisation d'essai de cisaillement correctement drainés sur les géomatériaux à faible perméabilité, basé sur l'utilisation d'un géotextile autour de l'échantillon. Après un bref retour sur l'état de l'art concernant les critères de rupture obtenus sur l'argilite du COx et l'Argile à Opalinus, on présente en section 4.2 sous la forme d'un article le développement de ce dispositif et son application sur l'argilite du COx. Le système est également utilisé pour la détermination du critère de rupture de l'Argile à Opalinus¹.

4.1. Critère de rupture des argilites

4.1.1. Argilite du Callovo-Oxfordien

De nombreux essais ont été menés au laboratoire pour la caractérisation des paramètres de couplage hydromécaniques de l'argilite du COx (incluant Chiarelli 2000; Chiarelli et al. 2003; Bemmer et al. 2004; Hoxha et al. 2007; Pham et al. 2007; Zhang et al. 2012; Hu et al. 2014; Menaceur et al. 2015; Menaceur et al. 2016a). Le comportement mécanique de l'argilite dépend de sa composition minéralogique, qui varie en fonction de la profondeur (Gaucher et al. 2007; Hu et al. 2013; Armand et al. 2016), de sa porosité, du degré de saturation des éprouvettes testées (Zhang and Rothfuchs 2004; Pham et al. 2007) et de la nature du drainage (Menaceur et al. 2015, Hu et al. 2014).

L'effet de la teneur en eau est montré sur la Figure 4-1 où l'on observe, sur des essais de compression simple conduits sur des éprouvettes à différentes succions imposées, que la résistance à la compression simple croît avec l'augmentation de la succion et la diminution de la teneur en eau (Figure 4-1a, Pham et al. 2007). Ces auteurs trouvent aussi que le module de Young varie de 5.8 à 12 GPa pour une variation de succion de 2.7 à 115.2 MPa. Un résultat similaire a été trouvé par Zhang et al. (2012, Figure 4-1b) sur des essais de compression simple sur des petites éprouvettes, mais avec des modules plus faibles. On observe également que le module élastique mesuré dans la direction parallèle au litage est plus grand que celui mesuré dans la direction perpendiculaire.

¹ Il est à noter que la caractérisation mécanique de l'Argile à Opalinus a été complétée par une série d'essais de compression simple présentée en Annexe à la fin du rapport, dans laquelle on montre que la résistance à la compression simple d'éprouvettes équilibrées à 90% HR dépend de la vitesse de déformation axiale.

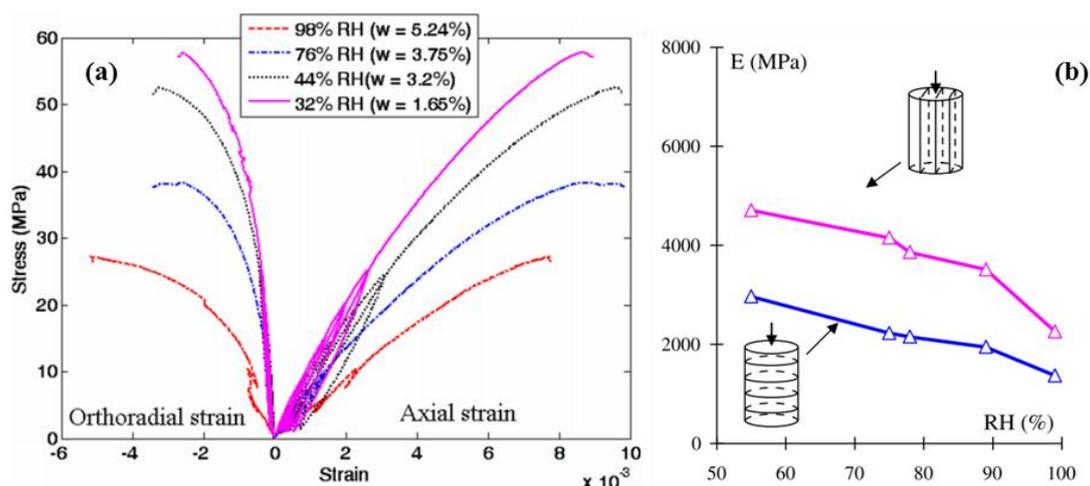


Figure 4-1. (a) Effet de la saturation sur la résistance à la compression simple (Pham et al. 2007). (b) Anisotropie et évolution du module élastique en fonction de la saturation (Zhang et al. 2012).

Les valeurs moyennes présentées dans le Tableau 4-1 (Armand et al. 2013a) sont considérées comme valeurs de référence par l'Andra et prises en compte dans les calculs numériques (Gens et al. 2007; Jia et al. 2009; Charlier et al. 2013; Pardoen and Collin 2016).

Tableau 4-1. Caractéristiques de l'argilite du COx à 490 m de profondeur (Armand et al. 2013a).

Module de Young	4000 ± 1470 MPa
Coefficient de Poisson	0.29 ± 0.05
Résistance à la compression uniaxiale	21 ± 6.8 MPa
Porosité	18 ± 1 %
Perméabilité intrinsèque	5×10^{-20} m ²
Coefficient de Biot	0.6

Les données publiées concernant le comportement déviatorique de l'argilite du COx sont assez dispersées. La variabilité minéralogique de la roche en est un des facteurs principaux. En effet, les échantillons testés proviennent de différentes unités géologiques et donc ils ont des compositions minéralogiques différentes (voir Hu et al. (2013)), sachant par exemple que la roche est moins résistante dans la zone la plus argileuse dans laquelle la proportion de calcite est moins forte. Menaceur et al. (2015) ont résumé sur un plan q - p' un ensemble de résultats présentés dans la bibliographie concernant la résistance au cisaillement triaxial de l'argilite du COx. Ces données ont été complétées ici en considérant également des résultats de Andra (2005) rappelés dans Armand et al. (2013), et des données d'Armand et al. (2016). L'ensemble des résultats est présenté sur la Figure 4-2.

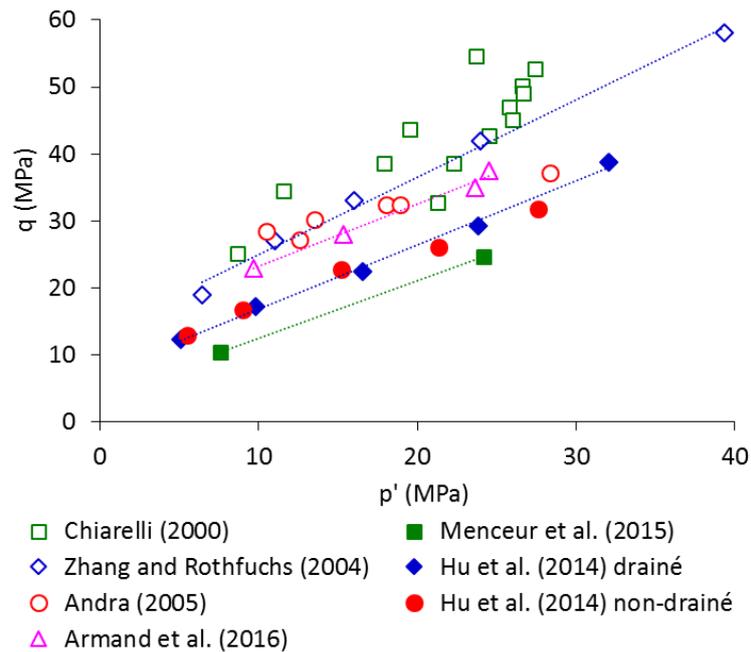


Figure 4-2. Résistances au cisaillement triaxial présentées dans la bibliographie.

En plus de la variabilité minéralogique, les protocoles expérimentaux sont d'une importance manifeste pour la bonne définition du critère de rupture, notamment en ce qui concerne la saturation préalable des échantillons et l'application de bonnes conditions de drainage. Les résultats de Chiarelli (2000) sont parmi les premiers publiés, à une époque où les conditions de saturation initiale n'étaient pas nécessairement prises en compte, et les échantillons testés avaient des degrés de saturation variant en général entre 70 et 90%. Or, il a été mis en évidence plus tard par Zhang and Rothfuchs (2004), Pham et al. (2007) et Zhang et al. (2014) que le comportement mécanique de ce type de roche était sensible au degré de saturation, ce qui explique que les valeurs à la rupture de Chiarelli (2000) soient situées au-dessus des autres valeurs. Les conditions de drainage adoptées apparaissent également peu satisfaisantes avec une vitesse de cisaillement en déformations axiales contrôlées de $6 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ avec un chemin de drainage de 50 mm.

Zhang and Rothfuchs (2004) ont réalisé leur série d'essais sur des échantillons préalablement équilibrés à une humidité relative de 94% avec des taux de déformations de $6.5 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ avec un chemin de drainage de 40 mm, sans contrôle de pression interstitielle. Ni les conditions de saturation ni celles de drainage ne semblent être satisfaisantes. Mais le critère de rupture obtenu est mieux aligné que celui de Chiarelli (2000). Les essais présentés dans le rapport Andra (2005) n'ont pas été décrits en détail. Il semble toutefois que leurs degrés de saturation soit inférieur à celui de Zhang and Rothfuchs (2004), vu que leurs résistances sont plus hautes. Armand et al. (2016) ont réalisé leurs essais avec un protocole bien répétitif en

prenant des échantillons provenant d'une même profondeur, équilibrés à 90% d'humidité relative avant la mise en cellule triaxiale. Ils n'ont pas réalisé une phase de saturation avec contrôle de pression interstitielle. Leur taux de cisaillement était de $1.0 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ probablement élevé pour assurer la condition drainée.

Hu et al. (2014) ont eu recours à de petits échantillons (20 mm de hauteur et 10 mm de diamètre) de 12% de porosité drainés par le haut et le bas, avec un chemin de drainage de 10 mm. Ils ont assuré une phase de saturation préalable sous confinement avec une pression interstitielle de 1.5 MPa. Ils ont appliqué la contrainte déviatorique avec un taux de déformations de $1.0 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$. Ils retrouvent un critère de rupture bien aligné avec une bonne correspondance entre les essais drainés et non drainés. Le critère est situé en-dessous de tous les critères obtenus avec échantillons non complètement saturés. En testant au cylindre creux des échantillons bien saturés et bien drainés avec un chemin de drainage de 10 mm, Menaceur et al. (2015) retrouvent la même tendance que Hu et al. (2014), avec des points situés plus bas. Ceci a été relié à la porosité plus forte (17%) des échantillons de Menaceur et al. (2015) (Figure 4-2).

Les critères alignés trouvés par différents auteurs (Andra (2005), Hu et al. (2014), Menaceur et al. (2015) et Armand et al. (2016)) sont positionnés sur des lignes parallèles donnant un angle de frottement équivalent d'environ 21° . En revanche la cohésion diffère avec des valeurs plus élevées pour les échantillons non-saturés. Cette tendance connue sur les sols non saturés illustre l'effet de cimentation dû à la succion.

4.1.2. Argile à Opalinus

Plusieurs campagnes d'essais ont été menées pour la détermination des paramètres mécaniques de l'Argile à Opalinus. Toutefois, la différence entre les différents protocoles expérimentaux génère une dispersion des résultats, notamment en ce qui concerne la résistance à la compression uniaxiale et triaxiale (Giger and Marschall 2014). La dépendance du comportement mécanique vis-à-vis de la teneur en eau a été mise en évidence, ainsi que l'effet de l'anisotropie structurelle, comme le montrent les données de résistance en compression simple (UCS) de la (Figure 4-3) (P-orientation correspond aux échantillons parallèles au litage, S-orientation aux échantillons perpendiculaire au litage ; X- et Z-orientation sont des échantillons carottés avec un angle de 30° et 45° respectivement).

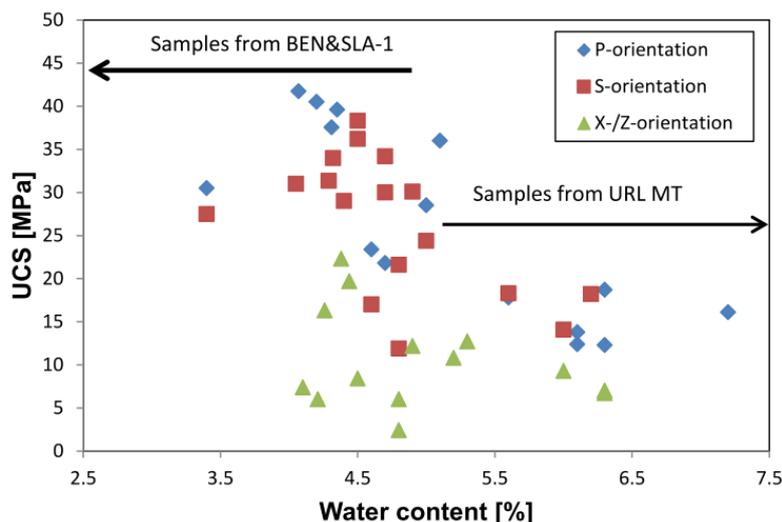


Figure 4-3. Résistance à la compression simple de l'Argile à Opalinus (Giger and Marschall 2014).

Les différents essais réalisés sur des échantillons provenant du laboratoire de Mont Terri (275 m de profondeur) ou de Benken (605 m) et Schlattingen-1 (890 m) montrent la variation de la rigidité et de la résistance en fonction de la porosité et de la profondeur. Les échantillons de Mont Terri ont une porosité plus élevée et une rigidité et une résistance plus faibles que Benken et Schlattingen-1 (Giger and Marschall 2014). De ce fait, différents paramètres hydromécaniques sont adoptés pour les calculs numériques comme donné dans le Tableau 4-2 par Giger and Marschall (2014). De plus, ces paramètres mettent en évidence une anisotropie transverse qu'il convient de considérer dans les calculs.

Tableau 4-2. Tableau récapitulatifs des paramètres hydromécaniques de l'Argile à Opalinus proposés par (Giger and Marschall 2014).

Paramètre	Profondeur < 400 m		Profondeur > 400 m	
	Parallèle (//)	Perp. (⊥)	Parallèle (//)	Perp. (⊥)
Densité (Mg/m ³)	2.43		2.52	
Densité des grains (Mg/m ³)	2.71			
Teneur en eau (%)	6.4		4.5	
Porosité (%)	16		11	
Module de Young (MPa)				
Drainé	2000		4000	
Non-drainé	8000	4000	18000	9000
Coefficient de Poisson (-)	0.35	0.25	0.27	0.27
Résistance à la compression (MPa)	17	18	33	31
Résistance à la traction (MPa)	1.1	1.8	1.4	2.7
Coefficient de Biot (-)	0.8		0.8	

La difficulté de réaliser des essais triaxiaux drainés sur des échantillons saturés a conduit à adopter des conditions non-drainées dans la plupart des essais présentés dans la bibliographie. La Figure 4-4 présente les résistances au pic d'échantillons de Mont Terri dans le plan $q-p'$ rassemblées par Giger and Marschall (2014). Les résistances dans les deux directions parallèle (P) et perpendiculaire (S) au litage sont reportées sur le même graphe.

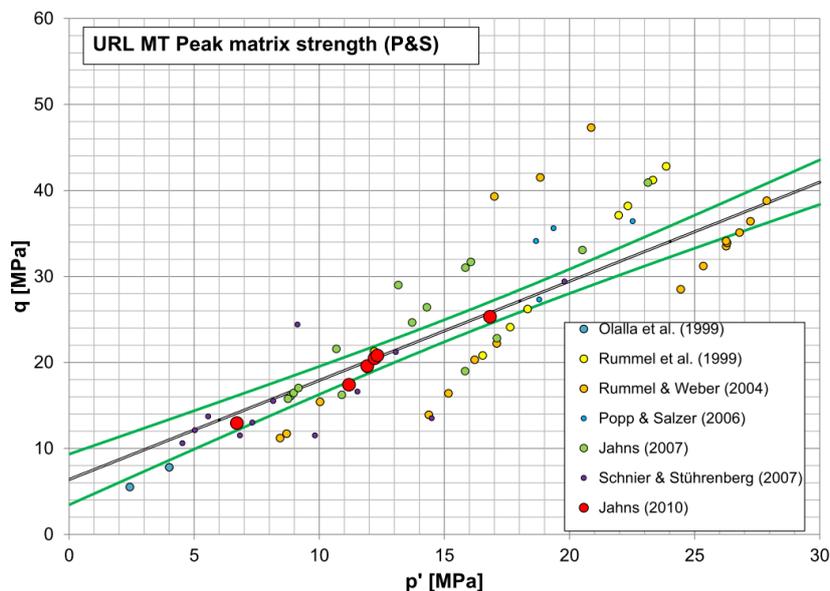


Figure 4-4. Résistances au pic mesurées sur l'Argile à Opalinus de Mont Terri (Giger et Marschall, 2014)

Les résultats de l'anisotropie des résistances suivant l'axe de l'échantillon sont contradictoires, certains mettent clairement en évidence une anisotropie (Naumann et al. (2007), Gräsle (2011)), certains n'en trouvent pas (Popp and Salzer 2007; Wild et al. 2015 et Favero 2017).

La dispersion observée dans les résultats est reliée aux protocoles expérimentaux, à commencer par la saturation préalable jusqu'aux conditions de drainage qui dépendent du taux de déformations axiales adopté. Comme pour l'argilite du COx, la teneur en eau joue un rôle important qui confirme la nécessité de bien saturer les échantillons avant cisaillement. Le taux de cisaillement a lui aussi un rôle important comme montré par Jahns (2013) qui trouve une différence d'au moins 25% entre une résistance mesurée avec un taux de déformations (rapide) de 10^{-4} s^{-1} ($q_{max} \approx 65 \text{ MPa}$) et un taux de 10^{-7} s^{-1} ($q_{max} \approx 53 \text{ MPa}$).

Les derniers résultats en date ont été obtenus par Wild (2016), Favero (2017) et Giger et al. (2017). Les essais sont réalisés avec soin et nous les résumons ici et représentons sur un même plan $q-p'$ (Figure 4-5). Les caractéristiques initiales et conditions d'essai sont présentées dans le Tableau 4-3.

Tableau 4-3. Caractéristiques initiales et conditions d'essai de Wild (2016), Favero (2017) et Giger et al. (2017).

	Wild (2016)	Favero (2017)	Giger et al. (2017)
Teneur en eau (%)	6.9	6.2	5.3 – 6
Porosité (%)	16.9	17.1	12 – 15
Phase de saturation	Oui	Oui	Non (consolidation)
Diamètre (mm)	68	50	19
Hauteur (mm)	136	100	38
Chemin de drainage (mm)	68	50	<19
Taux de déformation non-drainé/drainé (s ⁻¹)	10 ⁻⁶ /10 ⁻⁸	3×10 ⁻⁸	2×10 ⁻⁷

Wild (2016) a réalisé 3 essais drainés avec un axe d'éprouvettes parallèle au litage, 3 essais non-drainés avec l'axe perpendiculaire au litage et 9 essais non-drainés avec l'axe parallèle au litage. Les échantillons ont 68 mm de diamètre et 136 mm de hauteur. Le taux de déformation utilisé pour les essais drainés est de 10⁻⁸ s⁻¹ pour un chemin de drainage de 68 mm, tandis que pour les essais non-drainés le taux de déformations était de 10⁻⁶ s⁻¹.

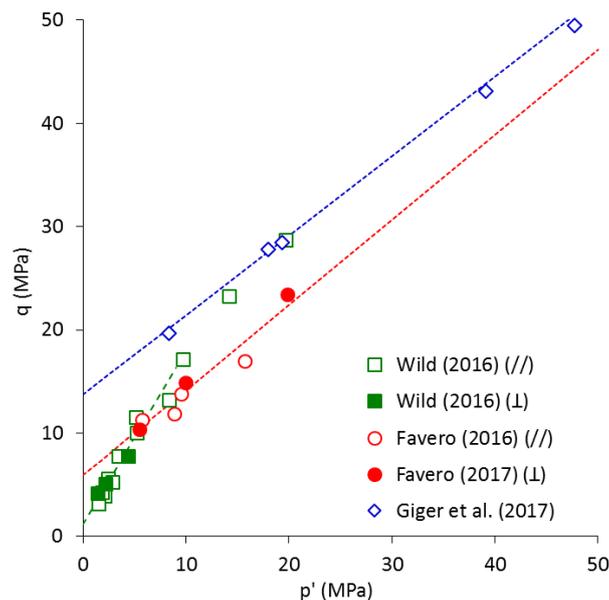


Figure 4-5. Critère de rupture récent d'Argile à Opalinus.

Favero (2016) a réalisé ses essais sur des échantillons de 50 mm de diamètre et 100 mm de hauteur. Le taux de cisaillement adopté est de 3×10⁻⁸ s⁻¹ pour un chemin de drainage de 50 mm. La phase de saturation est réalisée sous gonflement nul en augmentant par petits paliers la pression interstitielle et en ajustant la contrainte de confinement pour éviter tout gonflement engendré par l'augmentation de pression interstitielle.

Giger et al. (2017) ont testé des échantillons de 19 mm de diamètre et 38 mm de hauteur provenant du site de Lausen à 33 m de profondeur en condition non-drainée. La teneur en eau initiale variait entre 5.3 et 6% et la porosité entre 12 et 15%. Ils ont utilisé un taux de cisaillement $2 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ déterminé par la mesure du coefficient de consolidation de la roche. Leur cellule permet l'application de vraies conditions non-drainée grâce à l'inexistence de conduits de drainage et la mesure de la pression interstitielle directement sur la face de l'échantillon (Ewy et al. 2003). De ce fait, la phase de saturation préalable n'est pas réalisée sous pression interstitielle élevée. Les échantillons sont d'abord équilibrés à des humidités relatives de 92 à 98% et puis mis sous pression jusqu'à ce que la pression interstitielle mesurée devienne positive.

Par rapport aux résultats montrés sur la Figure 4-4, les résultats de la Figure 4-5 sont mieux alignés et représentent un meilleur critère de rupture. Les résultats de Favero et al. (2016) se situent sur une ligne parallèle à celle de Giger et al. (2017) et donnent un angle de frottement interne équivalent d'environ 19° . Les résistances au pic obtenues par Favero (2016) sont plus faibles. Cela pourrait être expliqué par un effet de la porosité, vu que les échantillons de Favero et al. (2016) sont plus poreux ($\phi = 17\%$). Mais le fait que les résistances obtenues par Wild (2017) à des contraintes de confinement supérieures à 5 MPa rejoignent le critère de Giger et al. (2017) montre que l'effet de la porosité n'est pas suffisant pour tout expliquer.

4.2. Nouveau protocole pour les essais triaxiaux drainés ; application à l'argilite du Callovo-Oxfordien

Dans cette section, nous présentons un nouveau protocole expérimental pour la réalisation d'essais triaxiaux drainés sur les géomatériaux à faible perméabilité. Comme nous l'avons évoqué plus haut dans les méthodes expérimentales, il consiste en l'ajout d'un géotextile comme élément de drainage latéral pour accélérer la phase de saturation et favoriser le drainage. Un calcul numérique hydromécanique couplé a été réalisé pour le choix de taux de cisaillement drainé. Un essai de faisabilité sur un grès étudié auparavant par Ghabezloo et Sulem (2009) a été réalisé pour la validation de la méthode. Le protocole a été testée sur deux échantillons de l'argilite du COx. Cette section est écrite sous format d'un manuscrit en anglais soumis à la revue Int. J. Rock Mech. Min. Sc.

Drained triaxial tests in low permeability claystones and shales.

Malik Belmokhtar¹, Pierre Delage¹, Siavash Ghabezloo¹, Nathalie Conil²

¹*Ecole des Ponts ParisTech, Laboratoire Navier/CERMES, 6-8 av. B. Pascal, F77455 Marne la Vallée, France.*

²*Andra, Bure, France.*

Abstract

Drained triaxial testing of low permeability claystones (10^{-20} m²) is a difficult challenge. This paper presents a method of testing low permeability clayey rocks in a standard triaxial cell by means of an enhanced drainage and by adopting an adequate strain rate. In this system, the drainage length was reduced to 19 mm (the specimen radius) by placing two geotextiles around the top and the bottom parts of the specimen. To optimize sample resaturation, each geotextile was connected to a porous stone on top and bottom, with no connection between them. This disposition also allowed for high precision local measurements of radial strains by ensuring direct contact between the LVDT rod and the specimen through the membrane. A poroelastic numerical calculation was carried and it was shown that a strain rate of 6.6×10^{-8} s⁻¹ was satisfactory to ensure good drainage when shearing claystone samples. After a check made by testing a well know sandstone, two tests carried out on the Callovo-Oxfordian claystone, a possible host rock for deep geological disposal in France, showed good compatibility with published data from other devices allowing for proper drainage.

Keywords: Triaxial testing, low permeability, claystone, drainage length, strain rate, poroelasticity.

4.2.1. Introduction

Geological deep formations are considered as possible natural barriers in the framework of multi-barriers concept used for long term disposal of high level radioactive wastes. Some European countries selected low permeability and low porosity rocks, according to the geology of the country. In Sweden (in the Aspo Hard Rock Laboratory - HRL) and Switzerland (in the Grimsel Underground research laboratory - URL) diorite and granite formations are considered, respectively, whereas claystones and clays are considered, namely the Callovo-Oxfordian (COx) claystone in France (investigated in the Bure URL by Andra, the French Agency for the management of radioactive wastes), the Opalinus Clay in Switzerland (investigated in the Mont Terri URL by Nagra, the Swiss Agency for the management of radioactive wastes) and the Boom clay in Belgium (investigated in the Mol URL by the Euridice research organisation).

The COx claystone and the Opalinus Clay are clayrocks, with stiffness more than 10 times larger than that of Boom clay, a stiff clay (Gens et al. 2007; Delage et al. 2010).

The very low permeability of clays and claystones (permeability k in the order of 10^{-19} for clays and 10^{-20} m^2 for claystones) is an essential feature for the safe confinement of radioactive wastes. However, low permeability results in significant difficulties in the hydro-mechanical testing of claystones. Indeed, fully drained triaxial testing with standard triaxial claystone specimens (height of 76 mm and diameter of 38 mm) requires quite slow shearing rates that result in long testing periods. Also, previous saturation of the claystone samples, that are often partially saturated due to the successive processes of coring, transport, conservation and trimming in the laboratory (Monfared et al., 2011a; Ewy, 2015), can be somewhat long. Claystones are quite sensitive to changes in water content, as observed by Chiarelli et al. (2003), Valès et al. (2004), Zhang and Rothfuchs (2004), Pham et al. (2007) and Zhang et al. (2012). As quoted by Menaceur et al. (2015), the differences in testing procedures with respect to partially saturated states of the samples and to the quality of the drainage ensured during tests are one of the reasons, beside natural variability, of the scattering observed when considering the shear strength properties of claystones. In porous geomaterials, partial saturation result in over-estimating the shear strength whereas poor drainage over-estimates the Young's modulus. Furthermore, the long duration of the resaturation process in standard triaxial test drained on top and bottom with a drainage length of 38 mm (mid-height of standard triaxial sample) makes it difficult to carry out fully drained tests in properly saturated samples within a reasonable period of time.

In this regard, the hollow cylindrical triaxial apparatus (hollow cylinder samples of 100 mm external diameter, 60 mm internal diameter and 70 mm height, with drainage ensured on both the inner and outer faces) developed by Monfared et al. (2011) allowed to reduce the drainage length down to half the thickness of the hollow cylinder, say 10 mm. Hu et al. (2014) adopted small-sized triaxial specimens (20 mm in height and diameter) drained on top and bottom, resulting in a drainage length of 10 mm as well (half the height of the specimen). This reduced drainage length, four times smaller than standard triaxial drainage length (38 mm), allows to reduce the pore pressure diffusion rate by a factor of 16 compared to standard triaxial specimens (Monfared et al., 2011). As shown by Monfared et al. (2011), Mohajerani et al. (2013), Menaceur et al. (2015) and Menaceur et al. (2016) in the hollow cylinder triaxial cell and by Hu et al. (2014) in the small-sized triaxial cell, the 10 mm drainage length allowed to achieve satisfactory saturation within several days. Reasonable results of fully saturated and

drained isotropic compression tests have also been obtained on the COx claystone with a 10 mm high specimen drained at bottom, also resulting in a 10 mm drainage length (Mohajerani et al. (2012), Belmokhtar et al. (2016)). Satisfactorily drained tests allowed Belmokhtar et al. (2016) to provide a compatible set of poroelastic Biot parameters accounting for the transverse isotropic nature of the COx claystone.

Together with the drainage length, the value of the strain rate adopted in triaxial shear tests is of crucial importance with respect to the quality of the drainage ensured. A typical strain rate adopted in Soil mechanics to test standard triaxial specimens of clay (k around 10^{-19}m^2) with radial drainage ensured by placing filter papers around the vertical faces of the specimen (hence ensuring a 19 mm drainage length), is $1 \mu\text{m}/\text{minute}$, say $2.0 \times 10^{-7} \text{s}^{-1}$ (Gibson and Henkel 1954; Bishop and Henkel 1957). Menaceur et al. (2015) quoted some values found in the literature for the COx claystone, of lower permeability than that of clays. Zhang and Rothfuchs (2004) run shear tests on sample of the COx claystone ($k = 10^{-20} \text{m}^2$) of 40 mm in diameter and 80 mm in height, with a drainage length of 40 mm, with a strain rate of $6.5 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$, probably to high. Conversely, Hu et al. (2014) and Menaceur et al. (2015) obtained compatible failure criteria with a drainage length of 10 mm using shearing rates of $1.0 \times 10^{-7} \text{s}^{-1}$ and $0.9 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$, respectively, on COx specimens of same porosity (13%).

In this study, a high precision triaxial testing system with enhanced drainage aimed at testing standard triaxial specimens of claystone and low permeability rocks (38 mm in diameter and 76 mm in height) is presented. Enhanced drainage is ensured by adding a lateral drainage by enveloping the rock specimen with two bands of geotextile placed at bottom and top of the sample with no connection between them, resulting in a drainage length of 19 mm (i.e. the specimen radius). The relevant strain rate to make drained tests are estimated by numerical calculations, in a poroelastic framework. High precision of strain measurements are ensured by allowing direct contact through the membrane between the stems of LVDTs and the specimen. After a check test conducted on a low permeability sandstone, the system is used to determine the shear strength properties of the COx claystone.

4.2.2. Material and methods

4.2.2.1. The Callovo-Oxfordian claystone

The specimens of the Callovo-Oxfordian claystone tested (core EST51338) were extracted at a depth of 490 m at the level of the Andra Underground Research Laboratory, located in Northeast of France near the village of Bure. The COx claystone is a 155 million

years old sedimentary rock, with a layer thickness of about 150 m, covered by an Oxfordian limestone layer and deposited upon a Dogger limestone layer. At the level of extraction, the COx is composed mostly of clays (45-50%, with 10-24% interstratified illite/smectite layers, 17-21% illite, 2-3% chlorite) and contains also 28% carbonate, 23 quartz and 4% of other minerals (Gaucher et al., 2004). The mixed layer illite-smectite fraction in the clay matrix provides to the COx claystone some swelling properties (e.g. Mohajerani et al., 2012; Delage et al., 2014) and interesting self-sealing capabilities (Davy et al., 2007; Zhang, 2011; Menaceur et al., 2015b). The clay and carbonate contents of the COx claystone vary with depth, with total porosity between 14% in carbonated levels and 19.5% in the more argillaceous levels (Yven et al., 2007), like that in which the URL has been excavated.

The in-situ state of stress in the Bure URL was investigated in detailed by Wileveau *et al.* (2007), providing a vertical lithostatic total stress $\sigma_V = 12.7$ MPa, major horizontal stress $\sigma_H = 12.7-14.8$ MPa, minor horizontal stress $\sigma_h = 12.4$ MPa and hydrostatic pore pressure $p_w = 4.9$ MPa. Typical characteristics of the COx claystone are a very low permeability (in order of 10^{-20} m²) (Escoffier, 2002; Davy et al., 2007; Zhang, 2011; Menaceur et al., 2015a, 2015b), a good ability to retain radionuclides and a low diffusion coefficient, resulting in very slow solute transfer.

The two specimens tested in this study (EST51338a and b) come from a 80 mm diameter core oriented perpendicular to the bedding plane. They were trimmed from the core by using a diamond core of 38 mm diameter, prior to be cut at the required length (around 76 mm) by using a diamond saw. The water content was determined on two slices cut on top and bottom of the specimen by oven drying at 105°C during 48 hours. The sample volume was determined by hydrostatic weighing to calculate the total porosity and the initial degree of saturation.

The initial characteristics of the specimen are presented in Tableau 4-4. The water content was found equal to 5.97%, corresponding to a degree of saturation of 87.9%, considering a particle density $\rho_s = 2.70$ Mg/m³ (Andra, 2005). A suction measurement was carried out on some the cuttings of the specimen by using a chilled mirror tensiometer (WP4C, Decagon), providing a value of 36.2 MPa, in good agreement with the water retention curves provided by Pham et al. (2007) and Wan et al. (2013). These data indicate a good preservation of the specimen.

Tableau 4-4. Initial characteristics of the tested specimens.

ID Ech.	w (%)	ρ (Mg/m ³)	ρ_d (Mg/m ³)	e	S_r (%)	ϕ (%)	Suction (MPa)
EST51338a	5.97	2.41	2.27	0.19	87.9	16.2	36.2
EST51338b	5.97	2.41	2.27	0.19	87.9	16.2	36.2

4.2.2.2. Experimental setting

The principle of the apparatus is shown in Figure 4-6. It consists of a conventional high pressure triaxial cell hosting a standard sample of 38 mm in diameter and 76 mm in height, with enhanced drainage conditions ensured by adding a lateral drainage as indicated in Figure 4-6. Two bands of geotextile in contact with the upper and lower porous stones were placed around the sample at mid-height, reducing drainage length to the specimen radius, say 19 mm. The drainage performances of the geotextile under pressure has been checked by Monfared (2011) and it has already been used as lateral drainage in several studies carried out in the hollow cylinder triaxial cell (Monfared et al. 2011, Mohajerani et al. 2012 and Menaceur et al. 2016).

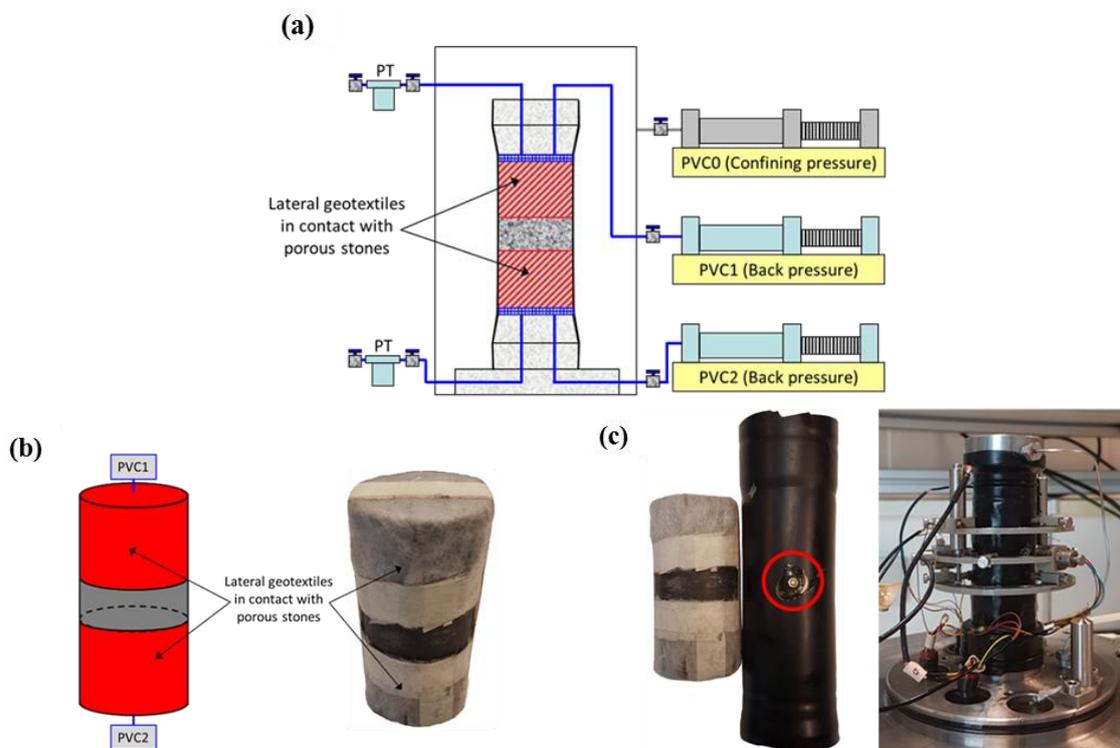


Figure 4-6. Triaxial system : (a) Schematic view, (b) Geotextiles around the sample, (c) Strain measurement system.

At mid-height of the sample, a layer of around 1 cm was left without any geotextile in contact so as to avoid any connection and water exchange between the upper and lower geotextiles. Both geotextiles were connected to two pressure-volume controllers (GDS brand, PVC1 to the upper geotextile, PVC2 to the lower one (see Figure 4-6c). This disposition also permitted to ensure direct contact between the specimen and the stems of the four radial LVDTs used for the local measurement of radial strain (see Figure 4-6c). The efficiency of the direct contact between the LVDT and the specimen has been demonstrated in Belmokhtar et al. (2016) and a precision of $\pm 0.1 \mu\text{m}$ was obtained. Two axial LVDTs were supported by a system of rings as shown in Figure 4-6c, following the system adopted in Monfared et al. (2011).

In addition to the two PVCs used for pore pressure control, a PVC (PVC0) was used to apply a confining stress up to 64 MPa. An impermeable neoprene membrane was used to insulate the specimen from the confining fluid (silicone oil). The shear strain rate was controlled by using a loading frame with a capacity of 25 tons. The axial force was directly measured by an immersed force sensor with a maximum capacity of 25 kN.

The cell temperature was controlled at $25^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$ by a resistive electric heating belt placed around the cell. The sample temperature was measured by a thermocouple placed close to the sample inside the metallic confining cell (stainless steel). Thermal isolation was increased by covering the cell with an insulating layer.

4.2.3. Drained shear rate

Together with the drainage length, the value of the strain rate adopted in triaxial shear tests is of crucial importance with respect to the quality of drainage. Typically, in fine-grained soils, a strain rate of $1 \mu\text{m}/\text{min}$, ($2.2 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$) is adopted in standard triaxial specimens (78 mm height and 38 mm diameter, permeability of around $k = 10^{-17} \text{ m}^2$). In fine-grained soils, the drainage length is reduced to 19 mm (sample radius) by placing filter papers all around the vertical faces of the specimen. Filter papers are connected to sample ends to accelerate consolidation and pore pressure dissipation (Gibson and Henkel 1954; Bishop and Henkel 1957). It is found that despite the use of very slow loading rates, some excess pore pressures are generated in the sample (Monfared et al. 2011a). Based on soil mechanics procedures, Wu et al. (1997) adopted a strain rate of $3 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ on a laterally drained 50 mm long sample of low permeability shale (Pierre II) to ensure pore pressure homogeneity in an undrained test. The drainage length was $h = 12.5 \text{ mm}$. Similarly, Islam and Skalle (2013) adopted rates of $1-2 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ in undrained tests and $2 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ in drained test on Pierre I low permeability shale, with a drainage length $h = 19 \text{ mm}$ (lateral drainage on 38 mm standard triaxial device). These values are to be compared with the values adopted on the COx claystone mentioned above ($6.5 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ by Zhang and Rothfuchs (2004) on 40 mm diameter and 80 mm high specimens, $1.0 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ and $0.9 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ by Hu et al. (2014) and Menaceur et al. (2015), respectively with 10 mm drainage length.

Theoretical estimations of the rate ensuring satisfactory drainage in standard triaxial tests were initiated by Gibson and Henkel (1954) on clays, based on the theory of consolidation. Monfared et al. (2011a) made some numerical calculations to estimate excess pore pressures in a hollow cylindrical sample of Opalinus Clay with a drainage length of 10 mm, determining a

loading rate of 0.5 kPa/min to ensure satisfactory drained conditions. The same rate was found by Belmokhtar et al (2016) in isotropic compression tests with a 10 mm drainage length.

Based in these results, it was thought necessary to estimate the excess pore pressure during a shear test. This was done by considering an ideal isotropic linear saturated poroelastic material, by solving the set of coupled hydromechanical equations (4-1) to (4-6) by using the finite element method (2D FreeFem++ code, Hecht, 2012).

$$\nabla \cdot \sigma + f = 0 \quad (4-1)$$

$$\nabla \cdot q_w + \frac{\partial m_w}{\partial t} = 0 \quad (4-2)$$

$$q_w = -\rho_w \frac{k}{\mu_f} \nabla u_w \quad (4-3)$$

Eq. (4-1) is the balance of momentum in which σ is the total stress and f the gravity forces that are neglected. Eq. (4-2) is the water mass conservation in which q_w is the water flux, m_w the water mass and t the time. The water flux is given by Darcy's law in Eq. (4-3), where ρ_w is the water density, k the intrinsic permeability, μ_w the water viscosity and u_w the pore water pressure.

The stress strain relation is given as :

$$\underline{d\varepsilon} = \underline{S} (\underline{d\sigma} - b \underline{du}_w) \quad (4-4)$$

Where $d\varepsilon$ is the strain tensor, $d\sigma$ the stress tensor, b the isotropic Biot coefficient and S the isotropic linear elastic stiffness matrix, defined by the Young modulus E and the Poisson coefficient ν as follows:

$$\underline{S} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E} & \frac{-\nu}{E} & \frac{-\nu}{E} \\ \frac{-\nu}{E} & \frac{1}{E} & \frac{-\nu}{E} \\ \frac{-\nu}{E} & \frac{-\nu}{E} & \frac{1}{E} \end{pmatrix} \quad (4-5)$$

Within a poroelastic framework (Coussy 2007; Ghabezloo et al. 2008), one can also express (in Eq. (4-6)) the porosity ϕ with respect to the volumetric strain ε_v , the Biot Skelton modulus N and the pore water pressure u_w :

$$d\phi = -b d\varepsilon_v + \frac{1}{N} du_w, \quad \frac{1}{N} = \frac{b - \phi_0}{K_s} \quad (4-6)$$

The Young's modulus E and Poisson ratio ν of the COx claystone were taken equal to 4 GPa and 0.3 respectively (Gens et al., 2007), providing a drained bulk modulus K_d of 3.3 GPa.

Theunjacketed bulk modulus K_s was taken equal to 21.7 GPa (Belmokhtar et al., 2016), resulting in a Biot coefficient b of 0.84 (using the relation $b = 1 - K_d/K_s$). An isotropic permeability coefficient $k = 4 \times 10^{-20} \text{ m}^2$ and a porosity $\phi = 18\%$ were adopted (Gens et al. 2007; Charlier et al. 2013). The bulk water compression modulus and viscosity at 25°C were taken $K_w = 2237 \text{ MPa}$ and $\mu_w = 8.9 \times 10^{-10} \text{ MPa.s}$, respectively (Spang, 2002).

The pore pressure calculations were made using an axisymmetric configuration of a quarter of the sample with the enhanced drainage system (Figure 4-7a) adopted here, compared to drainage only at the top and bottom of the sample (Figure 4-7b). Four shear strain rates were considered: $6.6 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ (0.3 $\mu\text{m}/\text{mn}$), $1.1 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ (0.5 $\mu\text{m}/\text{mn}$), $2.2 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ (1 $\mu\text{m}/\text{mn}$) and $1.1 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ (5 $\mu\text{m}/\text{mn}$).

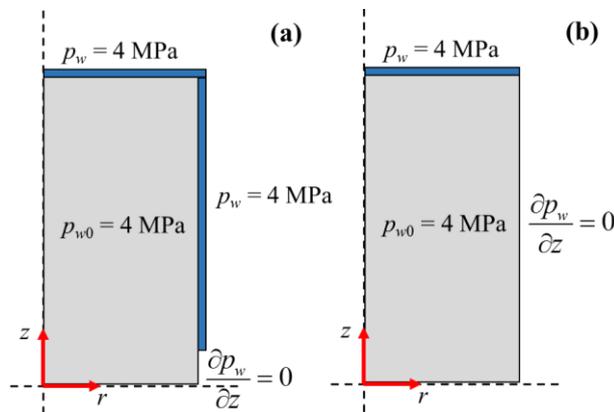


Figure 4-7. Initial and boundary conditions: (a) enhanced lateral drainage, (b) Simple drainage.

The effect of the axial strain rate on the generated excess pore pressure is presented in Figure 4-8a in the case of enhanced lateral drainage. The pore pressure profiles are typical of the pore pressure dissipation curves calculated by the Terzaghi consolidation theory, with maximum value at mid height.

Unsurprisingly, the lowest excess pore pressure (50 kPa) is obtained at the lowest strain rate of $6.6 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ (0.3 $\mu\text{m}/\text{mn}$), whereas an excess pore pressure of 630 kPa is observed at the fastest rate of $1.1 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$. The comparison of enhanced and standard drainage conditions at lowest rate of $6.6 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ (Figure 4-8b) confirms the efficiency of the lateral drainage.

Figure 4-8c shows the changes in excess pore pressure with respect of the increment of shear stress $q = \sigma_1 - \sigma_3$, where σ_1 is the axial stress and σ_3 is the radial one. Compared to the top and bottom drainage condition where the excess pore pressure reaches a value of 370 kPa with no stabilisation, stabilisation is reached with lateral drainage more rapidly at a value of 50 kPa once q reaches 0.6 MPa. 50 kPa is an acceptable value for claystones with high strength because it can be neglected. This is also true for the value of 80 kPa obtained at $1.1 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$

(0.5 $\mu\text{m}/\text{mn}$). Furthermore, the steady state is not reached at the sample centre in the first stage of loading where the elastic modulus is commonly estimated (Figure 4-8c), this can affect the estimated elastic modulus.

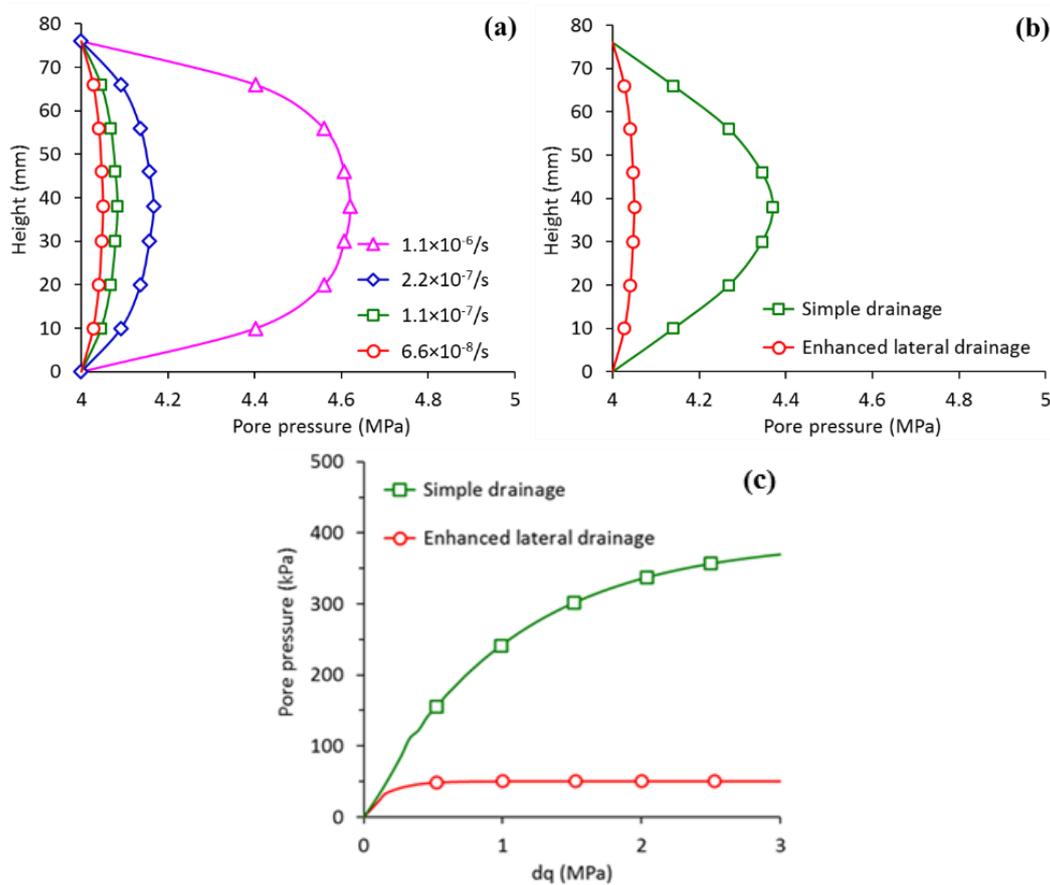


Figure 4-8. (a) excess pore pressure profile under different rates with enhanced drainage, (b) comparison between simple and enhanced drainage with a rate of $6.6 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$, (c) pore pressure evolution at the centre of the sample.

The results of these calculations are in accordance with the strain rates adopted in claystones and shales by Wu et al. (1997) and Islam and Skalle (2013) who adopted values of $3 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ and $2 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$, respectively. They are two order of magnitude smaller than that used by Zhang and Rothfuchs (2004) and Masri et al. (2014), respectively equal to $6.5 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ and $1.0 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

4.2.4. Experimental results and discussion

4.2.4.1. Drained test on Rothbach sandstone

Prior to testing a low permeability material, the reliability of the system with respect to the quality and accuracy of strain measurements was first checked by running a drained isotropic compression test at a rate of 50 kPa/min on the Rothbach sandstone (Ghabezloo and Sulem 2009). The Rothbach sandstone, composed of 85% quartz, 12% feldspars and 3% clays

with a porosity of 14%, has a permeability of $5 \times 10^{-13} \text{ m}^2$ (Ferfera 2001). Various loading-unloading drained cycles were performed by cycling the confining stress between 2 MPa and 15 MPa with a constant pore pressure of 1 MPa.

The results obtained are plotted together with that of Ghabezloo and Sulem (2009) in Figure 4-9. The comparable radial and axial strains measured show the isotropic nature of the sandstone. The volumetric response appears to be quite compatible with that provided by Ghabezloo and Sulem (2009), confirming the stress dependent feature and the non-linearity of the drained bulk modulus of the Rothbach sandstone. This good correspondence provides some confidence in the quality of measured strains in the used system.

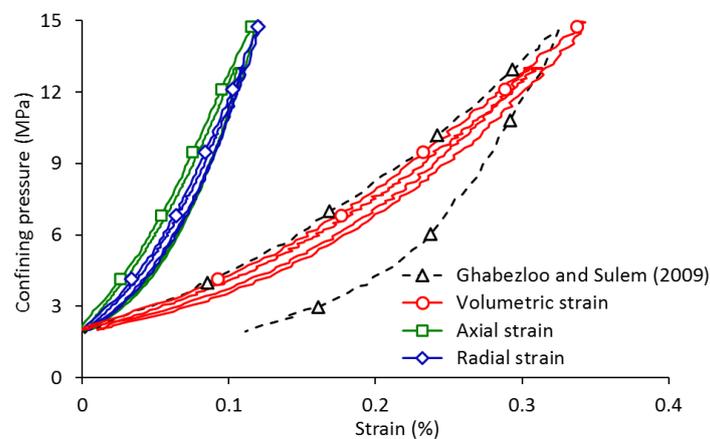


Figure 4-9. Drained isotropic compression test compared to Ghabezloo and Sulem (2009).

4.2.4.2. Saturation of the COx claystone specimens

As recalled in the introduction, the COx claystone is very sensitive to changes in water content and partially saturated states are known to provide stronger mechanical response (Zhang and Rothfuchs 2004; Pham et al. 2007, Menaceur et al. 2015). As commented above, the specimens trimmed from the cores in the laboratory were not fully saturated. To properly test the mechanical behaviour of low permeability geo-materials, particular attention was devoted to the resaturation procedure prior to mechanical testing. Following Monfared *et al.* (2011a) on the Opalinus clay and Mohajerani et al. (2011) and Menaceur *et al.* (2015a; 2015b) and Belmokhtar et al. (2016) on the COx claystone, saturation was performed under stress conditions close to in-situ one so as to minimize swelling and damage. To do so, any contact of the sample with water was avoided by keeping the circuits and the porous elements (geotextile and porous stones) dry during the sample setup. Then, the sample surrounded by geotextile was placed on the base, the membrane was put around and the LVDTs fixed to the sample. The cell was then placed and filled with the confining fluid (oil). Vacuum was applied through the valve located close to the pressure transducer (PT) so as to evacuate any trapped air between the

membrane and the sample while maintaining closed the valves situated between water PVCs and the cell ducts. The confining stress was increased to 8 MPa, a value close to the in-situ Terzaghi effective stress. The drainage system under vacuum was afterwards filled with de-aired water through PTs valves while PVCs valves were kept closed, ensuring good saturation of the drainage system. Dissolved salts remained within the sample pores after evaporation, resulting in a slight increase in salinity of the pore water. Hence, saturation with demineralized water with limited swelling allowed to get back to the initial salinity of the pore water. Finally, the confining stress and pore pressure were simultaneously increased up to 12 MPa and 4 MPa respectively at a rate of 100 kPa/min to reach stress conditions close to in-situ. The use of high back pressure is also recommended in saturation phase of low permeability shales to ensure air bubbles dissolution in pore fluid (Wu et al., 1997).

Figure 4-10 shows the monitored radial local strain ε_2 (parallel to bedding) and axial local strain ε_1 (perpendicular to bedding) together with the volumetric strain ($\varepsilon_v = \varepsilon_1 + 2\varepsilon_2$). A clear anisotropy is observed, with an axial swelling larger than the radial one in both samples. The measured strains stabilize after a period of 8 days in sample EST51338a and 10 days in sample EST51338b. The monitored volumetric swelling strains is about 0.97% in sample EST51338a and 0.85% in sample EST51338b, comparable to the volumetric strain (1.11%) measured by Menaceur et al. (2015). Unfortunately, no comparison could be made with the volume changes calculated from the water exchanges through the back-pressure PVC because of a leak, as observed in Figure 4-10. No determination of the Skempton B parameter could be made either, for the same reason.

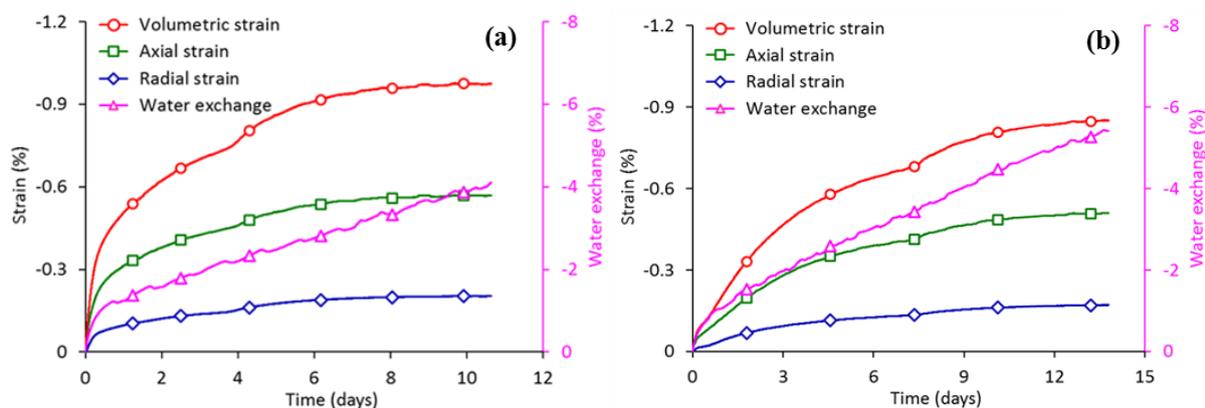


Figure 4-10. Saturation phase: (a) EST51338a, (b) EST51338b.

4.2.4.3. Shear tests

Two shear tests were conducted along two different loadings paths (Figure 4-11) on specimens EST51338a and EST51338b at a temperature of at 25°C. Both samples were

saturated under a Terzaghi effective stress σ close to the in-situ effective stress ($\sigma = 8$ MPa, $\sigma_3 = 12$ MPa, $u_w = 4$ MPa). Sample EST51338a was sheared under in-situ effective stress and sample EST51338b was sheared at 1.5 in-situ effective stress ($\sigma_d = 12$ MPa, $\sigma_3 = 16$ MPa, $u_w = 4$ MPa). The increase in confining stress until 16 MPa in test EST51338b was carried out with a loading rate of 0.5 kPa/min, small enough ensure drained conditions (Monfared et al., 2011a; Menaceur et al., 2015; Belmokhtar et al., 2016).

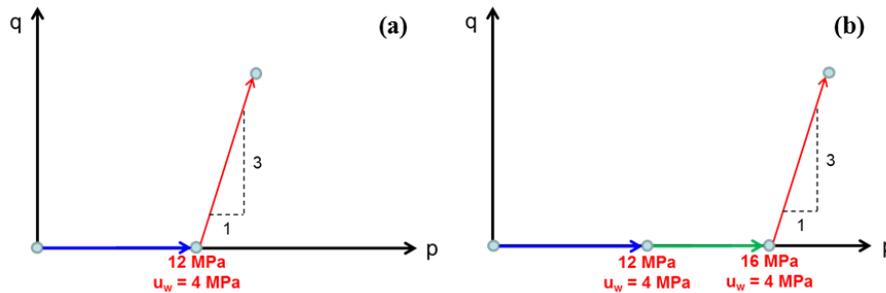


Figure 4-11. Followed paths on the tested specimens: (a) EST51338a, (b) EST51338b.

As demonstrated in Section 4.2.3, the drained shear tests were carried out under constant confining stress with a strain rate of $6.6 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ (0.3 $\mu\text{m}/\text{min}$) to ensure satisfactory drainage conditions. The axial strength was measured with both internal and external force gauges that provided similar responses.

The shear tests results are presented in Figure 4-12 in term of radial, axial and volumetric strain changes with respect to the deviatoric stress ($q = \sigma_1 - \sigma_3$) for the two confining stresses. The stress-strain curves are typical of claystones, with a linear contracting section followed by a transition from contracting to dilating behaviour. The transition occurs at smaller shear stress of 14.5 MPa under the lower 8 MPa confining effective stress, compared to 17.1 MPa under 12 MPa effective stress. The peak is reached at 1.4% local axial strain and 0.6% local radial strain under 8 MPa effective stress (Figure 4-12a), and 1.3% local axial strain and 0.7% local radial strain in test EST51338b (12 MPa, Figure 4-12a). In both cases, the external axial strain is higher than the local one, showing the interest of local measurements.

The post-peak response is governed by the creation of shear bands. These results are comparable to other ones obtained in claystones by Naumann et al. (2007), Zhang et al. (2007), Hu et al. (2014) and Menaceur et al. (2015). As expected, the mechanical response is stress dependent with higher shear strength at higher confining stress, giving a value of stress at peak equal to 18 MPa at 8 MPa effective confining stress and 22 MPa at 12 MPa effective confining stress.

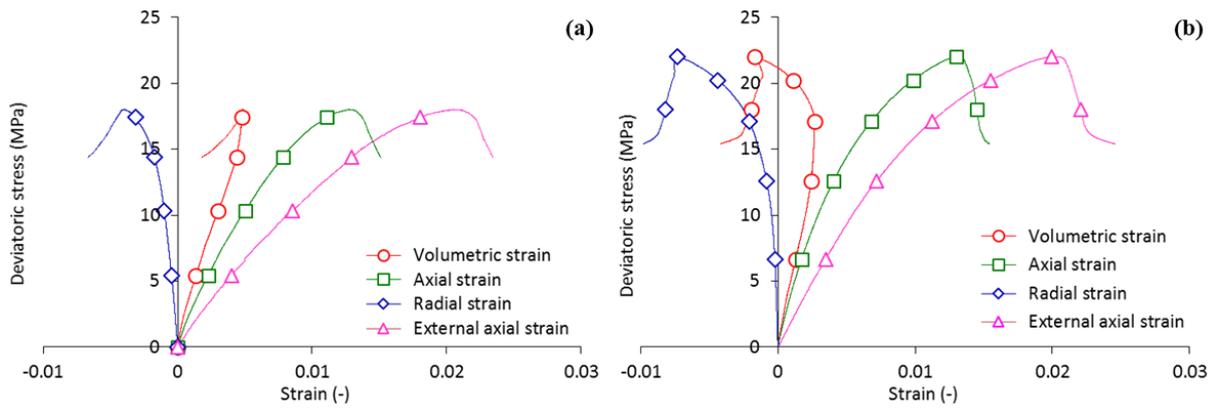


Figure 4-12. Drained sheared tests: (a) in-situ effective stress (8 MPa), (b) 1.5 in-situ effective stress (12 MPa).

The values of shear strength are plotted together in a q - p' plan together with the results of Hu et al. (2014) on small samples and Menaceur et al. (2015) on the hollow cylinder apparatus (Figure 4-13). One can observe a good overall compatibility of the shear strength data obtained on various devices in which drained conditions are ensured. All shear strength criteria are parallel and provide a comparable value of friction angle of 21° . Shear strength values are also well organised with respect to the sample's porosities, with the largest strength at lower porosity of 13% (Hu et al. 204, Menaceur et al. 2015) and smallest one at the highest porosity of 17% (Menaceur et al. 2015).

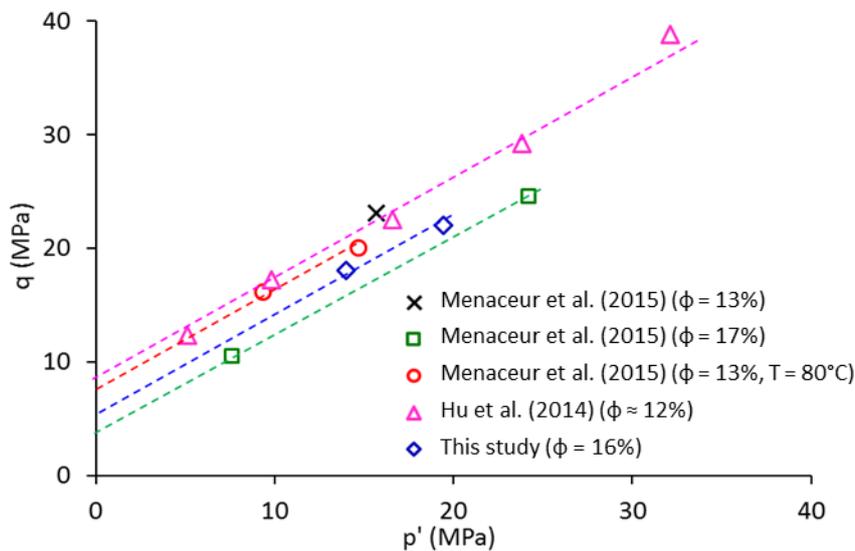


Figure 4-13. Comparison of the obtained shear strength with other works.

The shear stress/axial strain curves obtained here allow the determination of the elastic parameters at various Terzaghi effective stresses (σ'). The strain-stress relationship for a transverse isotropic material in drained conditions is given by Detournay and Cheng (1993) as follows:

$$\begin{pmatrix} d\varepsilon_1 \\ d\varepsilon_2 \\ d\varepsilon_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_1} & \frac{-\nu_{12}}{E_1} & \frac{-\nu_{12}}{E_1} \\ \frac{-\nu_{12}}{E_1} & \frac{1}{E_2} & \frac{-\nu_{23}}{E_2} \\ \frac{-\nu_{12}}{E_1} & \frac{-\nu_{23}}{E_2} & \frac{1}{E_2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} d\sigma_1 \\ d\sigma_2 \\ d\sigma_2 \end{pmatrix} \quad (4-7)$$

where, E_1 is the Young's modulus in the direction x_1 perpendicular to bedding plane, E_2 the Young's modulus in the direction x_2 parallel to bedding plane, ν_{12} and ν_{23} are the Poisson ratios in the (x_1, x_2) and (x_2, x_3) planes, respectively. In a case of drained shearing test with constant radial stress, the measurement of axial and radial strains allows the determination of the Young's modulus E_1 and the Poisson's ratio ν_{12} using the following relations:

$$\frac{d\varepsilon_1}{d\sigma_1} = \frac{1}{E_1} \quad (4-8)$$

$$\frac{d\varepsilon_2}{d\sigma_1} = \frac{-\nu_{12}}{E_1} \quad (4-9)$$

From the data of Figure 4-13a, a Young's modulus $E_1 = 2.9$ GPa is obtained under a Terzaghi effective stress close to in-situ ($\sigma' = 8$ MPa) from a mobilisation of 0.1% of axial strain. The measured Poisson's ratio is $\nu_{12} = 0.22$. Under a higher Terzaghi effective stress ($\sigma' = 12$ MPa), the Young's modulus is $E_1 = 4.2$ GPa, showing the stress dependency of the elastic modulus, with higher values under higher stresses. The Poisson's ratio is found inversely proportional to the confining pressure with a value $\nu_{12} = 0.14$. The elastic parameters are summarized in Tableau 4-5.

Tableau 4-5. Measured strength and elastic parameters of the tested specimens of COx claystone.

Test	σ' (MPa)	q_{max} (MPa)	E_1 (GPa)	ν_{12} (-)
EST51338a	8	18	2.9	0.22
EST51338b	12	22	4.2	0.14

One can now compare the elastic parameters obtained to that obtained by Menaceur et al. (2015) in fully saturated and drained tests. The values of Young's modulus obtained in this work with a porosity of 16% are in excellent agreement with that obtained by Menaceur et al. (2015) with a porosity of 17%, confirming also the rate of increase in E_1 with effective stress. The Young's modulus obtained by Menaceur et al. (2015) at 8 MPa Terzaghi effective stress at a porosity of 13% is slightly higher than that obtained in this study. The agreement between both data sets is not observed in terms of change in Poisson's ratio with stress, with a decrease

obtained in this study, to compare with the increase observed by Menaceur et al. (2015). Note however that the measurement of the Poisson's ratio is rather difficult because of the small range of the measured radial strains and of the uncertainties in measurements.

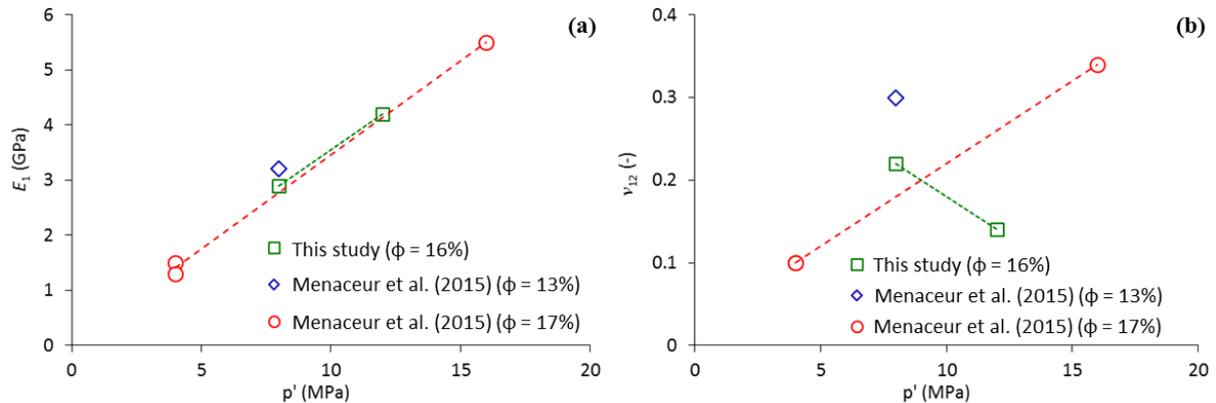


Figure 4-14. Comparison of the elastic parameters with Menaceur et al. (2015):
(a) Young's modulus, (b) Poisson's ratio.

These data confirm that the drained triaxial system developed in this work with standard triaxial specimens (38 mm diameter and 76 mm height) provide comparable results that other drained triaxial shearing systems with small drainage length developed for low permeability materials.

4.2.5. Conclusion

To cope with the difficulty of running drained triaxial tests in low permeability claystones and shales, a drainage system enhanced by using upper and lower geotextiles placed around a standard triaxial specimen, and respectively connected to the upper and lower porous stones was developed. Besides reducing the drainage length to the sample radius (19 mm), the system allowed satisfactory resaturation thanks to the absence of connection between the geotextiles. High precision in radial strain measurements were made possible by ensuring direct contact between the LVDT stems and the specimen through the membrane.

Particular attention was paid to the saturation phase that has been conducted under high confining and back pressures to avoid any possible damage and to ensure full dissolution of air bubbles into the pore water.

An isotropic compression validation test was carried out on a Rothbach sandstone providing a volumetric response comparable to Ghabezloo and Sulem (2009), providing good confidence in the quality of the strain measurements.

Finally, based on a poroelastic coupled calculation, axial strain rates necessary to ensure full drainage conditions was estimated. A strain rate of $6.6 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ was adopted and two shear

tests were conducted on specimens of the COx claystone under in-situ effective stress condition ($\sigma = 12$ MPa, $u_w = 4$ MPa) and 1.5 in-situ effective stress condition ($\sigma = 16$ MPa, $u_w = 4$ MPa). The peak shear stresses obtained are located along a failure line reasonably parallel the failure criteria previously obtained by Hu et al. (2014) and Menaceur et al. (2015).

Compared to other methods of triaxial testing with reduced drainage length, the device developed here has the advantage to be easier to use compared to the hollow cylinder developed by Monfared et al. (2001). Compared to the small specimens tested by Hu et al. (2014), the use of standard triaxial specimens allows for having local measurements of axial and radial strains, made possible here by ensuring direct contact of the LVDT rods with the specimen. The results obtained on the COx claystone helps completing the database of the shear strength characteristics of this shale.

4.3. Comportement mécanique de l'Argile à Opalinus

4.3.1. Caractéristiques initiales

Les échantillons de l'Argile à Opalinus étudiés proviennent des carottes Core5 et Core7 (diamètre de 100 mm et longueurs respectives de 102 et 80 cm) et ont été extraits sur le site de Lausen à des profondeurs respectives de 31 et 37 m. Les caractéristiques initiales présentées au Tableau 4-6 ont été mesurées dès l'ouverture des carottes sur des fragments de roche. La teneur en eau a été mesurée avant et après séchage à l'étuve à 105°C pendant 48 heures. La porosité et le degré de saturation ont été déterminés par pesée hydrostatique en considérant une densité des grains solides de 2.7 Mg/m³. La succion initiale est mesurée en utilisant le tensiomètre à point de rosée WP4C (Decagon).

Tableau 4-6. Caractéristiques initiales des éprouvettes de l'Argile à Opalinus.

Carottes	w (%)	ρ (Mg/m ³)	ρ_a (Mg/m ³)	S_r (%)	ϕ (%)	Suction (MPa)
7	4.65	2.38	2.27	84.1	12.8	19.7
5	4.51	2.44	2.34	79.7	13.3	21.2

Comme il est constaté sur le tableau, les degrés de saturation initiaux sont voisins de 80%, correspondant à une succion moyenne de 20 MPa. Ces valeurs sont comparables aux valeurs mesurées couramment sur l'argilite du Callovo-Oxfordien et correspondent à de bonnes conditions de préservation. Les porosités obtenues (12.8 et 13.3%) sont comparables à celle obtenues par Giger et al. (2017) (12-15%) sur des échantillons provenant également du même site à 33 m de profondeur.

4.3.2. Programme expérimental

Un ensemble d'essais de cisaillement drainés a été mené sur des échantillons sur les cellules triaxiales HP3 (7 essais nommés HP3-*i*) et Timodaz (4 essais nommés Timo*i*) (voir paragraphe 1.3.2). Les trois essais HP3-3, HP3-5 et Timo2 n'ont pas abouti. Les caractéristiques des essais sont présentées au Tableau 4-7.

Lors du début de la campagne d'essais à faible contraintes de confinement, de l'eau déminéralisée a été utilisée pour la saturation sous contraintes proches des conditions in-situ ($\sigma = 1.3$ MPa, $u_w = 0.3$ MPa). Pour une meilleure dissolution des microbulles d'air présentes dans le volume poreux des échantillons, la pression interstitielle a ensuite été augmentée à 1.9 MPa, la pression maximale imposée par la cellule d'interface décrite dans le paragraphe 1.4.3.

Tableau 4-7. Tableau récapitulatif des essais triaxiaux réalisés sur l'Argile à Opalinus

Test	Core	Contrainte de saturation		Contraintes avant cisaillement			Eau de saturation
		σ (MPa)	u_w (MPa)	σ (MPa)	u_w (MPa)	σ' (MPa)	
HP3-1	7	1.3	0.3	1.3	0.3	1	Déminéralisée
HP3-2	7	1.3	0.3	1.3	0.3	1	Déminéralisée
HP3-3	7	Fuite à travers la membrane					Déminéralisée
HP3-4	7	1.3	0.3	1.8	0.3	1.5	Déminéralisée
HP3-5	5	1.3	0.3	Problème électrique			Déminéralisée
HP3-6	5	6.9	1.9	6.9	1.9	5	Pearson
HP3-7	5	2.9	1.9	2.9	1.9	1	Pearson
Timo1	5	11.9	1.9	11.9	1.9	10	Pearson
Timo2	5	6.9	1.9	Fuite à travers la membrane			Pearson
Timo3	5	16.9	1.9	16.9	1.9	15	Pearson
Timo4	5	6.9	1.9	6.9	1.9	5	Pearson

4.3.3. Phase de mise en pression

Avant de saturer les échantillons, la contrainte de confinement est d'abord augmentée jusqu'à une contrainte effective équivalente au niveau où l'on souhaite saturer. Cette étape dure en moyenne 24 heures, jusqu'à stabilisation des déformations. La phase de saturation est ensuite lancée comme expliqué dans le paragraphe 1.4.3. Cette phase de mise en pression n'a pas malheureusement pas pu être correctement suivie sur tous les échantillons.

La Figure 4-15 montre l'évolution de la déformation volumique prise pour tous ces cas en tant que $\varepsilon_v = 3 \times \varepsilon_{rad}$ à cause de difficultés rencontrées dans la mesure des déformations axiales, en fonction de la pression de confinement. La vitesse de chargement est de 5 kPa/min,

sauf pour l'essai Timo3 où on une vitesse plus forte a été adoptée (10 kPa/min) pour gagner du temps. On observe que la déformation à la stabilisation augmente quand la pression ciblée est plus élevée.

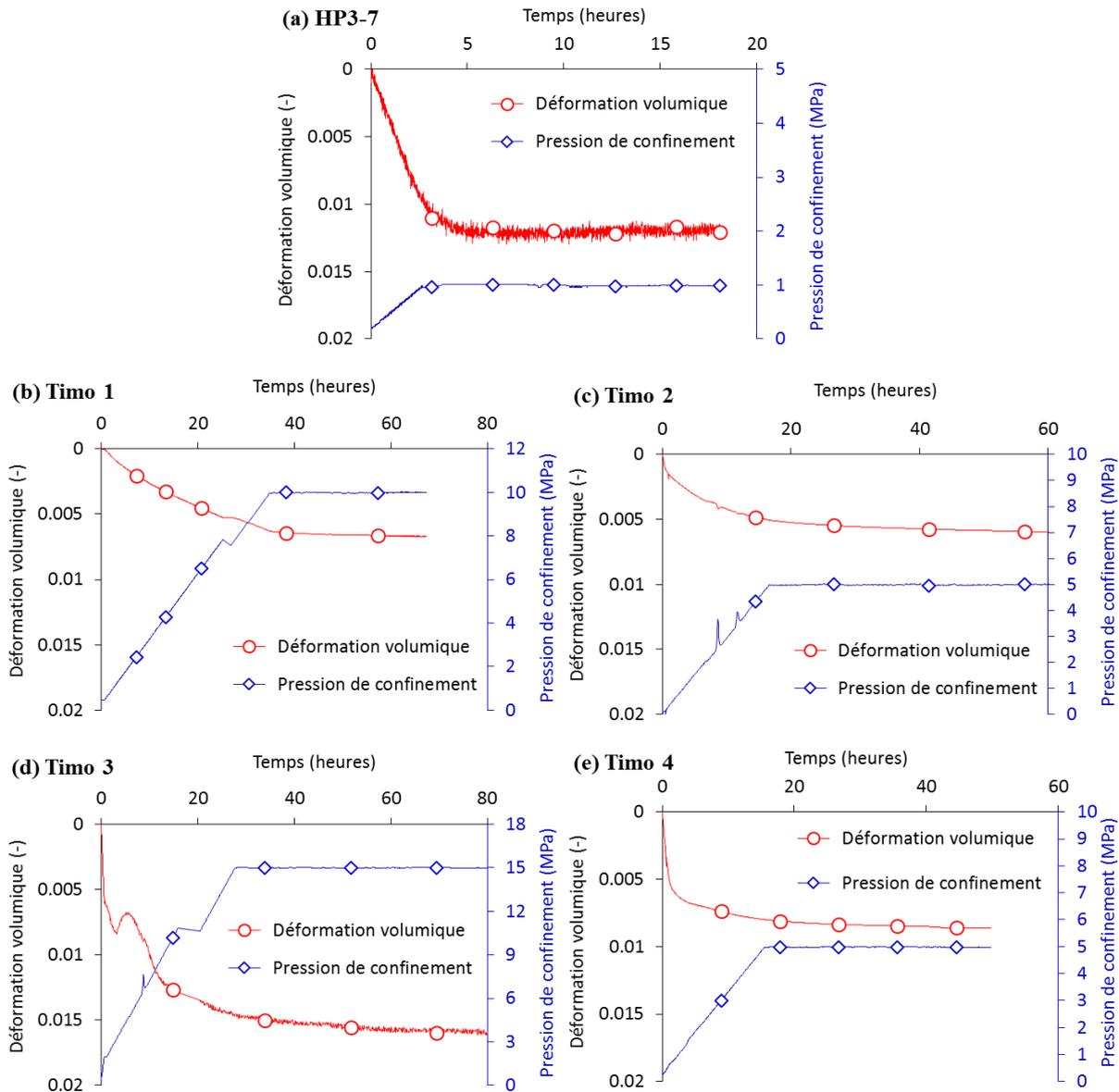


Figure 4-15. Phase de mise en pression avant saturation.

4.3.4. Phase de saturation

Les déformations dues au gonflement pendant la saturation sont mesurées dans la plupart des essais, à l'exception des essais HP3-6 et Timo1. Les déformations volumiques calculées à partir des déformations radiales et axiales mesurées sont comparées à la quantité d'eau échangée avec le contrôleur de pression interstitielle. Dans tous les essais, les déformations mesurées sont anisotropes avec des déformations axiales plus élevées que les déformations radiales, confirmant l'isotropie transverse de la roche (Figure 4-16).

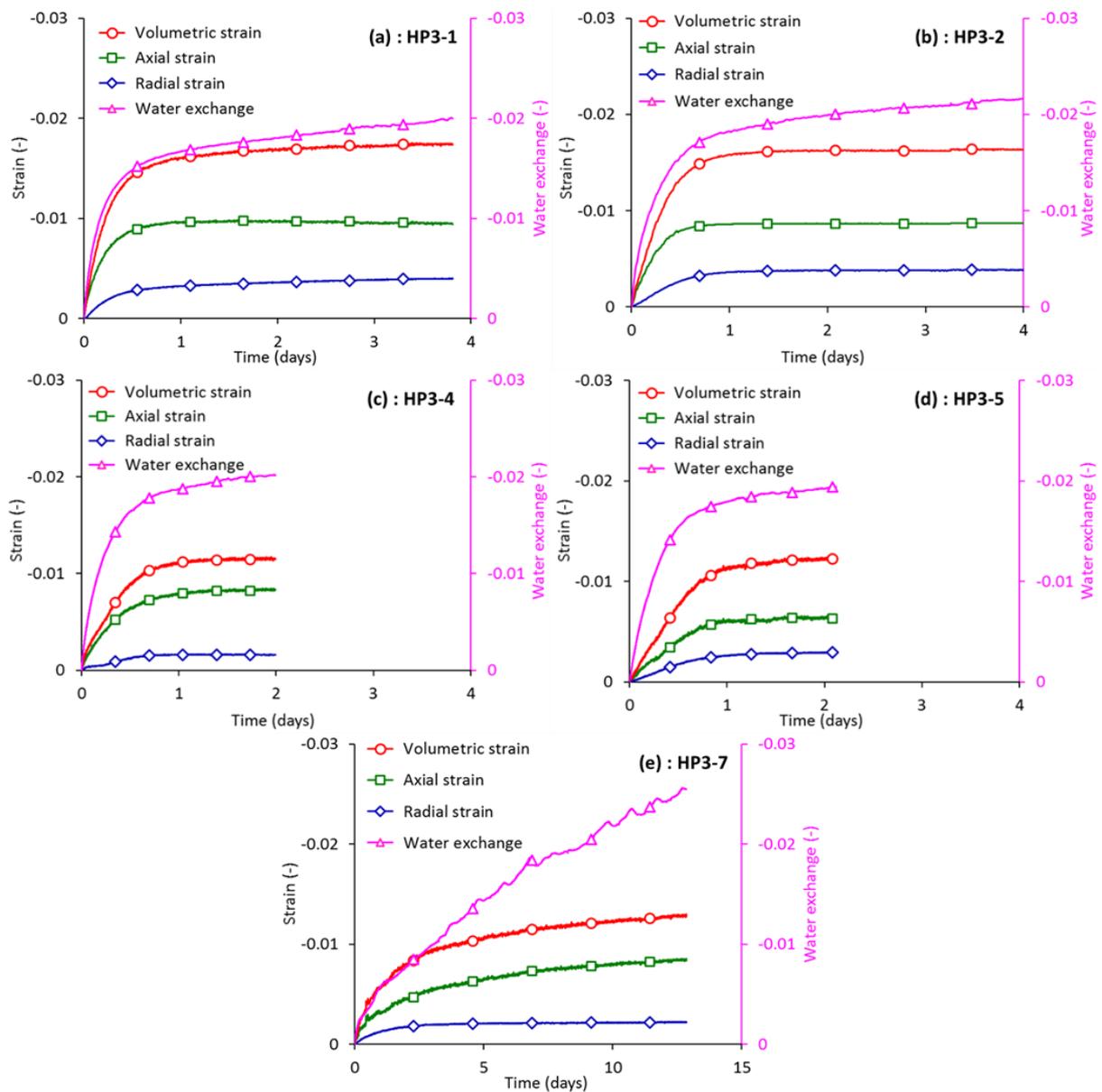


Figure 4-16. Déformations mesurées lors de la saturation avec 0.3 MPa de pression interstitielle.

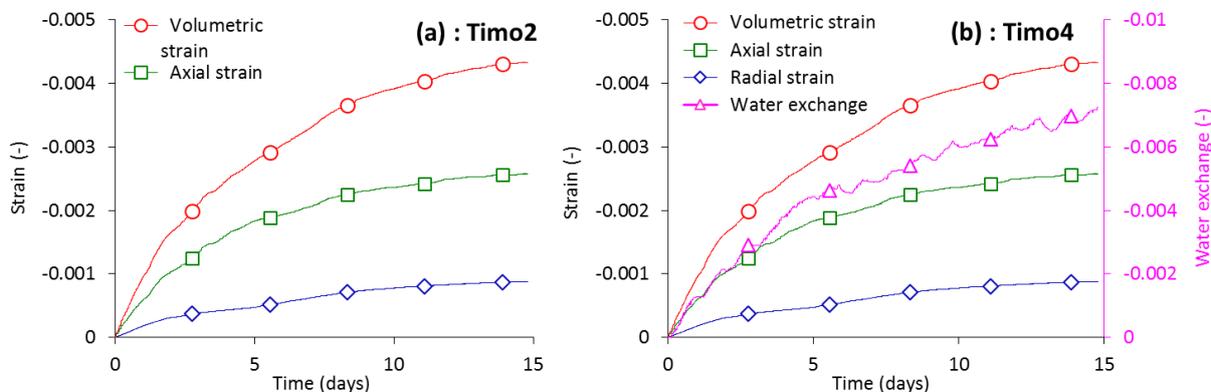
Dans les essais HP3-1, 2, 4 et 5 (pression interstitielle 0.3 MPa), les déformations se stabilisent au bout de 2 jours (Figure 4-16), illustrant l'intérêt du chemin de drainage de 19 mm. Une correspondance raisonnable est retrouvée entre l'échange d'eau et la déformation volumique, notamment dans les essais HP3-1 et 2.

Dans les essais où la pression interstitielle est augmentée à 1.9 MPa durant la saturation (HP3-7), l'échange d'eau est significativement supérieur à la déformation volumique, avec une tendance linéaire qui indique probablement une micro fuite. Les taux de gonflement obtenus sont présentés dans le Tableau 4-8. Ils sont comparables pour les échantillons saturés sous 1 MPa de contrainte effective (entre 1.13% et 1.74% avec une moyenne de 1.4%), même si la pression des pores est plus élevée dans l'essai HP3-7.

Tableau 4-8. Taux de gonflement mesurés lors de la saturation.

Essai	Core	σ (MPa)	u_w (MPa)	σ' (MPa)	Gonflement (%)	Eau de saturation
HP3-1	7	1.3	0.3	1.0	1.73	Déminéralisée
HP3-2	7	1.3	0.3	1.0	1.63	Déminéralisée
HP3-4	7	1.3	0.3	1.0	1.15	Déminéralisée
HP3-5	5	1.3	0.3	1.0	1.21	Déminéralisée
HP3-7	5	2.9	1.9	1.0	1.27	Pearson
Timo2	5	6.9	1.9	5.0	0.34	Pearson
Timo3	5	16.9	1.9	15.0	0.07	Pearson
Timo4	5	6.9	1.9	5.0	0.43	Pearson

Les gonflements observés dans les échantillons Timo2 et Timo4 sous 5 MPa de contrainte effective avec une pression interstitielle de 1.9 MPa sont présentés en Figure 4-17a et b respectivement. Les gonflements atteints (0.34% pour Timo2 et 0.43% pour Timo4) sont plus faibles que ceux observés à 1 MPa de confinement (valeur moyenne 1.4%), confirmant l'intérêt de saturer sous hautes pressions pour éviter l'endommagement. Dans l'essai Timo2, l'échange d'eau n'a pas pu être correctement enregistré à cause d'un mauvais contrôle de la température de la cellule, perturbant la mesure de l'eau dans le CPV. Une tendance linéaire est une nouvelle fois observée lors de la saturation de l'échantillon Timo4.

**Figure 4-17. Saturation sous 5 MPa de contrainte effective ($\sigma = 6.9$ MPa and $u_w = 1.9$ MPa).**

Le résultat de la phase de saturation réalisée sous une contrainte effective de 15 MPa ($\sigma = 16.9$ MPa and $u_w = 1.9$ MPa) est montré sur Figure 4-18. Seules les déformations radiales sont mesurées (précision de 0.02%) grâce au contact direct assuré entre la tige du LVDT et l'échantillon. La précision de la déformation axiale n'est pas satisfaisante. Par conséquent, la déformation volumique est estimée par la seule déformation radiale selon la relation $\varepsilon_v = 3 \varepsilon_{rad}$. Le gonflement maximal atteint après 18 jours est de seulement 0.07%, ce qui est négligeable par rapport à la précision du CPV qui n'a pas détecté le très faible échange d'eau.

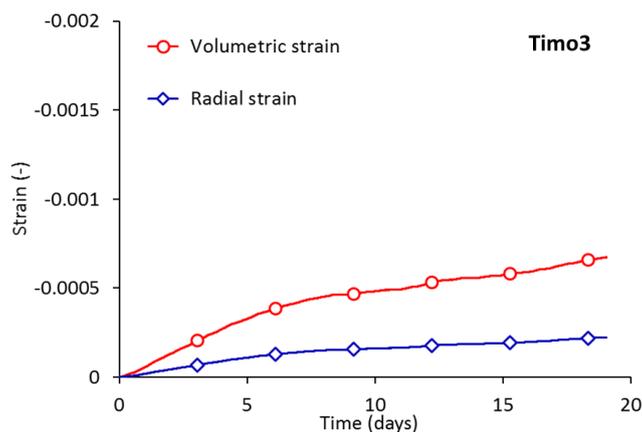


Figure 4-18. Saturation sous 15 MPa de contrainte effective ($\sigma = 16.9$ MPa and $u_w = 1.9$ MPa).

La Figure 4-19 montre l'évolution du taux de gonflement en fonction de la contrainte appliquée. Le gonflement diminue d'une façon exponentielle lorsque la contrainte effective augmente. Dans le cas de ces éprouvettes prélevées à faible profondeur, il est assez conséquent (entre 1,2 et 1,8 %) sous conditions de contraintes in-situ, qui sont probablement trop faibles pour éviter un certain niveau d'endommagement. Il est intéressant de constater qu'une contrainte aussi élevée que 15 MPa est nécessaire pour limiter le gonflement.

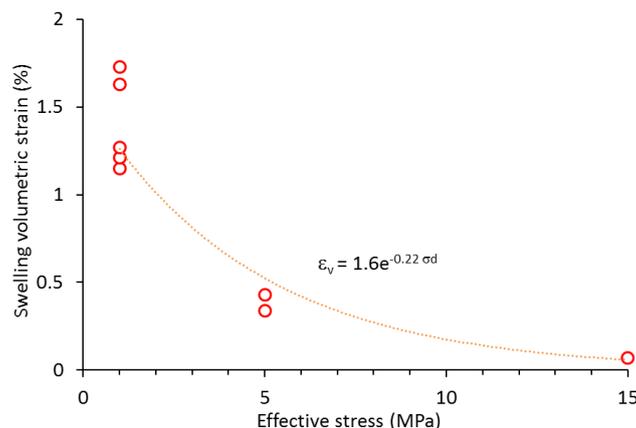


Figure 4-19. Gonflement mesuré sous différentes pressions de confinement.

4.3.5. Essais de cisaillement drainés

Tous les essais de cisaillement drainés sont réalisés avec un taux de déformation axiale contrôlé de $6.6 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ correspondant à une vitesse de déplacement du piston de $0.3 \mu\text{m}/\text{min}$. Ce taux est suffisamment faible pour assurer dissipation des pressions interstitielles avec un chemin de drainage de 19 mm, comme montré précédemment. Les courbes contrainte déviatorique-déformation axiale sont présentées en Figure 4-20 (la numérotation des figures de a) à h) est faite par ordre croissant de la contrainte de confinement). La déformation axiale mesurée par le capteur de déplacements externe est également présentée sur les courbes. On

observe que cette mesure externe donne des déformations axiales surestimées, ce qui confirme l'intérêt de la mesure locale de déformations.

Les Figure 4-20a et b montrent une bonne répétabilité des essais HP3-1 et HP3-2 réalisés sous une même contrainte effective de Terzaghi de 1 MPa ($\sigma = 1.3$ MPa et $u_w = 0.3$ MPa). La résistance au pic est de 8.6 MPa pour l'essai HP3-1 et de 9.1 MPa pour HP3-2. Une plus faible résistance de 5.4 MPa est obtenue dans l'essai HP3-7 (Figure 4-20c) sous la même contrainte effective de 1 MPa.

Le module de Young E_1 (estimé entre 0 et 0.1% de déformation axiale dans tous les essais) est assez comparable pour les trois essais à HP3-1, HP3-2 et HP3-7. Il varie entre 820 et 960 MPa (Figure 4-20). Les coefficients de Poisson ν_{12} mesurés sur les échantillons HP3-1 et HP3-2 sont de 0.13 et 0.1 respectivement, tandis qu'il atteint 0.21 pour l'échantillon HP3-7. Cette différence peut être liée à la difficulté de mesure des déformations radiales. La réponse en déformation volumique est contractante jusqu'à un niveau de contrainte de 6 MPa pour les essais HP3-1 et HP3-2, ceci est relié généralement à l'apparition et propagation des microfissures (Corkum and Martin (2007) et Hu et al. (2014)). L'échantillon HP3-7 montre une réponse purement contractante.

La résistance au pic dans le test HP3-4 est de 12.5 MPa sous une contrainte effective de 1.5 ($\sigma = 1.8$ MPa et $u_w = 0.3$ MPa) et le module de Young est $E_1 = 1180$ MPa. Ces données montrent la dépendance des caractéristiques mécaniques (q_{max} et E_1) en fonction de la contrainte de confinement. Le coefficient de Poisson obtenu est $\nu_{12} = 0.08$. Un comportement contractant-dilatant de la déformation volumique est de nouveau observé dans cet essai.

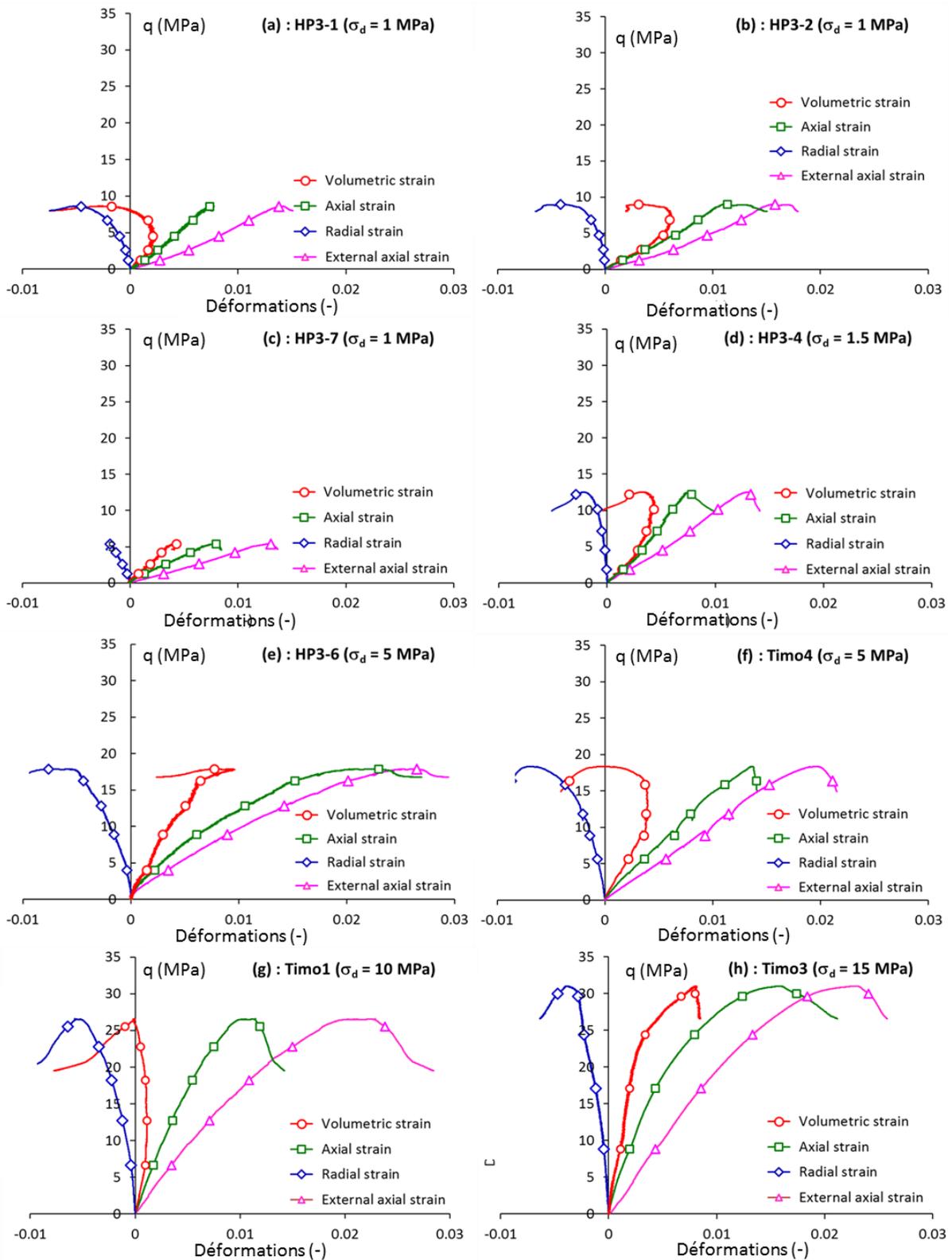


Figure 4-20. Résultats d'essais triaxiaux drainés.

Les essais HP3-6 et Timo4 sont réalisés sous une même contrainte effective de 5 MPa mais sous différentes contraintes de confinement et pressions interstitielles ($\sigma = 6.9$ et 8.9 MPa, $u_w = 1.9$ MPa et 3.9 MPa, respectivement), afin d'étudier un effet éventuel de la pression

interstitielle. Les résistances au pic obtenues sont comparables avec des valeurs respectives $q_{max} = 17.9$ MPa et 18.4 MPa pour HP3-6 et Timo4. C'est une bonne répétabilité, sachant que les échantillons ont été testés dans différents appareils. Elle confirme que la contrainte effective de Terzaghi gouverne la réponse mécanique. Les modules de Young mesurés sont égaux à 2150 MPa et 1890 MPa et les coefficients de Poisson égaux à 0.19 et 0.16 dans les cellules HP3-6 et Timo4, respectivement, ce sont des valeurs comparables. Les résistances et modules de Young plus élevés obtenus ici confirment la dépendance de la réponse mécanique en fonction de la pression de confinement. Un comportement purement contractant est observé dans l'essai HP3-6 alors qu'un comportement contractant-dilatant est observé dans Timo4 à une contrainte déviatorique d'environ 16 MPa. Ceci est dû aux difficultés de détermination de la déformation axiale mesurée dans HP3-6.

Tableau 4-9. Paramètres mesurés à partir des essais triaxiaux drainés.

Test	σ (MPa)	u_w (MPa)	σ' (MPa)	$\Delta\varepsilon_{ax} / \Delta t$ (s ⁻¹)	q_{max} (MPa)	ε_{ax} peak	E_1 (MPa)	ν_{12} (-)
HP3-1	1.3	0.3			8.6	0.77	900	0.13
HP3-2	1.3	0.3	1.0		9.1	1.12	820	0.10
HP3-7	2.9	1.9			5.4	0.78	960	0.21
HP3-4	1.8	0.3	1.5		12.5	0.76	1180	0.08
HP3-6	6.9	1.9	5	6.6×10^{-8}	17.9	2.25	2150	0.19
Timo4	8.9	3.9			18.4	1.36	1890	0.16
Timo1	11.9	1.9	10		26.6	1.10	3970	0.19
Timo3	16.9	1.9	15		31	1.60	5770	0.28

La valeur maximale de la contrainte déviatorique est de 26.6 MPa dans le test Timo1 réalisé sous une contrainte effective de 10 MPa (Figure 4-20g), avec un module de Young $E_1 = 3970$ MPa et un coefficient de Poisson ν_{12} égal à 0.15. On a mesuré une teneur en eau $w = 5.13\%$ de l'échantillon (Timo1) avant l'essai de cisaillement sur de petits morceaux obtenus après coupure de l'échantillon (il n'y avait malheureusement pas assez de morceaux de taille appropriée pour déterminer la porosité et le degré de saturation avant cisaillement). La valeur de $w = 5.13\%$ est supérieure à celle obtenue juste après l'ouverture de la carotte (4.65%). Les échantillons ont été enveloppés dans un mélange de paraffine à 70% et d'huile de vaseline à 30% et dans une feuille d'aluminium et conservés dans une pièce humide. Cette conservation semble ne pas être complètement imperméable à l'eau, entraînant l'adsorption de vapeur d'eau à travers les couches isolant l'échantillon à l'intérieur de la pièce humide. Un comportement volumique contractant-dilatant est obtenu. La mesure de la teneur en eau après cisaillement révèle une valeur supérieure de $w = 5.5\%$ montrant que l'échantillon prend une certaine quantité d'eau pendant les phases de saturation et de cisaillement.

L'essai Timo3 a été réalisé sous une contrainte effective plus élevée de 15 MPa (Figure 4-20h), il fournit logiquement une résistance au pic plus élevée de 31 MPa, un module de Young $E_1 = 5770$ MPa et un coefficient de Poisson estimé à 0.28. L'effet du confinement affecte également la réponse volumique qui est purement contractante. Ceci est expliqué dans les roches fragiles par le passage d'un comportement fragile à un comportement ductile sous l'effet du confinement (voir Hu et. al (2014)).

Les photos de quelques échantillons cisailés sont présentées sur la Figure 4-21. On observe une localisation des déformations avec l'apparition d'un plan de rupture avec une inclinaison d'environ 61° , proche de celle obtenue sur l'argilite du COx (66° , Menaceur et al. 2015). L'échantillon HP3-1 a été complètement cassé le long du plan de rupture en raison d'un déplacement incontrôlé du piston. L'échantillon cisailé HP3-2 avait le même type de plan de rupture. Cependant, l'échantillon a été brisé en deux parties sur un autre plan parallèle aux plans de litage. Ce plan de faiblesse pourrait correspondre à une fissure préexistante, expliquant pourquoi le module de Young mesuré dans le test HP3-2 ($E_1 = 820$ MPa) est le plus faible. Un plan analogue est observé dans les tests HP3-4 et Timo1.

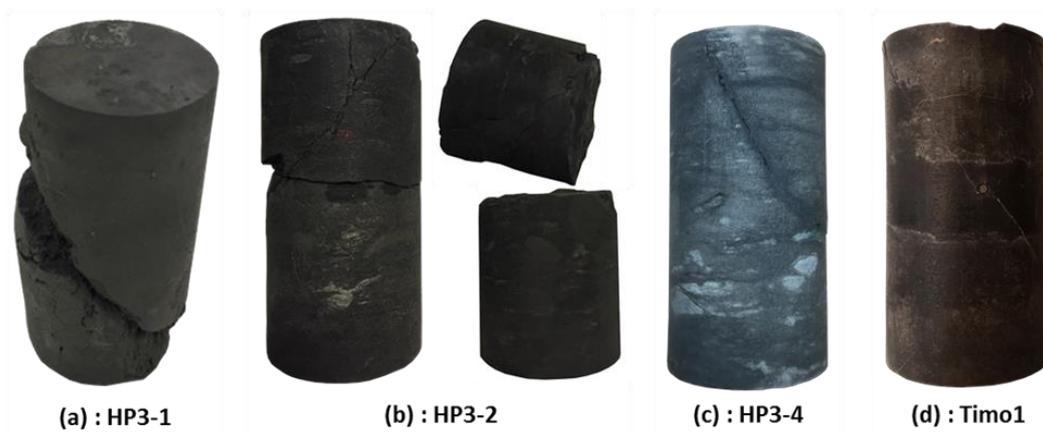


Figure 4-21. Photos d'échantillons cisailés.

Les modules élastiques obtenus dans les différents essais sont illustrés dans la Figure 4-22a. Ils ont été estimés dans la partie linéaire de la courbe contrainte déviatorique-déformation axiale, sous une déformation maximale de 0.1%. On observe que, logiquement, le module de Young augmente avec la pression de confinement, avec une tendance linéaire.

Les coefficients de Poisson (Figure 4-22b) sont estimés le long de la première partie linéaire de la courbe de déformation radiale. On observe une certaine dispersion pour les faibles contraintes, peut-être liée à l'endommagement lié au gonflement observé sous hydratation à faible contrainte de confinement. Les choses paraissent plus claires à partir de 5 MPa de confinement, avec une augmentation du coefficient de Poisson avec le confinement.

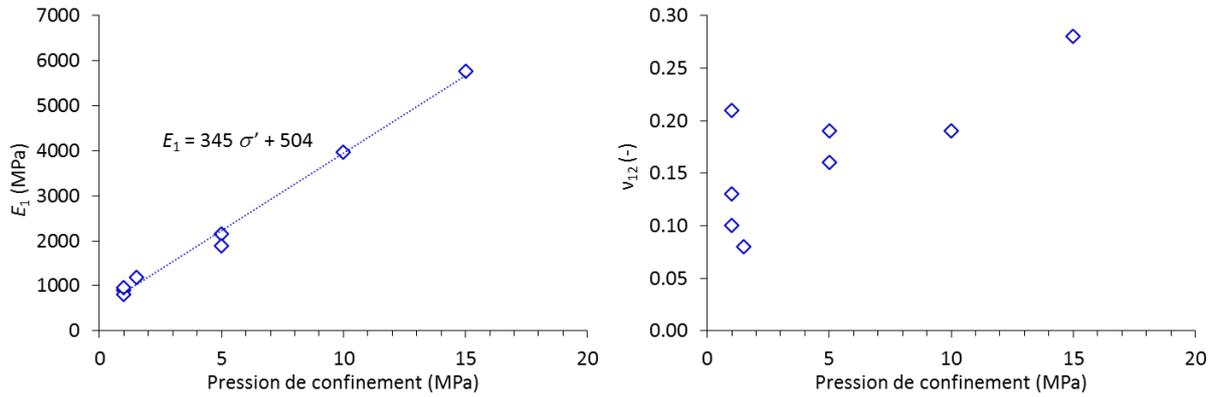


Figure 4-22. Paramètres élastiques en fonction de la contrainte de confinement :
(a) Modules de Young, (b) Coefficient de Poisson.

4.3.6. Critère de rupture

Les résistances au pic obtenues dans cette campagne d'essais sont reportées sur un plan contrainte déviatorique q – contrainte effective moyenne p' en Figure 4-23.

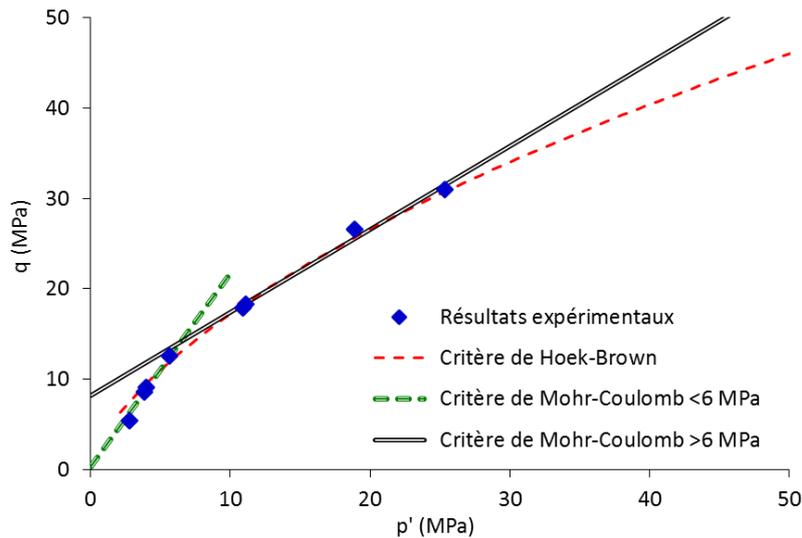


Figure 4-23. Critère de rupture de l'Argile à Opalinus.

Les valeurs de q_{max} obtenues s'alignent sur une courbe non-linéaire et permettent de déterminer un critère de Hoek-Brown selon la relation (4-10) (Hoek et Brown 1980).

$$\sigma_1' = \sigma_3' + (m \sigma_c \sigma_3' + s \sigma_c^2)^{1/2} \quad (4-10)$$

- Où ; σ_1' est la contrainte principale majeure à la rupture (contrainte axiale),
- σ_3' est la contrainte principale mineure à la rupture (contrainte radiale),
- m et s sont des constantes du matériau,
- σ_c est la résistance à la compression uniaxiale de la roche intacte.

Les paramètres m , s et σ_c sont estimés à $m = 6$, $s = 0.4$ et $\sigma_c = 10$ MPa (Tableau 4-10).

Le caractère non-linéaire de l'enveloppe de rupture peut également être exprimé en fonction d'un critère de Mohr-Coulomb bilinéaire (Figure 4-23). La limite des deux enveloppes se trouve à une contrainte de confinement d'environ 6 MPa. Les enveloppes sont exprimées par la relation :

$$q = M p' + a \quad (4-11)$$

Les paramètres M et a sont utilisés pour l'estimation de l'angle de frottement interne ϕ' et la cohésion c' suivant les relations :

$$\sin\phi' = \frac{3M}{M+6} \quad (4-12)$$

$$c' = \frac{a \tan\phi'}{M} \quad (4-13)$$

Ainsi, l'angle de frottement interne ϕ' est égal à 42.6° pour les faibles contraintes moyennes (< 6 MPa) et la cohésion c' est de 1.2 MPa. Pour les contraintes moyennes élevées (> 6 MPa), l'angle de frottement interne ϕ' est égal à 23.5° et la cohésion extrapolée égale à 3.9 MPa. Le Tableau 4-10 présente l'ensemble des paramètres des critères de Hoek-Brown et de Mohr-Coulomb.

Tableau 4-10. Paramètre des critères de Hoek-Brown et de Mohr-Coulomb.

Critère de Hoek-Brown			Critère de Mohr-Coulomb			
			$p' < 6$ MPa		$p' > 6$ MPa	
m	s	σ_c	ϕ'	c' (MPa)	ϕ'	c' (MPa)
6	0.4	10	42.6	1.2	23.5	3.9

Le critère obtenu ici est confronté (Figure 4-24) aux critères récemment obtenus par Wild (2016) et Favero (2017) avec des essais drainés (axe des éprouvettes parallèle et perpendiculaire au litage) et par Giger et al. (2017) avec des essais non drainés. Les différents résultats sont raisonnablement compatibles et montrent que la variabilité des données est réduite par l'utilisation de techniques (drainées ou non drainées) adaptées. Les données de Favero (2017) et Wild (2016) mettent en évidence peu d'effet de l'orientation des éprouvettes en termes de rupture. Nos données sont en très bonne correspondance avec celles de Wild (2016), elles sont situées au-dessous de celles de Giger et al. (2017) et au-dessus de celles de Favero (2017) qui présentent tous deux des critères linéaires avec des inclinaisons proches (angles de frottement de $19-20^\circ$), voisines de celles obtenues dans ce travail sous une contrainte effective moyenne de 20 MPa.

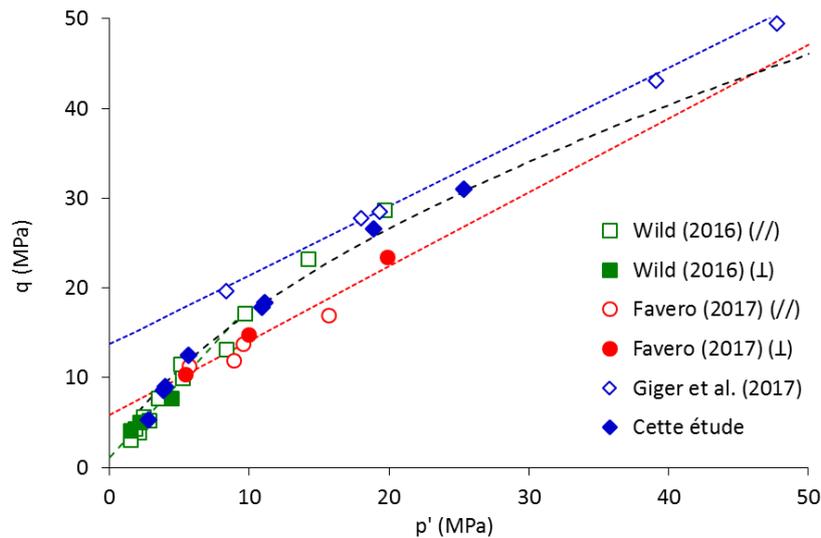


Figure 4-24. Critère de rupture de l'Argile à Opalinus.

4.3.7. Comparaison avec l'argilite du COx

L'argilite du Callovo-Oxfordien et l'Argile à Opalinus ont beaucoup de points communs, notamment du point de vue minéralogie, lithologie et microstructure (voir paragraphes 1.1 et 1.2). Nous comparons en Figure 4-25 les résultats obtenus sur l'Argile à Opalinus (Wild 2015; Favero 2017; Giger et al. 2017 et ce travail) aux résultats obtenus avec des essais saturés et drainés sur l'argilite du COx (Hu et al. 2014; Menaceur et al. 2015 et les deux essais présentés au paragraphe 4.2.4.3).

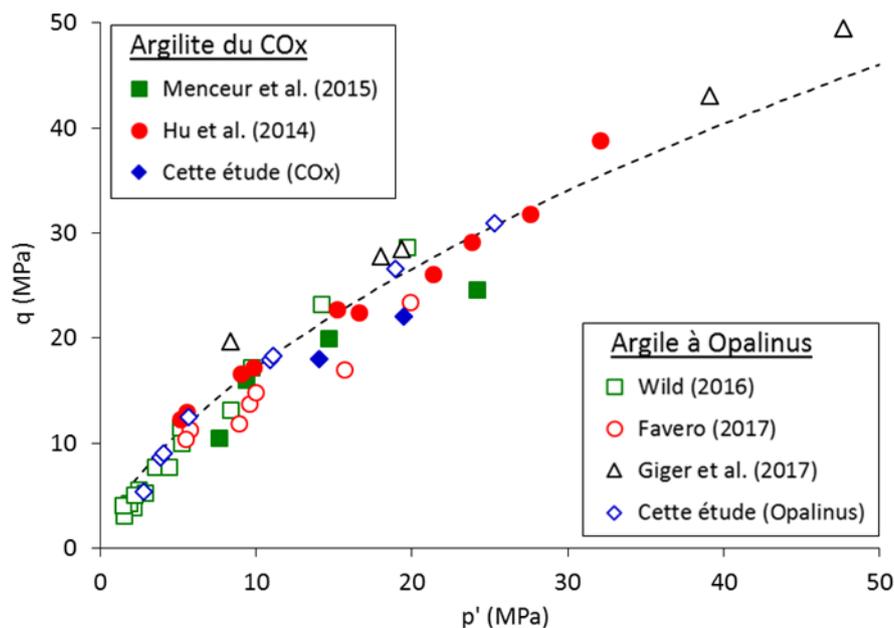


Figure 4-25. Critère de l'argilite du COx comparé au critère de l'Argile à Opalinus.

On observe que la réponse des deux matériaux est comparable, et le critère de Hoek-Brown défini précédemment sur l'Argile à Opalinus pourrait s'appliquer sur les deux

matériaux. Cette réponse est compatible avec les compositions et porosités comparables de ces deux roches argileuses.

4.4. Conclusion

Après une brève présentation de résultats d'essais de caractérisation des roches argileuses par essais triaxiaux, ce chapitre a présenté une méthode robuste pour la réalisation d'essais triaxiaux en condition drainée sur des échantillons de taille standard. La procédure de saturation est soigneusement conduite et le taux de cisaillement nécessaire pour assurer la condition drainée a été définie par un calcul hydromécanique couplé. L'efficacité de la procédure utilisée a été vérifiée sur l'argilite du Callovo-Oxfordien par l'obtention de deux résultats de cisaillement drainé en bonne adéquation avec un critère bien défini par Hu et al. (2014) et Menaceur et al. (2015), sur des échantillons correctement saturés et drainés.

Une série d'essais drainés a été menée sur l'Argile à Opalinus avec ce système pour la détermination de son critère de rupture. Les résultats obtenus à la rupture présentent une tendance non-linéaire compatible avec le critère de Hoek-Brown. Ces résultats sont également en bon accord avec des résultats récents d'essais réalisés sous bonnes conditions de saturation et de drainage. Une enveloppe de rupture équivalente est définie pour l'ensemble des essais réalisés sur l'Argile à Opalinus.

La comparaison des résultats récents d'essais réalisés sur l'argilite du Callovo-Oxfordien et sur l'Argile à Opalinus montre que ces deux matériaux présentent des critères de rupture comparables, en accord avec la similitude des formations et de leur composition naturelle.

Chapitre 5

Réponse volumique thermique et fluage dans l'argilite du Callovo-Oxfordien

Chapitre 5 : Réponse volumique thermique et fluage dans l'argilite du Callovo-Oxfordien

La nature exothermique des déchets radioactifs engendre une élévation de température dans le champ proche des galeries de stockage, qui peut avoir diverses conséquences sur la roche hôte. Le chauffage provoque une dilatation thermique des composants de la roche, il peut également affecter sa réponse, soit par des déformations thermiques induites, soit par la modification de ses propriétés. A cause de la très faible perméabilité des argiles et des roches argileuses (10^{-19} m^2 à 10^{-21} m^2) et du fait que le coefficient dilatation thermique de l'eau est d'un ordre de grandeur plus élevé que celui de la phase solide, une élévation de température engendre une pressurisation thermique qui se draine lentement. La contrainte effective s'en retrouve diminuée, ce qui peut affecter la stabilité des ouvrages.

Il existe assez peu d'investigations au laboratoire du comportement thermique des roches argileuses. Les essais triaxiaux drainés et non-drainés sont difficiles à réaliser à cause de la qualité de la saturation et des taux de chauffage extrêmement lents qui sont nécessaires pour assurer la dissipation des surpressions interstitielles thermiques. Une autre option consiste à caractériser les paramètres Thermo-Hydro-Mécaniques (THM) des argilites par analyse inverse des résultats obtenus in-situ dans les laboratoires de recherche souterrain, comme lors de l'expérimentation HE-D conduite sur l'Argile à Opalinus dans le laboratoire de Mt-Terri, ou l'expérimentation TER conduite sur l'argilite du COx dans le laboratoire souterrain de Bure (Garitte et al. 2007, Jia et al. 2009). Ces expérimentations confirment les effets importants de la température, reflétés par les surpressions interstitielles thermiques engendrées et par les déformations associées. Nous présentons dans ce chapitre un ensemble de données sur les argiles et argilites pour le stockage des déchets radioactifs, en commençant par l'expérimentation TER de l'Andra et quelques simulations numériques, puis en présentant des résultats d'essais au laboratoire. Une investigation de la réponse volumique thermique réalisée dans le cadre de cette thèse est ensuite présentée sous forme d'un article accepté dans le journal *Rock Mechanics and Rock Engineering*.

5.1. Réponse thermique de l'argilite du CO_x

5.1.1. Essai de chauffage in-situ : expérimentation TER

L'expérimentation TER a été conduite à 490 m de profondeur au niveau du laboratoire souterrain de Bure. Une vue 3D de l'expérimentation est montrée sur la Figure 2-1. Cette expérimentation dispose de (Wileveau et al. 2007b) :

- Une sonde de chauffe introduite dans un forage horizontal, dans la direction de la contrainte majeure, entre 6 et 9 m de profondeur ;
- 3 forages parallèles au forage de chauffe pour la mesure du champ thermique ;
- 4 forages pour la mesure de la pression interstitielle. La température est aussi mesurée à proximité des chambres de mesure de pression interstitielle ;
- 2 forages instrumentés par deux types d'extensomètres pour la mesure des déformations engendrées par la chauffe ;

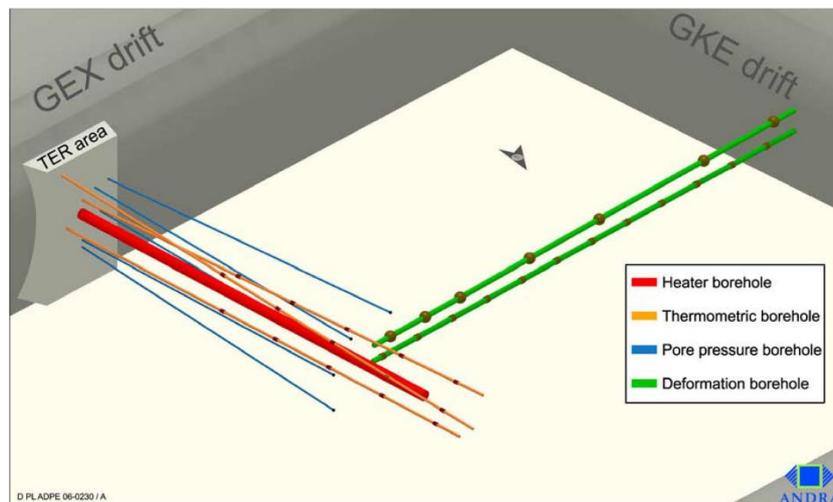


Figure 5-1. Vue 3D de la zone de l'expérimentation TER au laboratoire de Bure.

Une fois le régime permanent du flux d'eau rétabli, les expérimentations ont été lancées avec une puissance de 277 W maintenue pendant 20 jours avant d'être augmentée à 925 W pendant 22 jours, puis arrêtée pendant une période de 200 jours pendant lesquels la roche s'est refroidie.

5.1.1.1. Les mesures in-situ

La réponse thermique mesurée parallèlement et perpendiculairement au litage montre une anisotropie de la conductivité thermique de la roche (Figure 5-2), avec une augmentation de la température dans le sens parallèle à la stratification plus forte que dans le sens perpendiculaire. Une plus grande différence est observée quand les sondes de mesure sont situées plus loin.

Comme le montre la Figure 5-2, quand la sonde de mesure est située plus loin, la température continue d'augmenter jusqu'à 5 jours après l'arrêt du chauffage.

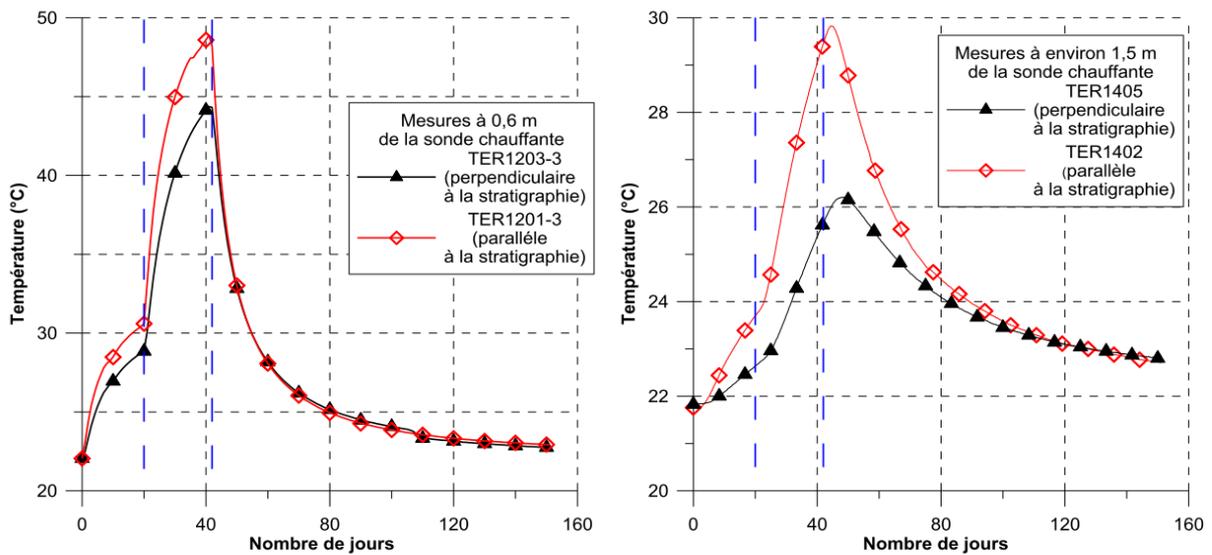


Figure 5-2. Evolution de la température mesurée in-situ à une distance de 0.6 m et 1.5 m dans le sens perpendiculaire et parallèle au litage (Rapport Andra 2010, d'après Mohajerani 2011).

Le phénomène de pressurisation thermique est observé, avec une surpression interstitielle plus forte dans la direction parallèle au litage que dans la direction perpendiculaire au litage (Figure 5-3).

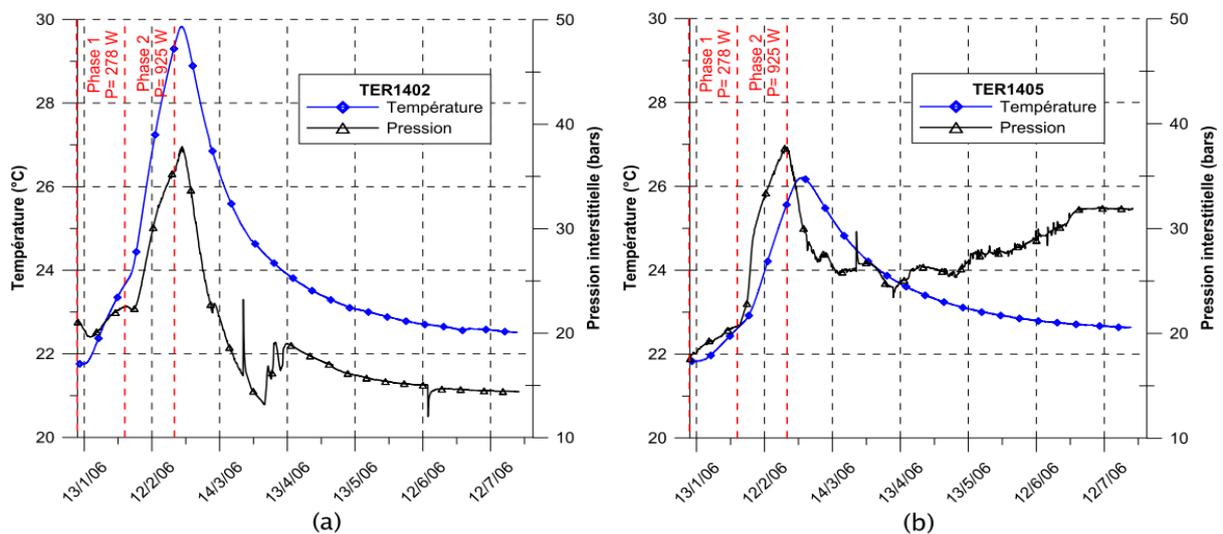


Figure 5-3. Evolution de la pression interstitielle dans l'expérimentation TER : (a) parallèle au litage, (a) perpendiculaire au litage (Rapport Andra 2010, d'après Mohajerani 2011).

5.1.1.2. Simulation des résultats

Les résultats de l'expérimentation TER ont fait l'objet de simulations par différents codes de calcul pour ajuster les paramètres THM de l'argilite du COx par analyse inverse (Garitte et al. 2007; Jia et al. 2009). Garitte et al. (2007) ont eu recours à une formulation théorique

équivalente à la formulation de Biot en résolvant les équations d'équilibre de forces, conservation de la masse d'eau et du solide ainsi que l'équilibre d'énergie sur code_BRIGHT (éléments finis) en 2D. Ils ont défini un ensemble de paramètres qui reproduit correctement la réponse in-situ en termes d'évolution de la température au cours du temps sur des points situés à l'interface sonde/roche (Figure 5-4a). Jia et al. (2009) ont reproduit la même évolution de la température (Figure 5-4b) en considérant directement une approche thermoporoélastique de Biot avec un coefficient de Biot $b = 0.6$ et une porosité $\phi = 15\%$.

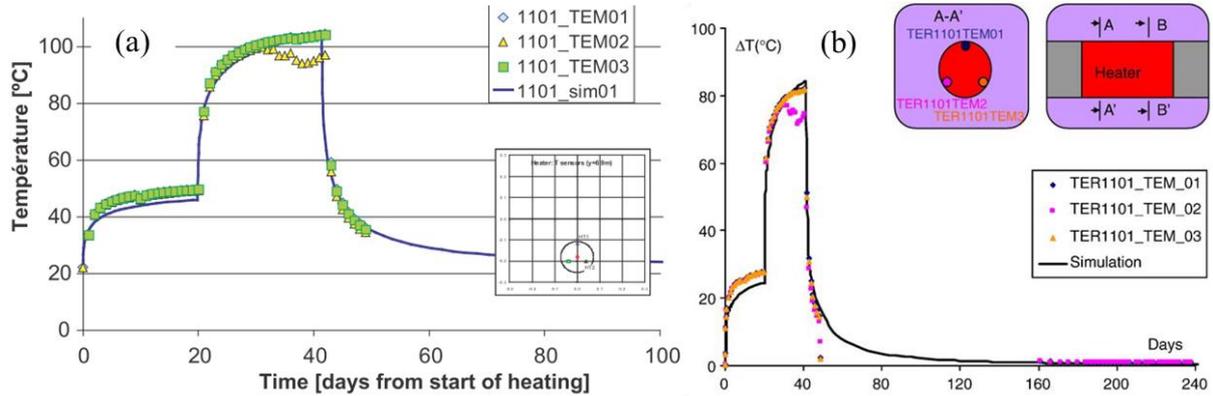


Figure 5-4. Simulation de l'évolution de la température : (a) Garitte et al. (2007) ; code_BRIGHT, (b) Jia et al. (2009) ; approche thermoporoélastique.

Les deux auteurs ont obtenu de bonnes correspondances et des paramètres THM assez comparables qu'on présente dans le Tableau 5-1.

Tableau 5-1. Paramètres THM considérés par Garitte et al. (2007) et Jia et al. (2009).

	Garitte et al. (2007)	Jia et al. (2009)
Module d'Young (GPa)	4.5	4.0
Coefficient de Poisson	0.2	0.3
Dilatation thermique volumique (°C ⁻¹)	5×10^{-5}	3.84×10^{-5}
Conductivité thermique (W/m/C)	1.6	1.75
Perméabilité (m ²)	3.6×10^{-20}	5×10^{-20}

En utilisant les mêmes paramètres, Jia et al. (2009) ont reproduit l'évolution de la pression interstitielle au cours du temps à différentes distances de la sonde de chauffe. A titre de comparaison, nous présentons ici les résultats obtenus à des distances de 0.57 m et de 1.56 m (Figure 5-5a et b). Les prévisions de pression interstitielle reproduisent bien les pressions mesurées in-situ. Les points les plus proches de la sonde de chauffage atteignent des températures plus élevées qui se traduisent par des surpressions interstitielles plus importantes. Il est observé que la pression interstitielle diminue malgré l'augmentation de la température,

notamment aux points plus proches de la sonde de chauffe. Ceci est relié au fait que la dissipation des pressions prend le dessus par rapport à l'effet de la température.

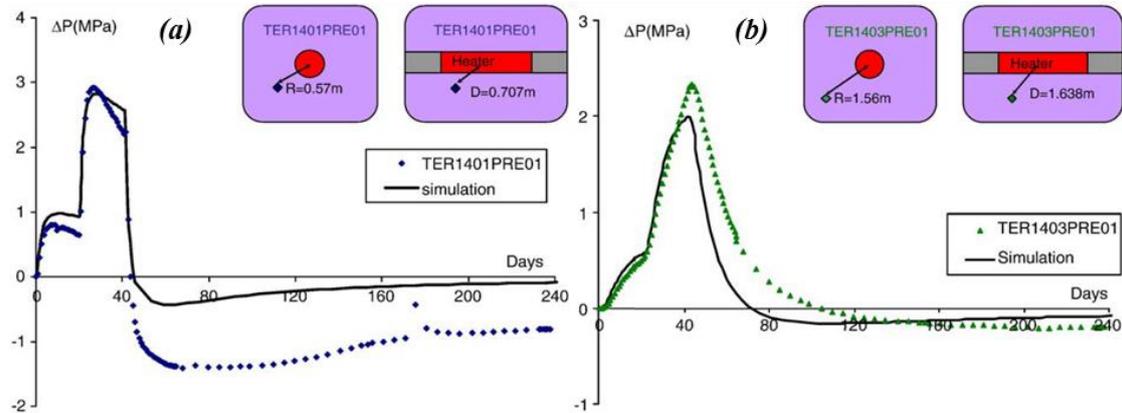


Figure 5-5. Evolution de la pression interstitielle en fonction du temps : (a) à 0.57 m de la sonde de chauffe, (b) à 1.56 m de la sonde de chauffe (Jia et al. 2009).

Le couplage THM suivant la théorie de poroélasticité de Biot (voir Jia et al. (2009)) conduit à la définition du coefficient α_m donné dans la relation (5-1) qui est en relation avec la pressurisation thermique.

$$\alpha_m = (b - \phi) \alpha_b + \phi \alpha_w \quad (5-1)$$

b est le coefficient de Biot, ϕ la porosité, α_b le coefficient de dilatation thermique de la roche et α_w le coefficient de dilatation thermique de l'eau.

La sensibilité de la réponse en pression interstitielle par rapport au coefficient de dilatation thermique du matériau a été analysée par Jia et al. (2009) en faisant varier le coefficient α_b . Les simulations montrent que la variation de la pression interstitielle est plus forte quand le coefficient α_b est plus important (Figure 5-6).

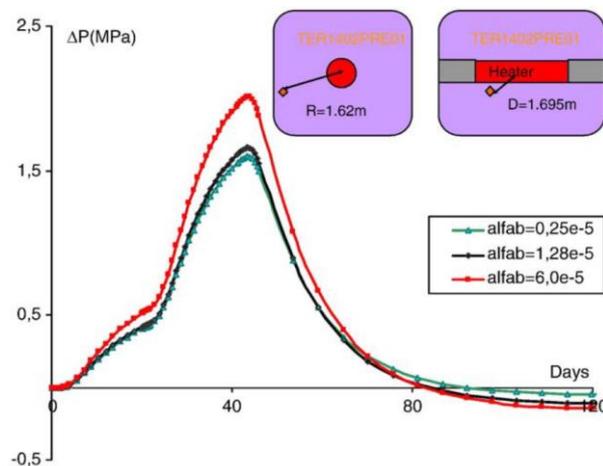


Figure 5-6. Sensibilité de la variation de la pression interstitielle en fonction du coefficient de dilatation thermique α_b (Jia et al. 2009).

L'effet de la température et l'augmentation de la pression interstitielle se traduit par des déformations mesurées dans le massif rocheux. Les mesures montrent une dilatation aux points plus proches de la sonde de chauffe (Figure 5-7a) alors qu'une contraction est observée plus loin (Figure 5-7b). Les déformations ne sont pas bien reproduites par la simulation numérique aux points plus distants de la sonde.

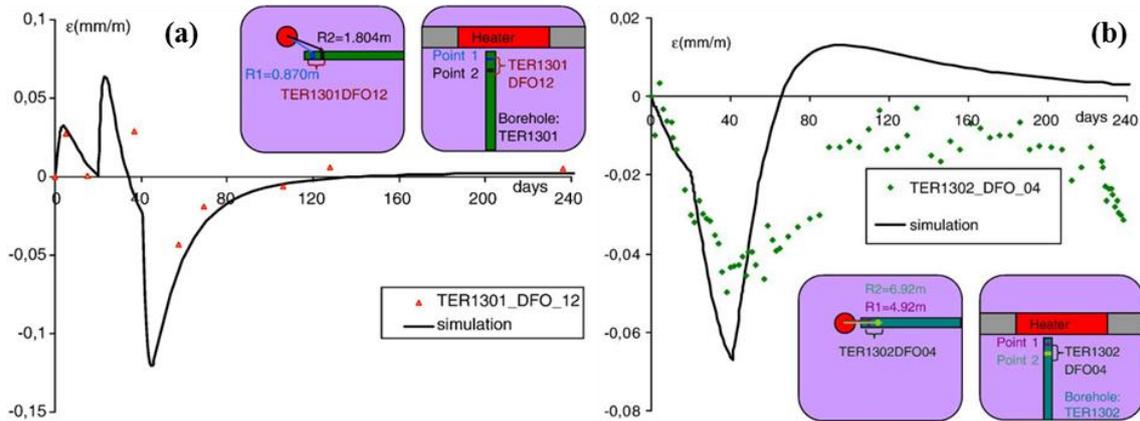


Figure 5-7. Déformations mesurées dans le massif rocheux sous l'effet de la température : (a) près de la sonde de chauffe, (b) loin de la sonde (Jia et al. 2009).

5.1.2. Essais THM au laboratoire

5.1.2.1. Comportement volumique drainé sous augmentation de température

Des travaux réalisés sur les argiles ont montré que celles-ci répondent différemment à un chauffage drainé en fonction de leur degré de consolidation (OCR) et indépendamment du niveau de contrainte appliquée (Hueckel and Baldi 1990; Sultan et al. 2002, Abuel-Naga et al. 2007).

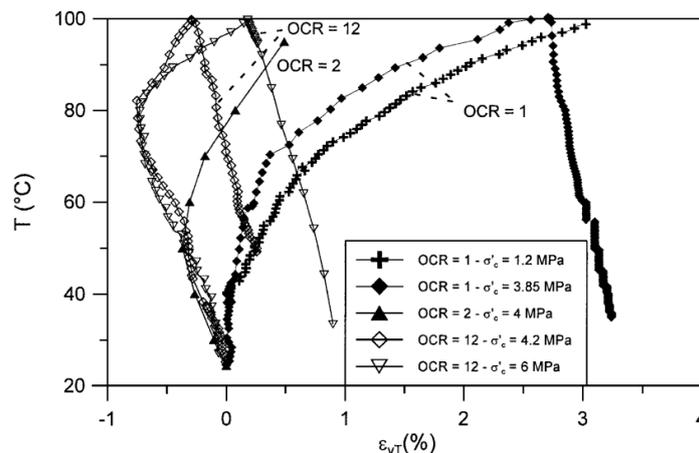


Figure 5-8. Réponse thermique drainée de l'argile de Boom (Sultan et al. 2002).

La Figure 5-8 montre la réponse volumique lors d'essais de chauffage drainés sous contrainte isotrope constante réalisés à une vitesse de 1°C/h par Sultan et al. (2002) sur l'argile

de Boom. Une contraction thermoplastique est observée dans des conditions normalement consolidées alors que l'état surconsolidé présente une expansion thermoélastique suivi d'une contraction thermoplastique.

Dans les argilites, la problématique de drainage est plus contraignante à cause de leur très faible perméabilité (10^{-19} - 10^{-20} m²). Monfared et al. (2011b) ont réalisé un essai de chauffage drainé sur l'Argile à Opalinus dans une cellule triaxiale à cylindre creux avec un chemin de drainage de 10 mm et une vitesse de $0.5^{\circ}\text{C}/\text{h}$. La réponse thermique sous un confinement de 4.1 MPa et une pression interstitielle de 2.2 MPa, conditions proches des contraintes in-situ, est montrée sur la Figure 5-9. Une réponse comparable à celle de l'argile de Boom surconsolidée a été observée, avec une expansion thermoélastique jusqu'à 65°C suivie d'une contraction thermoplastique jusqu'à 83°C lors du 1^{er} cycle de chauffage. La température de transition a été reliée à la température maximale que la roche a subie durant son histoire géologique (Monfared et al. 2011b; Delage 2013). A noter que les déformations volumiques ici sont obtenues en considérant uniquement la déformation radiale ($\varepsilon_v = 3 \varepsilon_{rad}$).

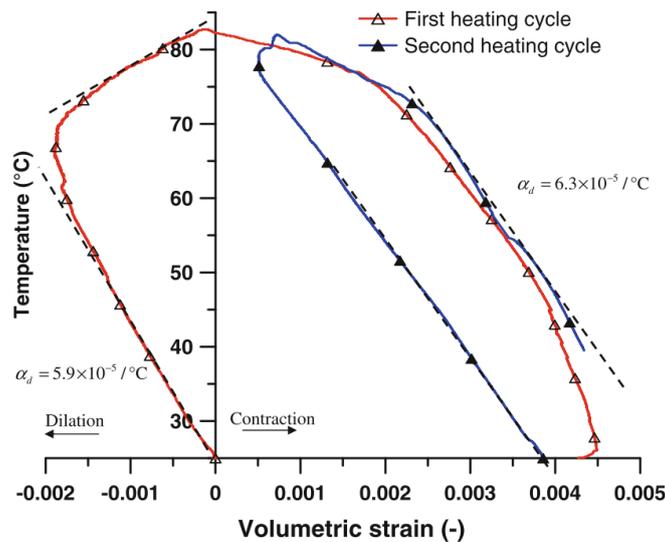


Figure 5-9. Réponse volumique drainée sur l'Argile à Opalinus (Monfared et al. 2011b).

Mohajerani et al. (2013) et Menaceur et al. (2015) ont présenté des essais de chauffage drainés à partir de 25°C sur l'argilite du Callovo-Oxfordien sous des conditions de contraintes proches de la contrainte in-situ avec le même dispositif expérimental. Leurs résultats (Figure 5-10a et b) montrent une contraction thermoplastique dès le début du chauffage sans phase de transition. La réponse en déformations mesurées avec des LVDTs est anisotrope avec une plus grande contraction dans le sens perpendiculaire au litage. Le coefficient de contraction thermique obtenu par Mohajerani et al. (2013) dans le sens axial (perpendiculaire au litage) est 6 fois plus grand que celui de Menaceur et al. (2015), et dans le sens radial il est 3 fois plus

grand. La contraction thermoplastique a été comparée au cas des argiles normalement consolidées. Toutefois, ces études ont été menées sans essai d'étalonnage préalable et une question se pose par rapport aux effets parasites des déformations thermiques des supports de capteurs de déformations.

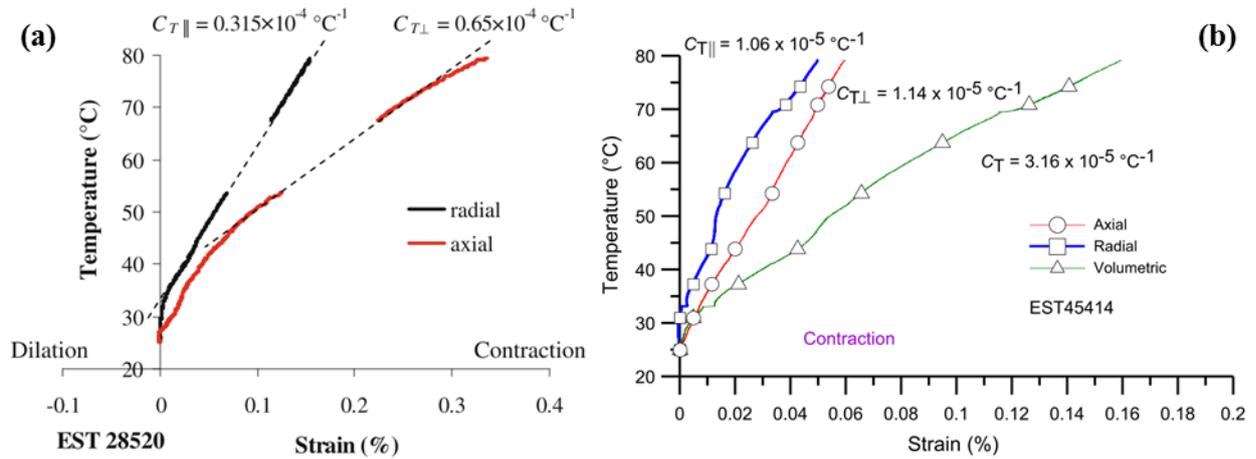


Figure 5-10. Résultats d'essais de chauffage drainé sur l'argilite du COx :

(a) Mohajerani et al. (2013), (b) Menaceur et al. (2015).

Mohajerani et al. (2013) ont réalisé un essai de chauffage drainé sous conditions de contraintes in-situ sur un échantillon ayant subi un cycle mécanique de chargement déchargement (12-18-12 MPa). Les déformations mesurées révèlent un comportement thermoélastique (dilatation) suivi d'une contraction thermoplastique avec une température de transition à 33°C (Figure 5-11). L'anisotropie en réponse thermique se reflète par un coefficient de dilatation thermique dans le sens perpendiculaire au litage 4 fois plus grand que dans le sens parallèle au litage.

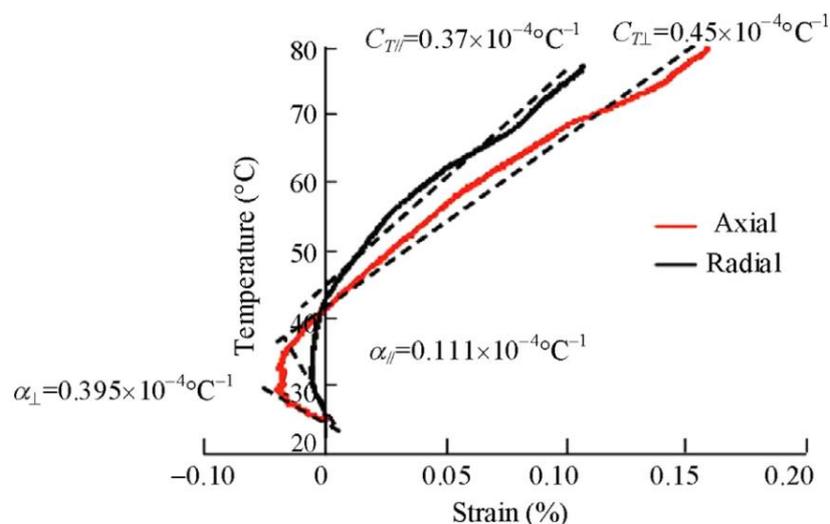


Figure 5-11. Chauffage drainé sur l'argilite de COx après un cycle mécanique drainé (12-18-12 MPa) (Mohajerani et al. 2013).

L'anisotropie de la réponse thermique est commune dans les roches argileuses. Récemment, Zhang et al. (2016) ont mesuré des coefficients de dilatation thermique dans le sens parallèle à la stratification (axial) et dans le sens perpendiculaire à la stratification (radial) sur un échantillon d'Argile à Opalinus chauffé par palier sans contrainte de confinement (Figure 5-12a). Les déformations mesurées à la fin de chaque palier ont permis l'estimation de coefficients de dilatation thermique dans le sens axial, plus grands d'un ordre de grandeur par rapport aux coefficients mesurés dans le sens radial. Toutefois, cette anisotropie tend à diminuer sous l'effet du confinement, comme observé sur l'argilite du COx (Figure 5-12b), ce qui est expliqué par l'empêchement d'ouverture des fissures qui sont serrées sous confinement.

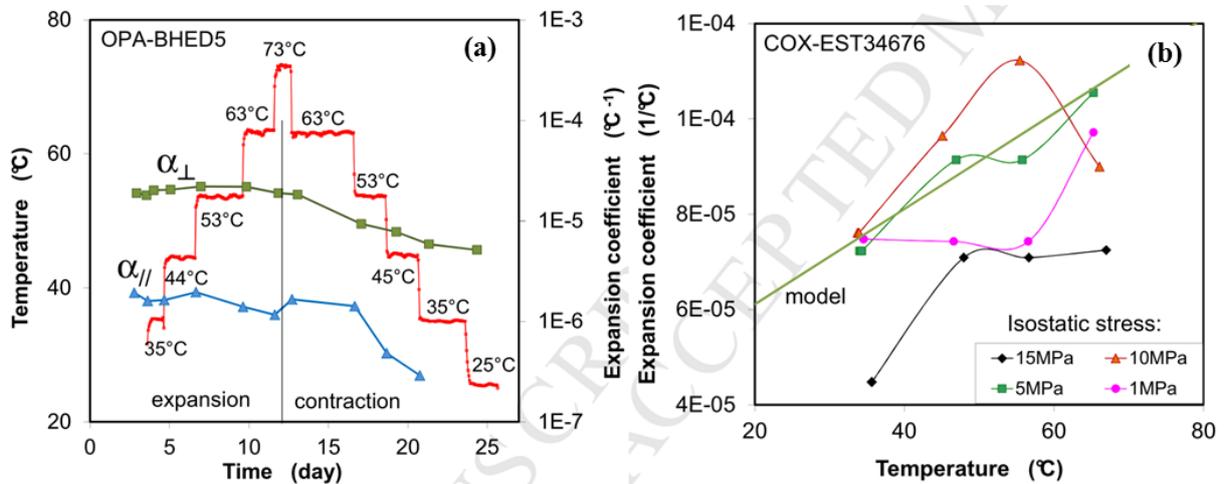


Figure 5-12. (a) anisotropie des coefficients de dilatation thermique sur l'Argile à Opalinus, (b) effet du confinement sur le coefficient de dilatation thermique (argilite de COx). (Zhang et al. 2016).

5.1.2.2. Chauffage non-drainé

Comme il a été commenté plus haut, une augmentation de température en conditions non-drainées, ou dans des conditions de drainage réduit du fait d'une faible perméabilité et d'un taux de chauffage élevé, engendre des surpressions interstitielles qui sont dues à la différence entre les coefficients de dilatation thermique de l'eau et de la phase solide. Ce phénomène est caractérisé par le coefficient de pressurisation thermique Λ (MPa/°C) (Ghabezloo and Sulem 2009; Mohajerani et al. 2013) qui représente l'augmentation de la pression interstitielle par unité de température. Il en résulte une diminution de la contrainte effective de Terzaghi. Dans un cadre poro-élastique, le coefficient Λ est défini par la relation (5-2) :

$$\Lambda = \frac{\Delta u_w}{\Delta T} = \frac{\phi(\alpha_w - \alpha_s)}{(c_d - c_s) - \phi(c_w - c_s)} \quad (5-2)$$

où, α_w est le coefficient de dilatation thermique de l'eau, α_s le coefficient de dilatation thermique de la phase solide, c_d la compressibilité drainée du matériau, c_s la compressibilité des grains solides, c_w la compressibilité de l'eau et ϕ la porosité du matériau. D'après la relation (5-2), les roches les moins poreuses ont des coefficients de pressurisation thermique plus élevés. Aussi, le niveau de contrainte effective qui fait diminuer la compressibilité drainée c_d fait augmenter le coefficient Λ .

Le coefficient de pressurisation thermique a été mesuré sur différents types de roches et argiles mais peu dans les argilites à cause de la difficulté des essais. Mohajerani et al. (2013) ont présenté le résultat de deux essais de chauffage non-drainés par palier de 2 à 3°C sur deux échantillons de l'argilite du COx sous forme de disque plats (10 mm de hauteur, 80 mm de diamètre). Les deux essais ont mis en évidence la diminution du coefficient Λ en fonction de la température (Figure 5-13).

La pressurisation thermique peut, à cause du relâchement de contrainte effective, réactiver une bande de cisaillement préexistante dans échantillon endommagé. Ceci a été en effet montré sur l'argile de Boom et à Opalinus par Monfared et al. (2012) et sur l'argilite du COx par Menaceur et al. (2016), en chauffant des éprouvettes pré-cisaillées en condition non-drainée et sous un déviateur inférieur au pic. Leurs résultats montrent une diminution du déviateur appliqué sur l'échantillon sous l'effet de la génération de pression interstitielle thermique.

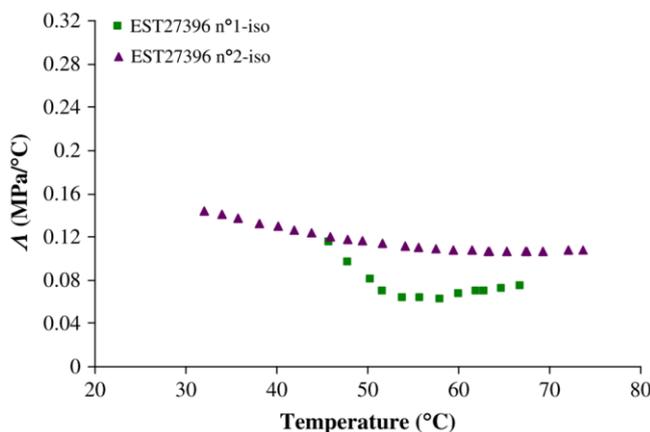


Figure 5-13. Evolution du coefficient de pressurisation thermique de l'argilite du COx en fonction de la température (Mohajerani et al. 2013).

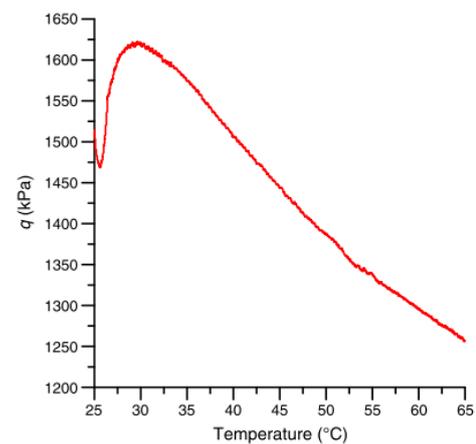


Figure 5-14. Réactivation de la bande de cisaillement sur l'argile de Boom (Monfared et al. 2012).

5.2. Comportement à long terme

Le comportement mécanique à long terme de l'argilite du Callovo-Oxfordien a été étudié au laboratoire par des essais de fluage réalisés sous un niveau donné de contrainte axiale, avec

ou sans confinement. Gasc-Barbier et al. (2004) font état de l'existence de deux phases de déformations : une phase transitoire dans laquelle la vitesse de fluage diminue rapidement, et une phase asymptotique dans laquelle la vitesse de fluage devient quasi-constante. L'influence du niveau de la contrainte axiale appliquée a aussi été mise en évidence avec des déformations totales plus élevées et des vitesses de fluage plus importantes dans la phase asymptotique. Le même résultat a été retrouvé récemment par Armand et al. (2016) sur des essais réalisés sous une humidité relative (HR) contrôlée de 90% (voir Figure 5-15). L'augmentation de la vitesse de fluage a été reliée à l'apparition et au développement de microfissures sous l'effet du chargement déviatorique.

D'autres études ont aussi porté sur le fluage de l'argilite du COx à l'exemple de Fabre and Pellet (2006) et Zhang et al. (2010). Toutefois, Les vitesses de fluage obtenues sont dispersées à cause de l'effet de divers paramètres tels que le degré de saturation et l'endommagement (Zhang and Rothfuchs 2004; Souley et al. 2011).

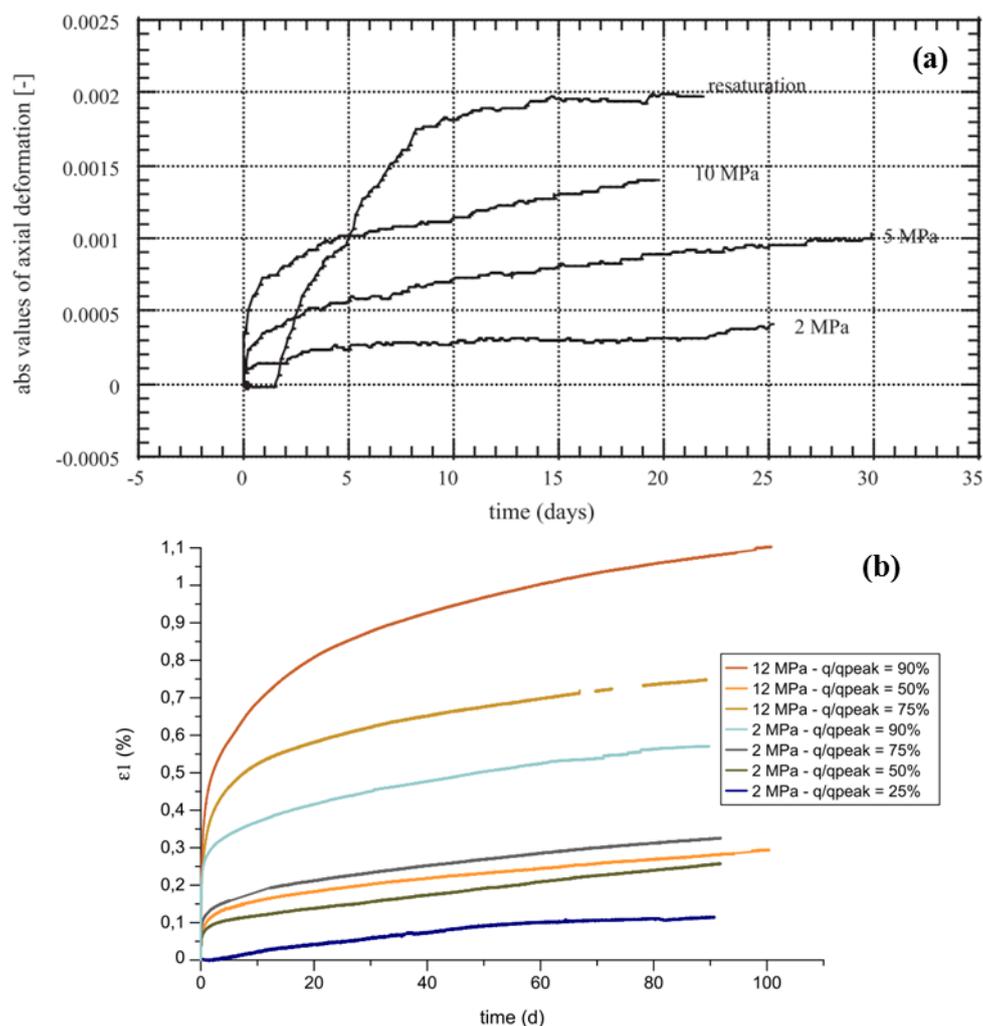


Figure 5-15. Résultats de fluage sous différentes contrainte axiale:
(a) Gasc-Barbier et al. (2004), (b) Armand et al. (2016).

L'anisotropie structurelle due à la présence de plans de stratification résulte en une anisotropie de la réponse en déformations à long terme. Zhang et Rothfuchs (2004) (Figure 5-16a) ont montré cette dépendance sous plusieurs niveaux de contrainte uniaxiales. Liu et al. (2015) (Figure 5-16b) ont également mené des essais de fluage sur des échantillons cylindriques non-saturés (59% de HR) avec axe parallèle et perpendiculaire au litage avec une contrainte radiale de 6 MPa et une contrainte axiale égale à 85% de la résistance au pic. Dans les deux cas, les déformations différées mesurées dans le sens perpendiculaire au litage sont plus importantes que celles mesurées dans le sens parallèle au litage.

La variation de la vitesse des déformations axiales dues au fluage dans le sens parallèle et perpendiculaire au litage en fonction du temps a été calculée par Liu et al. (2015) (Figure 5-16c). La différence de vitesse entre les deux directions apparaît légèrement dans le régime permanent.

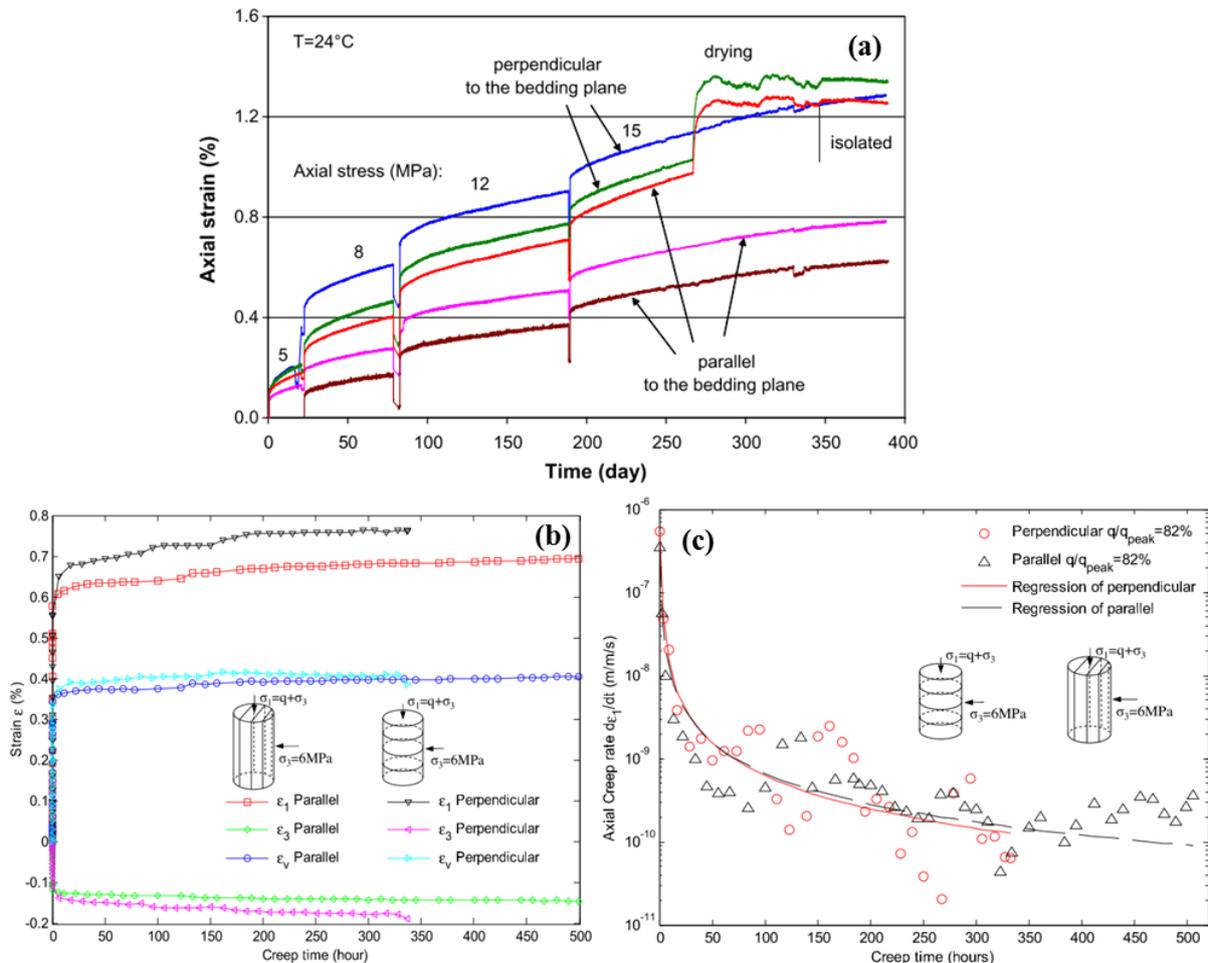


Figure 5-16. Fluage anisotrope sous conditions triaxiales : (a) Zhang et Rothfuchs (2004), (b) Liu et al. (2015), vitesses de fluage de Liu et al. (2015)

Des mesures de fluage sous déviateur et sous température montrent que la vitesse de déformation augmente avec la température, avec plus d'effet sur la déformation instantanée (Gasc-Barbier (2004) et Zhang et al. (2010)).

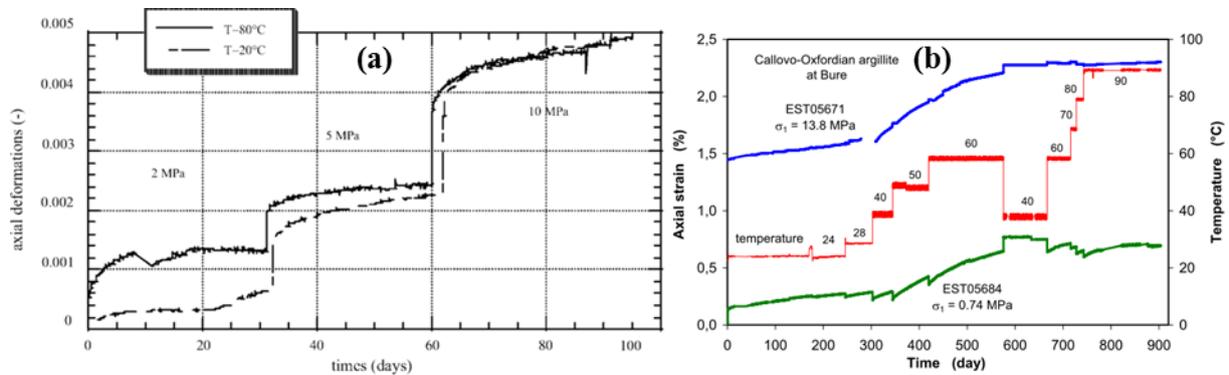


Figure 5-17. Fluage sous température : (a) Gasc-Barbier et al. (2004), (b) Zhang et al. (2010).

5.3. Chauffage drainé et fluage de l'argilite de Callovo-Oxfordien

La cellule isotrope utilisée pour l'étude de la poroélasticité de l'argilite du COx présentés plus haut dans ce rapport, est utilisée maintenant pour l'étude de la réponse thermique lors d'un essai de chauffage drainé. La cellule a été dotée cette fois-ci, en parallèle avec le système de mesure des déformations, d'un système de cordons chauffant permettant d'appliquer des vitesses constantes de chauffage. Le fluage à 25°C et à 80°C a été observé grâce à la bonne précision de mesure des déformations. Les résultats obtenus dans cette étude sont présentés sous format d'un article accepté dans la revue journal *Rock Mechanics and Rock Engineering*.

Thermal volume changes and creep in the Callovo-Oxfordian claystone.

Malik Belmokhtar¹, Pierre Delage¹, Siavash Ghabzloo¹, Nathalie Conil²

¹ Ecole des Ponts ParisTech, Laboratoire Navier/CERMES, 6-8 av. B. Pascal, F77455 Marne la Vallée, France.

² Andra, Bure, France.

Abstract

The Callovo-Oxfordian (COx) claystone is considered as a potential host rock for high-level radioactive waste disposal at great depth in France. Given the exothermic nature of radioactive wastes, a temperature elevation planned to be smaller than 100°C will affect the host rock around the disposal cells. To gain better understanding of the thermal volumetric

response of the COx claystone, a new thermal isotropic compression cell was developed with particular attention devoted to monitoring axial and radial strains. To do so, a high precision LVDTs system ensuring direct contact between the LVDT stem and the claystone sample through the membrane was developed. A short drainage length (10 mm) was also ensured so as to allow full saturation of the sample under stress conditions close to in-situ, and fully drained conditions during compression. High precision strain monitoring allowed to observe a volumetric creep under stress conditions close to in-situ. A drained heating test under constant stress carried out afterwards up to 80°C exhibited a thermo-elastic expansion up to a temperature of 48°C, followed by thermo-plastic contraction at higher temperature. Creep volume changes, that appeared to be enhanced by temperature, were modelled by using a simple Kelvin-Voigt model, so as to estimate the instantaneous response of the COx claystone and to determine its thermal expansion coefficient. The temperature at which the transition between thermal expansion and contraction appeared is close to the maximum burial temperature of the Callovo-Oxfordian claystone, estimated at 50°C. This is in agreement with what was already observed on the Opalinus Clay by Monfared et al. (2011b) that was interpreted as a thermal hardening phenomenon, showing that the material kept the memory of the highest temperature supported during its geological history.

Keywords: Thermal volume change, creep, local strains, claystone, Callovo-Oxfordian, saturation.

5.3.1. Introduction

Many researches have been conducted to better understand the thermal volume changes of clays in link with the disposal at great depth of exothermic high activity radioactive wastes. Besides significant contributions on the thermal volume changes of Boom clay (a possible geological host in Belgium) published by Hueckel and Baldi (1990), Hueckel and Pellegrini (1992), Sultan et al., (2002), recent researches have been carried out on claystones, more particularly on the Callovo-Oxfordian claystone in France and on the Opalinus Clay in Switzerland (including Hohner and Bossart, 1998; Mügler et al., 2006; Muñoz et al., 2009; Monfared et al., 2011b; Mohajerani et al., 2013). Due to the very low permeability of claystones (around 10^{-20} m²), tests are difficult and long given that one has to ensure good initial saturation and satisfactory drainage of the specimens during testing. In this regard, various systems with reduced drainage length have been proposed, either by adopting specially developed hollow cylinder triaxial apparatus (Monfared et al., 2011a), or by using small sized specimens (Hu et al., 2014), both systems ensuring drainage lengths of 10 mm allowing satisfactory drainage.

The thermal volume changes of clays submitted to temperature elevation under constant stress depend on their degree of consolidation, with thermoelastic expansion in overconsolidated clays and thermoplastic contraction in normally consolidated clays. In claystones, less data are available. (Monfared et al., 2011b) evidenced a thermal hardening process on the Opalinus Clay, with first a thermoelastic dilation up to the largest temperature experienced during the geological history of the claystone (65°C) followed by thermoplastic contraction when heating up to 80°C. Along a subsequent heating/cooling cycle, only thermoelastic dilation occurred with no more contraction at 65°C, showing that the memory of the historical largest temperature supported has been erased when heating at 80°C. This feature was however not observed on the Callovo-Oxfordian claystone by Mohajerani et al. (2013) and Menaceur et al. (2015b), who only observed a thermoplastic contraction that could not be suspected from the in-situ thermal experiments in which thermoporoelastic models provided satisfactory responses (Gens et al., 2007).

In this paper, a high precision new thermomechanical isotropic cell allowing a better monitoring of strains along thermomechanical paths is presented. The results of an experimental program aimed at investigating the thermal volume changes of the COx claystone are then presented and analysed.

5.3.2. Material and methods

5.3.2.1. The Callovo-Oxfordian claystone

The specimen tested in this study (EST51338) comes from 80 mm diameter cores extracted at the depth (490 m) of the Underground Research Laboratory (URL) run by Andra close to the village of Bure (Eastern France). At this level, the COx claystone is composed of a clay matrix (45-50%) in which some detritic grains of calcite (22-30%) and quartz (18-32%) are embedded, together with some other minerals including feldspars (about 5%), pyrite (less than 2%). The clay fraction is composed of 10-24% mixed layer illite/smectite (with 50-70% smectite), 17-21% illite, 3-5% kaolinite, 2-3% chlorite (Gaucher et al., 2004). The smectite fraction provides to the COx claystone some swelling properties (e.g. Mohajerani et al. (2012) and Delage et al. (2014)) and interesting self-sealing capabilities (Davy et al., 2007; Zhang, 2011; Menaceur et al., 2015b). A detailed investigation of the in-situ state of stress in the Bure URL was conducted by Wileveau et al. (2007), providing the following stress values: vertical (lithostatic) total stress σ_v very close to the minor horizontal stress σ_h (≈ 12 MPa), a major horizontal stress $\sigma_H \approx 1.3 \times \sigma_v \approx 16$ MPa and (hydrostatic) pore pressure $u_w = 4.9$ MPa.

The 80 mm diameter core of COx was supplied by Andra to the laboratory in a so-called T1 cell, in which the core is wrapped into a neoprene membrane and a cement concrete is cast all around it, inside a PVC cylinder. T1 cells are meant to isolate the core from evaporation and to impose a volume constraint during storage, to minimize damage.

A 38 mm diameter and 10 mm height specimen was cored by using a diamond core in the direction perpendicular to the bedding plane and cut at the required length by using a diamond saw. The water content of the core was determined by weighing a sample before and after oven drying at 105°C during 48 hours. The sample volume was determined by hydrostatic weighing to calculate the total porosity and the initial degree of saturation. Its initial water content was equal to 6.0%, corresponding to a degree of saturation $S_r = 87.2\%$, considering a particle density of 2.70 Mg/m³ (Andra 2005). A suction measurement was carried out on some cuttings of specimen EST51338 by using a chilled mirror tensiometer (WP4, Decagon), providing a value of 36.2 MPa. These data are in good compatibility with the water retention curves provided by Pham et al. (2007) and Wan et al. 2013). In the COx claystone, degrees of saturation around 90% are considered as an indication of good specimen quality. The partial saturation observed is due to the combined effect of stress release, air coring and specimen handling (Ewy, 2015). The initial characteristics of the tested specimen are presented in Tableau 5-2.

Tableau 5-2. Initial characteristics of the studied specimen EST51338.

ID sample	w (%)	ρ (Mg/m ³)	ρ_d (Mg/m ³)	e	S_r (%)	ϕ (%)	Suction (MPa)
EST51338	6.0	2.41	2.27	0.190	87.2	16	36.2

5.3.2.2. Experimental device

The thermal isotropic compression cell used in this work is an extension of a system initially developed by Tang et al. (2008) to investigate the thermal behaviour of compacted bentonites. It was further developed by Mohajerani et al. (2012) to investigate thermal pressurization in the COx claystone. As seen in

Figure 5-18a, the cell is surrounded by a heating electric belt allowing temperature control with a precision of $\pm 0.1^\circ\text{C}$. It is designed to support pressures up to 60 MPa and temperatures up to 100°C. The thermal cell is connected to two pressure-volume controllers (PVC, GDS Brand) imposing both the confining and the back pressure up to 60 MPa.

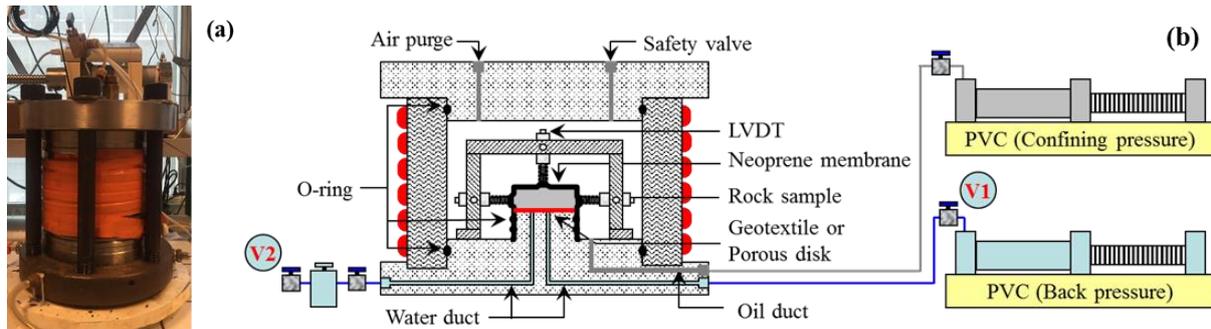


Figure 5-18. (a) Isotropic compression cell; (b) Overall system.

In this work, an improvement was carried out by adapting a high precision measurement device for axial and radial strain by using Linear Variable Differential Transformers (LVDTs) on sample with 38 mm diameter and 10 mm height, see Belmokhtar et al. (2016). The system of supporting the axial LVDT and the two radial LVDTs is described in the scheme of Figure 1b and in the photos of Figure 5-19.

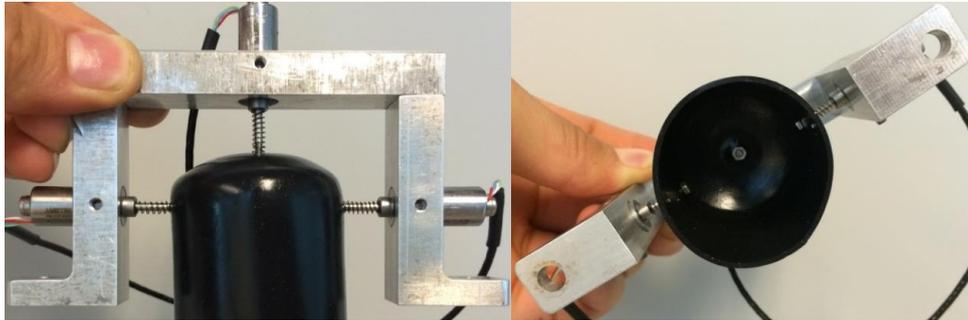


Figure 5-19. Displacement measurement system.

The sample was placed on a metal porous disk of 1.2 mm thickness, resulting in a 10 mm long drainage length so as to ensure good saturation within a reasonable period of time and good drainage (see Monfared et al. (2011a)). To insulate the sample from the confining fluid (silicone oil), a specially designed cylindrical neoprene membrane able to continuously envelop the top and lateral face of the sample was used, without using any piston or porous disk placed on top of the sample. The membrane was tightly fixed to the bottom base by means of two O-rings.

5.3.2.3. Strain measurement

Given the stiffness of the CO_x claystone, with a Young modulus estimated around 4000-5600 MPa (Andra, 2005; Gens et al., 2007; Charlier et al., 2013) and because of the small size of the sample, the displacements during drained compression and heating are expected to be small. Following Sarout et al. (2007), the monitoring of axial and radial displacements was achieved by ensuring direct contact between the LVDT stem and the sample (Figure 5-19) to avoid any disturbance due to the neoprene membrane. To do so, the membrane was previously

pierced with a hole of smaller diameter than that of the stem. Good fluid tightness was ensured by putting a drop of neoprene glue on the membrane around the stem. Using this technique, displacement measurements were improved with a minimum accuracy of 0.1 μm corresponding to a strain of 10^{-5} .

Figure 5-20 shows a comparison during an undrained compression test between the data of the radial LVDT in direct contact with the specimen through the membrane and that obtained by the axial one in contact with the membrane. Starting from an initial confining stress of 12 MPa with a back-pressure of 4 MPa, the confining stress was increased with a loading rate of 20 kPa/min and maintained at 16.5 MPa during 13 hours. Afterwards, an unloading-reloading path up to a maximum pressure of 18.5 MPa was followed. Finally, the confining stress was decreased down to 12 MPa with a loading rate of 10 kPa/min.

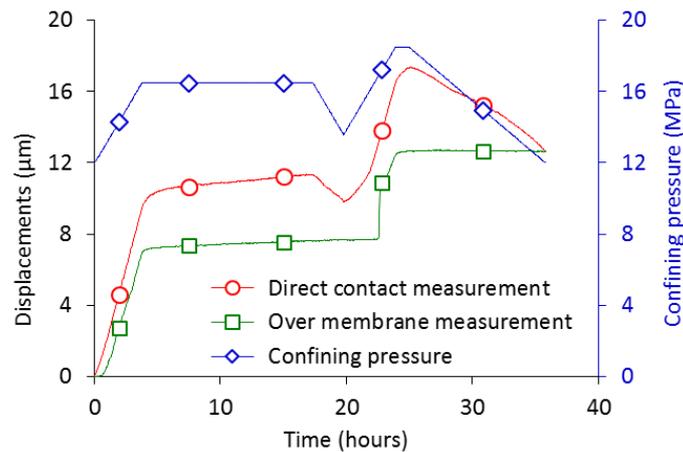


Figure 5-20. Accuracy of strain measurement in contact with the rock.

The comparison between the two measurements clearly shows that the LVDT in direct contact with the sample precisely follows all the loading and unloading phases, whereas the measurements made on the membrane do not detect the unloading phases at the 18 and 26th hours. The loading sequence at 20h is also poorly monitored. This clearly shows the improvement provided by ensuring a direct contact of the LVDT stem with the specimen through the membrane.

5.3.2.4. Calibration of strains measurements under non-isothermal conditions

It is necessary to carefully calibrate the strain measurements under elevated temperature, given the parasite thermal strains of the LVDT supporting system that are schematically represented in Figure 5-21.

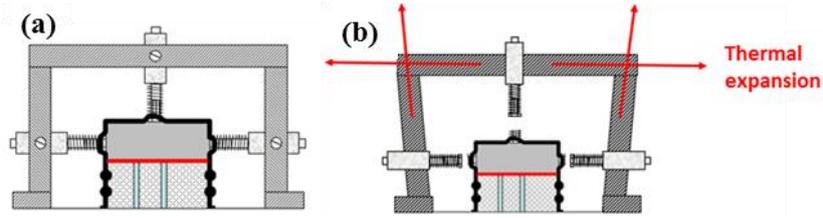


Figure 5-21. Thermal expansion of the LVDTs supporting system during heating; (a) initial state; (b) after heating.

The calibration test was carried out by using a dummy cylindrical steel specimen having the same shape as the COx sample (38 mm diameter and 12 mm height), under stress conditions close to that prevailing in the field (12 MPa of confining pressure and 4 MPa of backpressure). Heating was performed with a rate of 1°C/h from 20°C to 35°C. The dilation of steel is known to be isotropic and linear with an expansion coefficient equal to $18 \times 10^{-6} (\text{°C})^{-1}$.

The measured axial and radial strains are shown in Figure 5-22 and compared to that provided by calculated the thermal expansion of the dummy specimen. The measured strains are remarkably linear, with an underestimated thermal dilation in the radial direction (radial expansion coefficient $\alpha_{rad} = 4 \times 10^{-6} (\text{°C})^{-1}$). The axial strains exhibit an unrealistic thermal contraction. These artefacts can easily be interpreted by the thermal dilation of the supporting system as shown in the scheme of Figure 5-21 that demonstrates that the displacements measured by the LVDTs are under-estimated by the deformation of the supporting system and by the movements of the LVDTs.

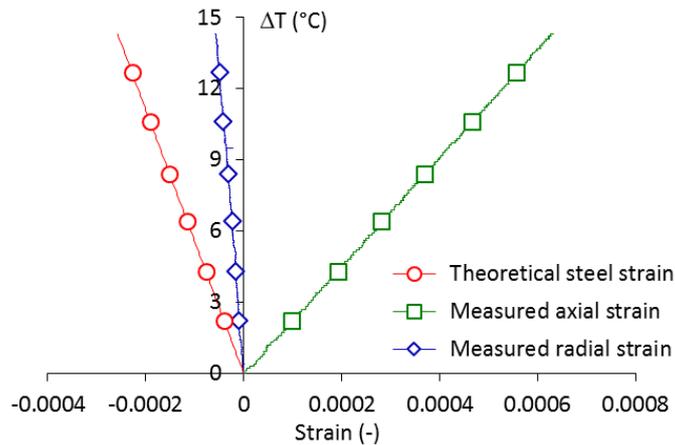


Figure 5-22. Measured axial and radial strain of a heated dummy steel sample.

The correction method consisted in adopting a linear function to subtract along both the axial and radial directions the parasite displacements due to the thermal dilation of the supporting system. Thereby, the corrected displacement is given by $u_{cor} = u_{meas} - C_i \times \Delta T$, where C_i is the correction coefficient along the direction i given by $C_{rad} = 0.265 \mu\text{m}/\text{°C}$ and $C_{ax} = 0.756 \mu\text{m}/\text{°C}$.

5.3.3. Experimental results

5.3.3.1. Saturation phase

As recommended by Delage et al. (2007) on the Boom clay and by Mohajerani et al. (2012) and (2012) and Monfared et al. (2012) on claystones, it is important to re-saturate specimens of swelling swelling clays and claystones under stress conditions close to the in-situ ones so as to minimize swelling and damage during hydration. Following these recommendations, the ducts and the porous stone of the cell were kept dry during the sample setup so as to avoid any contact of the sample with water before application of stress. Once the sample placed in the cell, vacuum was applied through the valve located close to the pressure transducer (valve V2 in

Figure 5-18) to evacuate any air trapped between the membrane and the sample. In a first step, the confining pressure was increased to 8 MPa, a value close to the mean in-situ Terzaghi effective stress. The ducts and porous stone of the drainage system were then carefully saturated by injecting de-aired water in the drainage system through valve V2, while valve V1 was kept closed. Finally, the saturation of the sample was started by simultaneously increasing the confining stress up to 12 MPa and the pore pressure up to 4 MPa at a rate of 100 kPa/min, allowing saturation to be completed under stress conditions close to in-situ. The pore pressure of 4 MPa ensured full dissolution of the micro air bubbles into the pore fluid (Wu et al. 1997).

Figure 5-23 shows the change in strain with respect to time measured by the LVDTs during hydration of the specimen with an initial degree of saturation of 87.2% under constant stress close to in-situ conditions ($\sigma = 12$ MPa, $u_w = 4$ MPa) during 21 days. One observes that the curve giving the radial strain has a regular shape, whereas that of the axial strain presents some oscillations with an amplitude of 0.001% corresponding to a displacement of 0.1 μm (also indicating the high precision of the displacement measurements). These oscillations are believed to be the consequence of the step regulation of the back pressure (maintained at 4 MPa) by the PVC, that results in some perturbations at the bottom of the sample and are monitored by the high precision measurement of displacements.

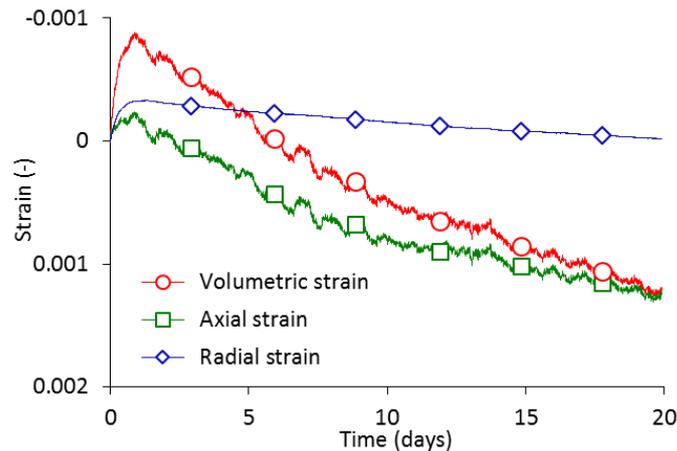


Figure 5-23. Measured strains during the resaturation phase under in-situ stress.

Both the axial and radial LVDTs detect an initial slight swelling phase during the first day, followed by a decrease at longer time until 21 days. They indicate a slight initial volumetric swelling (0.09%) with, surprisingly, larger radial strain than axial ones at maximum swelling. The curves afterwards exhibit a decreasing trend, with a clearly anisotropic response and a significantly larger decrease in axial strain compared to radial one. The time dependent strains observed along this 21 days long test correspond to a volumetric creep phenomenon that will be further considered later on. Note that it was unfortunately not possible to monitor the corresponding water exchanges with the sample because of a micro-leak between the back pressure PVC and the cell.

During the saturation phase, previous works carried out on the Callovo-Oxfordian claystone by Mohajerani et al. (2012), Mohajerani et al. (2013), Menaceur et al. (2015a) and Menaceur et al. (2015b) only evidenced a slight swelling with a maximum reached after 2 or 3 days, with no mention of any subsequent creep phase. Most of these tests were however performed during shorter periods (5 days) on the hollow cylinder triaxial apparatus with the LVDT stems not in direct contact with the sample, probably resulting in not being precise enough to detect such tiny contraction strains (around 0.05% after 5 days).

5.3.3.2. Drained heating under constant in-situ stress

The thermal volume changes of the Callovo-Oxfordian claystone were investigated by performing a drained heating test from 25°C to 80°C under close to in-situ stress conditions ($\sigma = 12$ MPa, $u_w = 4$ MPa) on sample EST51338. Full drainage condition was ensured thanks to the small drainage length (10 mm, height of the sample) and to the small heating rate applied (0.4°C/h), slow enough to avoid any pore pressure excess in sample (Sultan et al., 2002; Monfared Monfared et al., 2011; Mohajerani et al., 2013; Menaceur et al., 2015a). To check the temperature

temperature homogeneity in the sample during the experiment, we performed a temperature diffusion analysis in axisymmetric conditions using a finite element simulation. A heating rate of 0.4°C/h was applied to the model boundaries between 25 and 80°C. Considering a value of 1.2 mm²/sec for the thermal diffusivity of claystone (calculated from the data given by Gens et al., (2007)) the highest temperature difference between the samples boundaries and centre was smaller than 1.2×10⁻³ °C, showing the homogeneity of the temperature field within the sample.

Valve VI (

Figure 5-18) was kept open so as to impose a constant pore pressure (4 MPa) by mean of the pressure-volume controller. Heating was made by using the electric belt while the cell was thermally isolated from ambient temperature by means of an isolating cover.

Figure 5-24 shows a comparison between the measured (Figure 5-24a) and corrected (Figure 5-24b) strains. Like for the results presented in Figure 5-23 and for the same reason, the radial strain response is smooth and regular whereas that of axial strain presents some oscillations. The contraction observed along the heating path with no correction is obviously due to the thermal parasite strains described in Figure 5-21 that tended to under-estimate the thermal expansion.

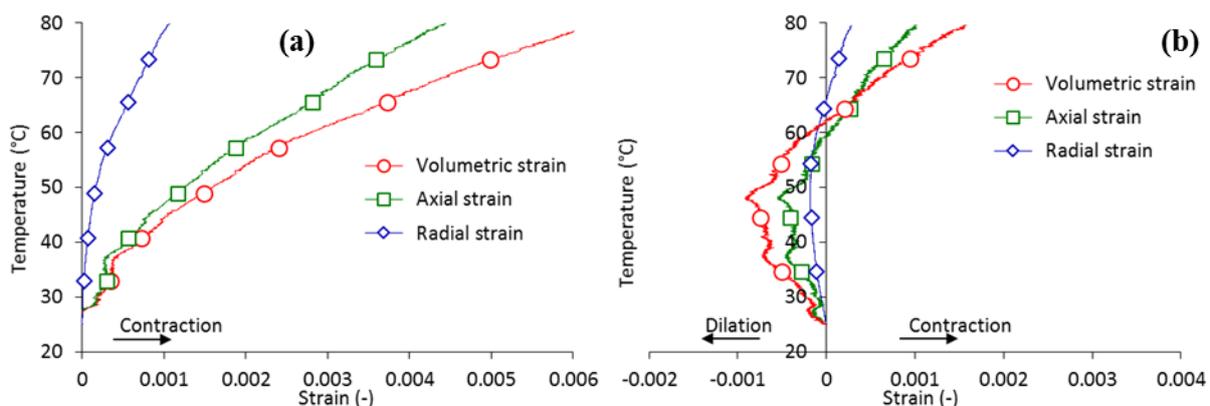


Figure 5-24. Measured (a) and corrected (b) strains in axial and radial LVDTs during heating.

The corrected strains exhibit a thermal expansion between 25°C and 45°C followed by a contraction between 45°C and 80°C. Below 45°C, the curves show that the axial thermal expansion (perpendicular to bedding) is larger than the radial one (parallel to bedding).

5.3.3.3. Volumetric creep under isotropic stress

Before and after running the drained heating test of Figure 5-24, the sample was kept under constant isotropic confining pressure ($\sigma_d = 8$ MPa) at temperatures of 25°C and 80°C for periods of time of 19 and 16 days, respectively. The measured axial and radial strains are plotted in Figure 5-25a and b at both temperatures. A time dependent anisotropic compaction is

observed under both temperatures, evidencing a volumetric creep response under constant isotropic stress, with axial creep strain larger than radial one. One also observes that creep strains are larger at elevated temperature. Actually, the creep rates calculated at both temperatures at times larger than 10 days do not differ too much, with an axial strain rate (perpendicular to bedding) of $4.8 \times 10^{-10} \text{ s}^{-1}$ at 25°C compared to $3.5 \times 10^{-10} \text{ s}^{-1}$ at 80°C and a radial one of $1.5 \times 10^{-10} \text{ s}^{-1}$ at 25°C compared to $0.9 \times 10^{-10} \text{ s}^{-1}$ at 80°C . The larger creep strain observed at 80°C mainly appears during the first 8 days and the creep rates along both axial and radial directions after 10 days are actually smaller at 80°C .

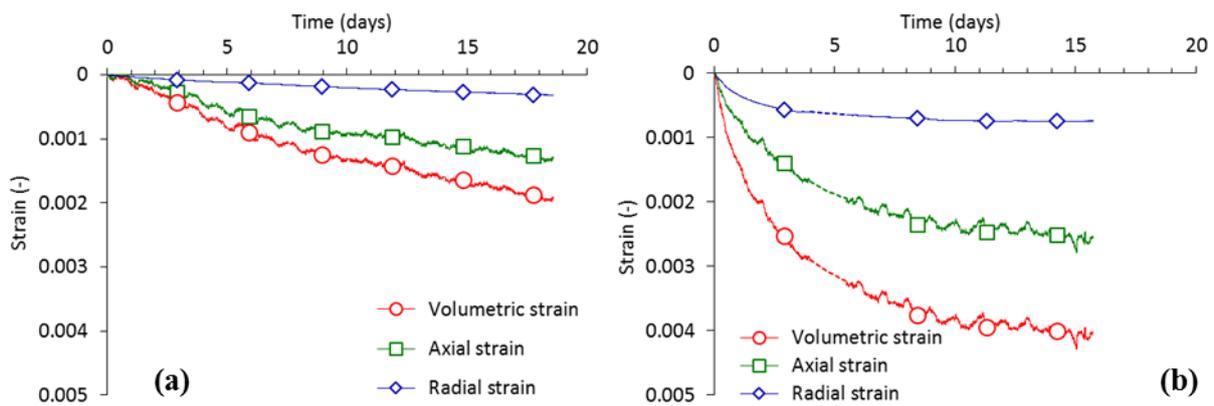


Figure 5-25. Creep strains: (a) 25°C , (b) 80°C .

The volume changes observed all along the test are represented in Figure 5-26, showing successively the volumetric creep at 25°C followed by the thermal contraction/expansion phase observed under drained heating from 25°C to 80°C with finally the volumetric creep at 80°C . This curve suggests that some creep should occur also during the heating phase, and that the thermal dilation coefficients cannot be directly extracted from the curves of Figure 5-25b.

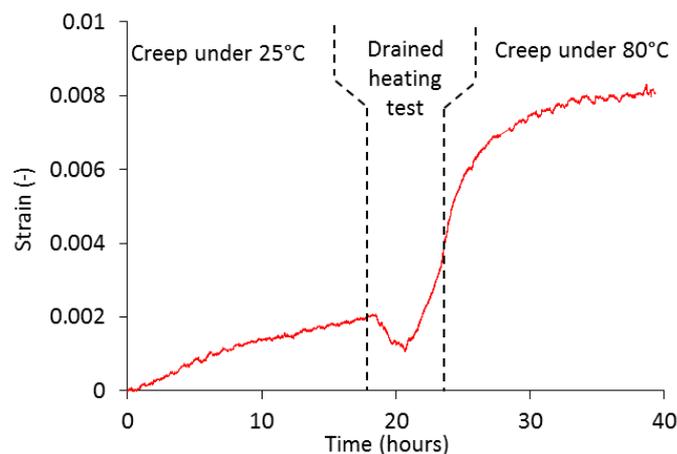


Figure 5-26. Volume changes monitored all along the test.

5.3.4. Discussion and interpretation

5.3.4.1. Creep

Except for the work of Gasc-Barbier et al. (2004), most published creep investigations on the CO_x claystone have been carried out in partially saturated states. No data are available on creep under constant isotropic stress. The samples tested in Gasc-Barbier et al. (2004) were saturated under an isotropic stress of 12 MPa and a pore pressure of 5 MPa, close to the in-situ stress state at 492 m depth where their specimens have been extracted, and to that applied in this work ($\sigma = 12$ MPa and $u_w = 4$ MPa). They applied constant axial stresses of 10, 25, 50 and 75% of the failure shear stress (20 MPa) at both 20°C and 80°C, with test durations of 1 or 2 months.

Other investigations include the uniaxial creep tests of Fabre and Pellet (2006), with a degree of saturation $S_r = 87\%$ under an axial stress of 26 MPa (90% q_{peak}) and the creep tests on specimens equilibrated under 90% relative humidity (S_r around 90%) under confining stresses of 2 MPa and 12 MPa and axial stresses of 50, 75 and 90% peak stress of Armand et al. (2016). Zhang et al. (2010) observed from uniaxial creep tests a significant decrease in creep with decrease in degree of saturation.

At comparable time scales, the axial creep rates obtained in these unsaturated tests ($2.9 \times 10^{-10} \text{ s}^{-1}$ for Armand et al. (2016) at 50% q_{peak} under 12 MPa or $3.7 \times 10^{-10} \text{ s}^{-1}$ for Fabre and Pellet (2006) at 90% q_{peak}) are in the same order of magnitude than what have been obtained in this work at 25°C ($4.8 \times 10^{-10} \text{ s}^{-1}$). The comparison is however not so relevant, given the significantly different conditions: partial saturation reduces the creep rate whereas the application of a differential stress increases it.

For some reasons, the axial creep rate of Gasc-Barbier et al. (2004) on saturated samples under in-situ stress conditions and 10% q_{peak} are significantly smaller ($0.8 \times 10^{-10} \text{ s}^{-1}$) than ours. Their axial creep rate at 80°C ($0.6 \times 10^{-10} \text{ s}^{-1}$) is comparable to that at 25°C, like in our case, with also large creep strain obtained during the first days, like in Figure 5-25b. This difference is difficult to explain, and the differences in specimen composition and experimental procedures might be involved. In our case, high precision local strain measurements with direct contact with the sample were carried out, whereas axial strain measurements in triaxial cells may be affected by friction effects between piston and cell.

Of course, some precautions should be taken when extrapolating the experimental creep data obtained here in laboratory tests to the in-situ intact rock mass, due to possible damage

caused to the sample after the successive stages of air coring, core handling after extraction, core storage in the T1 cell and specimen handling and trimming prior to laboratory testing. We have no information about the quality of the specimens tested in the other creep investigations mentioned above but, as commented earlier, the 87.2% S_r value of our specimen is considered as that of a good quality specimen, and the swelling observed during saturation under in-situ stress is quite small (0.09%).

Definitely, extrapolation to in-situ conditions should be made in close relation with in-situ data on the time dependent response of the rock mass, given that damage tends to over-estimate creep. This is however not straightforward, given that the convergence measurements made around the drift in the Bure URL involves the mobilisation of discontinuities in the Excavation damaged zone (EDZ), as commented in Armand et al. (2013) (see also Guayacan-Carrillo et al. (2016). Armand et al. (2013) mention orders of magnitude between 5 and 1×10^{-5} s^{-1} after between 100 and 1000 days, depending on the location of the measurement point on the gallery wall (roof, edge) and of the orientation of the gallery with respect to the horizontal major and minor stresses.

5.3.4.2. Effects of volumetric creep on thermal strains

The drained heating test presented in Figure 5-24 was aimed at characterising the thermal volume changes of the COx claystone submitted to temperature elevation under stress conditions close to in-situ. The data obtained clearly evidenced some creep strains at both temperatures, with larger creep strains at 80°C compared to 25°C. Experimental data indicated that axial creep strains (perpendicular to bedding) were significantly larger than radial creep strain (parallel to bedding). This is a general feature of the deformability of claystones. It is probably related to the effect of the water molecules adsorbed along the clay minerals within platelets that have a preferential horizontal orientation. It seems that this feature has seldom been observed in terms of creep strains.

Creep deformations hence have to be considered in more detail to separate time dependent strains from the instantaneous thermal response of the claystone, so as to determine the thermo-elastic expansion coefficient. The time-dependent behaviour of COx claystone has been modelled by several authors using viscoplastic constitutive models (e.g. (Shao et al. 2003; Homand et al. 2006) Shao et al. 2003, 2006, Liu et al. 2015, Pardoen and Collin 2016). For sake of simplicity, it was however preferred in a first attempt to adopt a basic viscoelastic Kelvin-Voigt rheological model made up of an elastic spring with bulk modulus K connected in parallel

with a viscous damper of viscosity η , following the approaches adopted by Ghabezloo et al. (2008), Ghabezloo et al. (2009) and Vu et al. (2012) on hardened cement pastes.

Assuming that creep strains are governed by the Terzaghi effective stress σ' , the effective stress σ' is given as a function of the viscoelastic volumetric strain $d\varepsilon^{ve}$ by the following expression:

$$\sigma' = K_{kv} \varepsilon^{ve} + \eta \frac{d\varepsilon^{ve}}{dt} \quad (5-3)$$

In the case of a creep experiment under constant stress and temperature with constant material parameters K_{kv} and η , a closed-form solution of equation (5-3) can easily be found to determine the time-dependent viscoelastic volumetric strains. However, the increase in creep strain rate with temperature under constant stress state observed here evidences a significant temperature dependency of the model parameters. As a consequence, equation (5-3) cannot be solved analytically any longer. A finite difference solution using the Crank-Nicolson scheme given in equation (5-4) was therefore used.

$$\varepsilon^{ve} = \frac{\varepsilon_0^{ve} + \frac{1}{\eta} (\sigma' - K_{kv} \theta \varepsilon_0^{ve}) \Delta t}{1 + \frac{K_{kv}}{\eta} (1 - \theta) \Delta t} \quad (5-4)$$

in which ε and ε_0 are the volumetric strains at current and previous time step, respectively, Δt is the time step and $\theta = 0.5$ following the Crank-Nicolson scheme.

The values of parameters K_{kv} and η were fitted separately at 25°C and 80°C by simulating the creep strains using the finite difference method. A least square error minimization was used to fit the best values of the parameters presented in Tableau 5-3. Parameters of the Kelvin-Voigt model. Table 2. The comparison of the simulated and experimental creep strains presented in Figure 5-27 shows good compatibility.

Tableau 5-3. Parameters of the Kelvin-Voigt model.

Temperature (°C)	K_{kv} (MPa)	η (MPa.min)
25	3500	5.0×10^7
80	1000	0.4×10^7

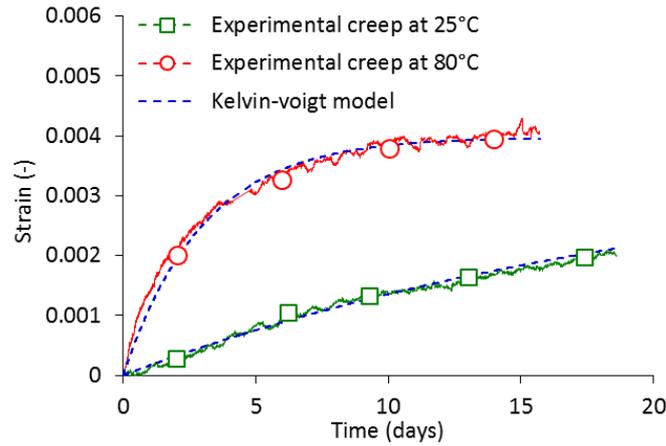


Figure 5-27. Measured and modelled creep strain at 25°C and 80°C.

It is interesting to note the significant effect of temperature on the time-dependent behaviour, as reflected by the decrease in both the modulus K_{kv} (from 3500 MPa at 25°C to 1000 MPa at 80°C) and the viscosity η (from 5.0×10^7 MPa.min at 25°C to 0.4×10^7 MPa.min at 80°C). The simulation of the creep strains under increased temperature, necessary to correct the experimental thermal strains, requires continuous functions for the temperature dependency of viscoelastic parameters. As seen in Equations (5-5) and (5-6), an exponential temperature dependency was assumed for model parameters K_{kv} and η that were evaluated by fitting the parameters at temperatures T_0 and T_1 .

$$K_{kv}(T) = K_{kv}(T_0) e^{a(T-T_0)}; a = \frac{\ln(K_{kv}(T_1)) - \ln(K_{kv}(T_0))}{T_1 - T_0} \quad (5-5)$$

$$\eta(T) = \eta(T_0) e^{b(T-T_0)}; b = \frac{\ln(\eta(T_1)) - \ln(\eta(T_0))}{T_1 - T_0} \quad (5-6)$$

The measured volumetric strains during the overall test including creep phases and the drained heating phase are now compared with the simulation results in Figure 5-28, confirming again the excellent estimation of the creep strains using the fitted viscoelastic model.

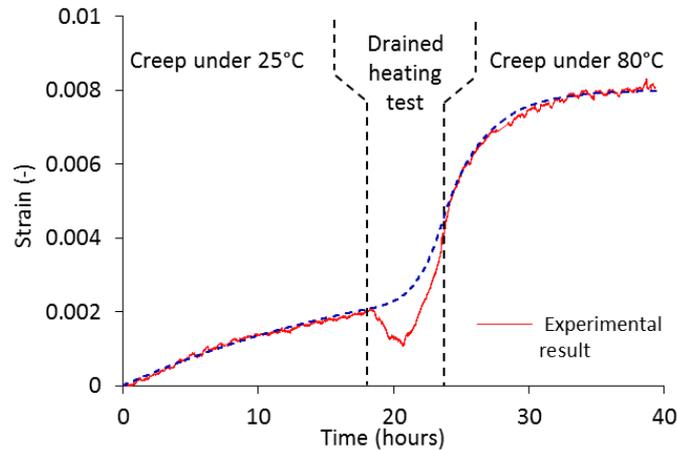


Figure 5-28. Overall measured strain and vs Kelvin-Voigt estimated creeping strain.

Note however that this simple approach was fitted on the creep phases of the test at 25 and 80°C and doesn't account for possible effects of the contraction/expansion response observed during the drained heating test, before the creep phase at 80°C. The main aim of this simple model is to provide a reasonable estimation of the creep strain at 25 and 80°C, so as to provide a more precise determination of the instantaneous thermal response of the claystone.

This is done in Figure 5-29 in which the simulated creep volumetric strain was subtracted from the measured total strain volumetric strain. Comparing the volumetric strains with and without creep in Figure 5-29 shows the significant effect of creep on the volumetric response under heating, particularly for the thermal contraction phase. The corrected curve now permits the determination of the drained thermal expansion coefficient α_d of the COx claystone, equal to $4.82 \times 10^{-5} (\text{°C})^{-1}$. The thermal contraction coefficient C_T is equal to $1.82 \times 10^{-5} (\text{°C})^{-1}$.

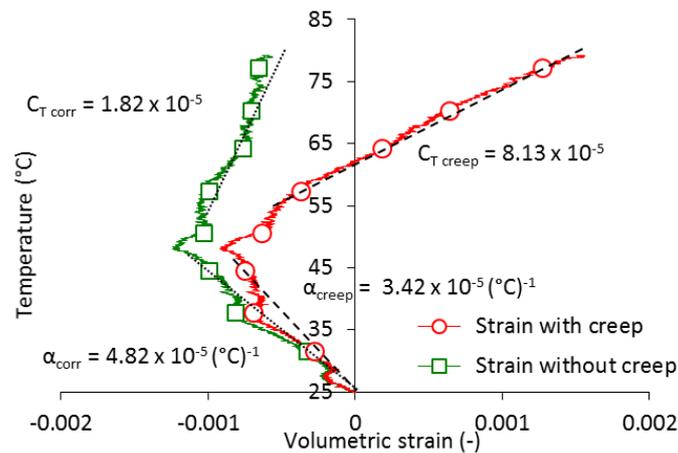


Figure 5-29. Comparison of the thermal volume changes with and without creep.

5.3.4.3. Discussion on the thermal volume changes

Whereas the thermal volume changes of clays are more documented, following the pioneering contribution of Hueckel and Baldi (1990), rather few data are available on claystones and shales. The drained heating test carried out in this work was aimed at investigating the thermal response of the COx claystone under stress conditions close to in-situ ones. The results showed a volumetric creep during the saturation phase at 25°C and at 80°C, after a drained heating test. A simple viscoelastic approach was used to subtract the creep volumetric strains from the total volumetric strains measured, so as to investigate the instantaneous thermomechanical response of the COx claystone.

At the beginning of heating (between 25 and 45°C), this response is thermoelastic, as already observed in other clays and claystones. Some degree of anisotropy was also observed, and a thermal volumetric expansion coefficient α_d of $4.82 \times 10^{-5} (\text{°C})^{-1}$ was obtained. This

response, similar to that traditionally observed in natural overconsolidated soils (e.g. Hueckel and Baldi (1990) and Sultan et al. (2002) on Boom clay, Abuel-Naga et al. (2007) on Bangkok clay, is comparable to that of another claystone, the Opalinus Clay, for which Monfared et al. (2011) determined a comparable thermo-elastic volumetric expansion coefficient $\alpha_d = 5.9 \times 10^{-5} (\text{°C})^{-1}$. Other published values of thermo-elastic volumetric expansion coefficients include that provided by Auvray (2004) in Gens et al. (2007) ($\alpha_d = 4.5 \times 10^{-5} (\text{°C})^{-1}$) and that used in Muñoz et al. (2009, $\alpha_d = 4.05 \times 10^{-5} (\text{°C})^{-1}$), from data from Hohner and Bossart (1998).

Tableau 5-4. Thermal expansion coefficients of the main minerals of the COx.

Mineral	Thermal expansion coefficient $\alpha_s (\text{°C}^{-1})$
Clay (45%)	3.4×10^{-5} (McTigue, 1986)
Quartz (23%)	3.3×10^{-5} (Palciauskas and Domenico, 1982)
Calcite (28%)	1.4×10^{-5} (Fei, 1995)
Feldspars (4%)	1.1×10^{-5} (Fei, 1995)
Water	27×10^{-5} (Spang, 2002)

The value obtained here is in the range of other values provided on claystones, with actually rather small variability observed in data from various labs. They are also in the same order of magnitude, although a little bit larger, than the thermal expansion coefficients of various minerals given in the literature presented in Tableau 5-4. Thermal expansion coefficients of the main minerals of the COx. (see also Ghabezloo and Sulem (2009) and Delage (2013)). The thermal expansion coefficient of the clay matrix (that constitutes around 50% of the COx claystone) is $3.4 \times 10^{-5} (\text{°C})^{-1}$, close to that of quartz minerals (22% of the COx claystone) whereas the thermal expansion coefficients of calcite (28%) and feldspars are smaller.

Observation of the thermal strains of Figure 5-24 shows that axial thermal strains are larger than the radial ones. These strains are due to the combined effect of temperature elevation (thermo-elastic strains) and creep strains, with also some increase in creep rate with increased temperature. It is hence somewhat difficult to draw any conclusion about the anisotropy that would affect instantaneous thermo-elastic strains. At a first glance, one could suspect from Figure 5-24 that axial thermo-elastic strains could be larger than radial ones, but this conclusion needs to be further confirmed. It is not in agreement with data from Auvray (2004), who obtained a smaller thermo-elastic linear expansion coefficient perpendicular to the bedding plane ($\alpha_{\perp} = 1.1 \times 10^{-5} (\text{°C})^{-1}$) than parallel to bedding ($\alpha_{//} = 1.7 \times 10^{-5} (\text{°C})^{-1}$). The combination of

both values led to the value of volumetric thermal expansion coefficient $\alpha_d = 4.5 \times 10^{-5} (\text{°C})^{-1}$ mentioned above. Further investigation is needed in this respect.

The thermo-elastic phase observed in Figure 5-24 is followed, above 48°C, by a plastic contraction also characterised by radial strain larger than axial ones, providing a volumetric thermal contraction coefficient $C_T = 1.8 \times 10^{-5} (\text{°C})^{-1}$. The transition between thermoelastic expansion and thermoplastic contraction observed in Figure 5-29 is typical of overconsolidated clays (e.g. Baldi et al. (1988) and Sultan et al. (2002) on the Boom clay, Abuel-Naga et al. (2007) on Bangkok clay). Mohajerani et al., (2013) also observed this trend under in-situ stress conditions on a COx specimen previously submitted to stress larger than in-situ. It has also been observed on the Opalinus Clay by Monfared et al. (2011b), at a temperature equal to the highest one experienced by the clay during its geological history. Interestingly, this is also true here, since Blaise et al., (2014) determined for the COx claystone a maximum burial temperature of $50 \pm 5 \text{°C}$, to compare with the temperature of 48°C at which the transition between thermoelastic compression and plastic contraction is observed on the COx claystone (Figure 5-29). This means that the claystone kept the memory of the highest experienced temperature, below which it exhibits a thermoelastic expansion. In other words, temperature has an effect comparable to that of stress, with an elastic response in a range of temperature already supported, followed by yielding and plastic contraction when this limit is passed, exhibiting a thermal hardening behaviour. This is compatible with existing thermo-plastic models that provide a definition of an elastic zone and of a yield curve in the p, T plane (e.g. Hueckel and Borsetto (1990), Sultan et al. (2002)).

5.4. Conclusion

The development of a high precision local strain monitoring system with two radial and an axial LVDT with stems directly put in contact with the specimen through the membrane allowed to precisely follow the mechanical and thermal volume strains induced by a drained temperature elevation under stress conditions close to in-situ ones. A first consequence of this enhanced precision was the observation of anisotropic creep strains under constant isotropic stress at ambient temperature and at 80°C.

Careful calibration of the thermal deformations of the system were carried out to get the exact strains during the drained heating test. Comparison with other published data on the COx claystone are not straightforward due to different testing conditions, in terms of partial saturation of the specimens, of application of confining or axial stress during the creep test.

A satisfactory fit of the creep volumetric strain at 25 and 80°C was obtained by adopting a simple viscoelastic Kelvin-Voigt model. This model that accounted for the increase in creep strain with temperature, allowed to subtract the creep strain to the total strain so as to determine the instantaneous thermal response of the COx claystone. The creep enhancement with temperature resulted in the decrease in both the modulus K_{kv} (from 3500 to 1000 MPa) and the viscosity η (from 5.0×10^7 to 0.4×10^7 MPa.min) when passing from 25 to 80°C.

Observation of the instantaneous strains showed that heating under constant in-situ stress led first to thermo-elastic expansion up to a temperature of 48°C, close to the maximum burial temperature experienced by the claystone (50°C). This dilation was followed by yielding and thermo-plastic contraction, as observed in the Opalinus Clay (Monfared et al., 2011b). The thermal hardening phenomenon evidenced in the Opalinus Clay is then also observed on the Callovo-Oxfordian claystone.

These results are thought to be of some interest when calculating the volume changes generated by temperature elevation around the waste disposal cells at great depth, showing that the thermoporoelastic assumption is valid up to a certain temperature. Above 48°C, thermoplastic contraction will probably result in some stress redistribution that should be accounted for.

Conclusions et perspectives

Conclusions et perspectives

1. Conclusions

Le travail réalisé dans cette thèse est le prolongement de travaux précédemment réalisés dans le laboratoire Navier-CERMES à l'école des Ponts ParisTech pour la caractérisation du comportement Thermo-Hydro-Mécanique de roches argileuses considérées comme roche-hôtes potentielles pour le stockage géologique profond des déchets radioactifs de haute activité à vie longue. Les deux matériaux étudiés, l'argilite du Callovo-Oxfordien (France) et de l'Argile à Opalinus (Suisse) ont une très faible perméabilité. Ce paramètre clés vis-à-vis de la sûreté du stockage rend délicate la caractérisation expérimentale de ces matériaux au laboratoire. Les essais mécaniques correctement drainés sur des roches argileuses saturées sont difficiles à réaliser à cause des longues durées d'essai qui peuvent en résulter.

Une attention particulière a été portée dans ce travail à l'amélioration des procédures de saturation et de drainage. Un faible chemin de drainage de 10 mm a été adopté sur une cellule isotrope destinée à la caractérisation des paramètres poroélastiques des géomatériaux à faible perméabilité. Les échantillons testés font 38 mm de diamètre et 10 mm de hauteur et sont saturés et drainés par le bas. Les essais triaxiaux menés dans cette thèse ont été réalisés dans une cellule triaxiale sur des échantillons classiques avec un diamètre de 38 mm et une hauteur de 76 mm. Un système spécifique a été développé pour réduire le chemin de drainage à 19 mm. Les échantillons sont enveloppés dans des géotextiles distincts connectés aux pierres poreuses supérieure et inférieure pour assurer, séparément, un drainage latéral des parties supérieures et inférieures des échantillons. Grâce à ces chemins de drainage, les temps de saturation sont réduits à 2-3 jours sur la cellule isotrope et à une dizaine de jours sur la cellule triaxiale. Les vitesses de chargement mécanique adoptées pour assurer un bon drainage et dissiper les pressions interstitielles en compression isotrope et en cisaillement ont été déterminées par des calculs poroélastiques, confirmant la nécessité de vitesses suffisamment lentes. Une autre avancée importante est la mise en œuvre de mesures de déformations locales de haute précision grâce à un contact direct assuré, au travers de la membrane de confinement, entre les tiges des capteurs de déplacement (LVDTs) et le matériau. Ceci a permis d'avoir des précisions en déplacement de l'ordre de $0.1 \mu\text{m}$, soit 10^{-5} en déformations.

Les deux matériaux étudiés sont d'origine sédimentaire impliquant une structuration isotrope transverse correspondant à l'existence de plans de litage. Une étude de la poroélasticité de l'argilite du Callovo-Oxfordien a été conduite sur la cellule de compression isotrope à faible longueur de drainage (10 mm). Du fait de la bonne précision en mesure de déformations, des

cycles de chargement de faibles amplitudes sont rendus possibles dans le domaine élastique. L'analyse dans le cadre de poroélasticité isotrope transverse sous conditions de chargement isotrope a permis d'écrire l'expression des coefficients de Biot b_1 (perpendiculaire aux plans de stratification) et b_2 (dans le sens des plans de stratification) en fonction du coefficient de Poisson ν_{12} , ainsi que l'expression des différents modules anisotropes mesurés dans les différents essais. Une étude paramétrique a montré que les coefficients b_1 et b_2 sont faiblement sensibles au coefficient de Poisson ν_{12} . Les mesures précises des déformations axiale et radiale de l'éprouvette ont permis la détermination des coefficients de Biot isotropes transverses, avec des coefficients de Biot plus élevés dans le sens du plan de stratification (b_2) que dans le sens perpendiculaire au plan de stratification (b_1).

Le suivi des déformations volumiques lors des cycles de chargement hydromécaniques a permis de déterminer directement les paramètres poroélastiques isotropes équivalents de l'argilite du COx : module de compression drainée K_d , module de compression non-drainé K_u , coefficient de Skempton B , module de Biot H et module sans membrane K_s qui renseigne sur la déformabilité des grains solides. La mesure de K_s est délicate au laboratoire, et une valeur $K_s = 21.7$ GPa a été mesurée directement par un essai sans membrane. Ces données sont rares dans les argiles et argilites. La valeur de K_s a été confirmée par une évaluation indirecte à deux reprises, montrant qu'elle n'était pas dépendante de la contrainte appliquée. Une très bonne compatibilité entre les résultats de différents essais a été trouvée, démontrant leur qualité, la robustesse de la méthode utilisée et donnant confiance aux données expérimentales obtenues. Sur des échantillons extraits au niveau du laboratoire souterrain de Bure à 490 m avec une fraction d'argile d'environ 50%, la valeur du coefficient Biot isotrope équivalent est égale à 0,91 sous un état de contraintes proche des conditions in-situ (contrainte de confinement = 12 MPa et pression interstitielle = 4 MPa).

La réponse mécanique des argiles et des roches argileuses gonflantes est influencée par les interactions argile-eau le long des faces des minéraux de smectites présents dans leur fraction argileuse. Cet effet est souvent pris en compte dans les sols argileux et les roches en faisant une distinction entre l'eau libre et l'eau adsorbée. En comparant la valeur théorique poroélastique du paramètre de Skempton B à celle obtenue expérimentalement à partir d'un essai de compression isotrope non-drainé, on a montré que l'utilisation de la porosité totale tendait à sous-estimer le coefficient de Skempton. Inversement, si l'on considère la porosité située entre les plaquettes de la matrice argileuse, déterminée par intrusion de mercure, on obtient des valeurs compatibles de B . Cette réflexion permet de montrer l'effet de l'eau

adsorbée par rapport à la porosité active dans les argilites. La non-contribution de l'eau interfoliaire contenue dans les plaquettes dans les couplages hydromécaniques est démontrée, la porosité active correspondant à la porosité inter-plaquettes, soit autour de 70 – 80% de l'eau totale.

L'efficacité de la méthode développée pour la réalisation d'essais triaxiaux en condition drainée sur des échantillons correctement saturés a été vérifiée sur l'argilite du Callovo-Oxfordien. Grâce à cette saturation et à l'application de taux de cisaillement suffisamment faibles pour éviter les surpressions interstitielles, nous avons mesuré deux résistances au pic compatibles avec un critère bien défini, dans des conditions analogues de saturation et de drainage, par Hu et al. (2014) et Menaceur et al. (2015). Un programme d'essais triaxiaux sur l'Argile à Opalinus a permis de définir un critère de rupture de la roche non linéaire compatible avec la formulation de Hoek-Brown. Ces résultats sont en bon accord avec de récents résultats d'essais réalisés saturés drainés et non drainés. La comparaison de nos résultats avec ceux d'essais réalisés récemment sur l'argilite du Callovo-Oxfordien et l'Argile à Opalinus montre que ces deux matériaux ont des critères de rupture assez proches, en accord avec la similitude de leur composition.

Le développement du système local de mesure des déformations a permis de suivre précisément les déformations volumiques mécaniques et thermiques induites par un chauffage drainé dans la cellule isotrope sous contraintes proches aux conditions in-situ. Cette précision a permis l'observation sur l'argilite du COx d'un fluage volumique anisotrope sous contrainte isotrope constante, à des températures de 25°C et à 80°C. Un étalonnage minutieux des déformations parasites dues à la dilatation thermique du système a été effectué en réalisant un cycle de chauffage sur un échantillon métallique. L'effet du fluage sur les déformations volumiques mesurées lors d'un essai chauffage drainé sur l'argilite du COx entre 25°C et à 80°C a été considéré en utilisant le modèle viscoélastique de Kelvin-Voigt pour soustraire la déformation différée de la déformation mesurée et définir la déformation instantanée due au chauffage. On montre un comportement thermo-élasto-plastique de l'argilite du COx consistant en une dilatation thermoélastique entre 25°C et 48°C, suivie d'une contraction thermoplastique jusqu'à 80°C. La température de transition de 48°C correspond à la température maximale qu'a subie la roche durant son histoire géologique, ce qui confirme une observation déjà faite sur l'Argile à Opalinus.

2. Perspectives

Les travaux réalisés avec les dispositifs développés dans cette thèse ont permis de définir clairement les valeurs numériques des paramètres poroélastiques de l'argilite du Callovo-Oxfordien à 25°C, avec une bonne compatibilité entre diverses approches. Comme il est prévu que la température augmente à 90°C dans la roche lors de la phase d'exploitation, il serait important de mettre en œuvre ces techniques expérimentales pour étudier l'effet de la température sur les paramètres poroélastiques. Il semble que les modules élastiques ne soient pas affectés par la température (Mohajerani et al. 2013; Menaceur et al. 2015), mais il serait intéressant d'explorer l'effet de la température sur le module K_s . Nous avons considéré que le faible module K_s obtenu dans ce travail était dû au fait que l'eau adsorbée agissait comme une partie intégrante de la phase solide. A haute température, en plus de la diminution de la viscosité de l'eau facilitant les transferts, les liaisons physico-chimiques entre l'eau et les particules argileuses sont modifiées et il est probable que ceci ait un effet sur la valeur du module K_s .

On a déterminé dans ce travail deux coefficients de Biot b_1 et b_2 (mesurés respectivement selon les axes perpendiculaire et parallèle au litage) qui caractérisent l'isotropie transverse de l'argilite du Callovo-Oxfordien, avec b_2 supérieur à b_1 . Cette tendance mériterait d'être explorée plus en détail. L'étude paramétrique concernant l'effet d'une éventuelle anisotropie des grains solides sur les coefficients de Biot (en utilisant la définition du tenseur de coefficients de Biot \underline{b} écrit en fonction des tenseurs de rigidité macroscopique du matériau et du tenseur de rigidité des grains solides), fournit un résultat compatible avec nos résultats expérimentaux. En revanche, l'hypothèse d'isotropie des grains solides à l'échelle microscopique révèle une tendance inverse ($b_1 > b_2$). Il serait important d'étudier ces aspects plus en détail et de définir éventuellement un tenseur de rigidité des grains solides.

L'anisotropie des grains solides pourraient être également traitée par des moyens mathématiques, à savoir la modélisation micromécanique et la technique d'homogénéisation. La présence des particules argileuses avec une orientation horizontale préférentielle laisse penser que l'axe d'isotropie transverse des grains (s'ils sont anisotropes) est parallèle à l'axe de symétrie de révolution du matériau à l'échelle macroscopique. L'effet de l'orientation des grains sur le paramètre volumique macroscopique K_s pourrait faire l'objet d'une étude d'homogénéisation avec prise en compte des probabilités d'orientation des grains solides.

Les données obtenues avec les essais triaxiaux drainés sur des éprouvettes saturées des deux argilites considérées dans ce travail se sont révélées assez compatibles et ont confirmé

l'effet de la porosité sur la résistance des argilites. Cette méthodologie mériterait d'être élargie à d'autres éprouvettes provenant d'autres niveaux pour confirmer cette tendance et donner une idée plus précise de la variabilité naturelle des argilites, fonction en particulier des proportions relatives des minéraux argileux et calcaires. Enfin, l'effet de la température sur la réponse des argilites mériterait également d'être approfondi. Les résultats des essais triaxiaux, complétés par un nombre plus grand d'essais sous différentes pressions de confinement et suivant différents chemins de contraintes, sont nécessaires pour le développement et le calage des lois constitutives élastoplastiques pour les matériaux étudiés.

Références bibliographiques

- [1]. Abuel-Naga HM, Bergado DT, Bouazza A (2007) Thermally induced volume change and excess pore water pressure of soft Bangkok clay. *Eng Geol* 89:144–154. doi: 10.1016/j.enggeo.2006.10.002
- [1]. Abuel-Naga HM, Bergado DT, Bouazza A (2007) Thermally induced volume change and excess pore water pressure of soft Bangkok clay. *Eng Geol* 89:144–154. doi: 10.1016/j.enggeo.2006.10.002
- [2]. Aichi M, Tokunaga T (2011) Thermodynamically consistent anisotropic constitutive relations for a poroelastic material saturated by two immiscible fluids. *Int J Rock Mech Min Sci* 48:580–584.
- [3]. Andra (2005) *Synthesis argile: evaluation of the feasibility of a geological repository in argillaceous formation.*
- [4]. Armand G, Conil N, Talandier J, Seyedi DM (2016) Fundamental aspects of the hydromechanical behaviour of Callovo-Oxfordian claystone: From experimental studies to model calibration and validation. *Comput Geotech.*
- [5]. Armand G, Leveau F, Nussbaum C, et al (2013a) Geometry and Properties of the Excavation-Induced Fractures at the Meuse/Haute-Marne URL Drifts. *Rock Mech Rock Eng.* doi: 10.1007/s00603-012-0339-6
- [6]. Armand G, Noiret A, Zghondi J, Seyedi DM (2013b) Short- and long-term behaviors of drifts in the Callovo-Oxfordian claystone at the Meuse/Haute-Marne Underground Research Laboratory. *J Rock Mech Geotech Eng* 5:221–230.
- [7]. Aublivé-Conil N (2003) *Modélisation du comportement mécanique des argiles raides avec prise en compte de l'endommagement : application aux argilites de l'Est.* PhD thesis, Université de Cergy Pontoise.
- [8]. Auvray C (2004) Thermomechanical tests on opalinus clays of the Mont Terri, ANDRA Report C.RP.OENG.04–0239.
- [9]. Baldi G, Hueckel T, Pellegrini R (1988) Thermal volume changes of the mineral-water system in low-porosity clay soils. *Can Geotech J* 25:807–825.
- [10]. Bass JD (1995) Elasticity of Minerals, Glasses, and Melts. In: Thomas JA (ed) *Mineral physics and crystallography: a handbook of physical constants.* American Geophysical Union, pp 45–63
- [11]. Belmokhtar M, Delage P, Ghabezloo S, et al (2016) Poroelasticity of the Callovo–Oxfordian Claystone. *Rock Mech Rock Eng.* doi: 10.1007/s00603-016-1137-3
- [12]. Bemer E, Longuemare P, Vincké O (2004) Poroelastic parameters of Meuse/Haute Marne argillites: effect of loading and saturation states. *Appl Clay Sci* 26:359–366.
- [13]. Bérend I, Cases JM, François M, et al (1995) Mechanism of Adsorption and Desorption of Water Vapor by Homoionic Montmorillonites: 2. The Li⁺, Na⁺, K⁺, Rb⁺, and Cs⁺-exchanged Forms. *Clays Clay Miner* 43:324–336. doi: 10.1346/CCMN.1995.0430307
- [14]. Biot MA (1941) General theory of three-dimensional consolidation. *J Appl Phys* 12:155–163. doi: 10.1063/1.1712886
- [15]. Biot MA, Willis DG (1957) The elastic coefficients of the theory of consolidation. *J appl Mech* 594–601. doi: 10.1002/9780470172766.ch13

- [16]. Bishop AW (1976) The influence of system compressibility on the observed pore-pressure response to an undrained change in stress in saturated rock. *Géotechnique* 26:371–375.
- [17]. Bishop AW, Blight GE (1963) Some Aspects of Effective Stress in Saturated and Partly Saturated Soils. *Géotechnique* 13:177–197. doi: 10.1680/geot.1963.13.3.177
- [18]. Bishop AW, Henkel DJ (1957) The measurement of soil properties in the triaxial test. Edward Arnold (Publishers) LTD, London
- [19]. Blaise T, Barbarand J, Kars M, et al (2014) Reconstruction of low temperature (<100°C) burial in sedimentary basins: A comparison of geothermometer in the intracontinental Paris Basin. *Mar Pet Geol* 53:71–87. doi: 10.1016/j.marpetgeo.2013.08.019
- [20]. Bolt GH (1956) Physico-chemical analysis of the compressibility of pure clays.
- [21]. Boulin PF, Angulo-Jaramillo R, Daian JF, et al (2008) Pore gas connectivity analysis in Callovo-Oxfordian argillite. *Appl Clay Sci* 42:276–283. doi: 10.1016/j.clay.2008.01.014
- [22]. Brown RJS, Korringa J (1975) On the Dependence of the Elastic Properties of a Porous Rock on the Compressibility of the Pore Fluid. *Geophysics* 40:608–616. doi: 10.1190/1.1440551
- [23]. Cases JM, Berend I, Francois M, et al (1997) Restricted access Mechanism of adsorption and desorption of water vapor by homoionic montmorillonite; 3, The Mg (super 2+) , Ca (super 2+) , and Ba (super 3+) exchanged forms. *Clays Clay Miner* 45:8–22.
- [24]. Charlier R, Collin F, Pardoën B, et al (2013) An unsaturated hydro-mechanical modelling of two in-situ experiments in Callovo-Oxfordian argillite. *Eng Geol* 165:46–63.
- [25]. Cheng AH (1997) Material coefficients of anisotropic poroelasticity. *Int J Rock Mech Min Sci* 34:199–205.
- [26]. Chiarelli AS (2000) Étude expérimentale et modélisation du comportement mécanique de l'argilite de l'est. PhD thesis, Université Lille I.
- [27]. Chiarelli AS, Shao JF, Hoteit N (2003) Modeling of elastoplastic damage behavior of a claystone. *Int J Plast* 19:23–45.
- [28]. Colin N. Expérimentations thermiques in-situ (TER, TEC et TED) DTRAMFS100060, Rapport ANDRA, 2010.
- [29]. Corkum AG, Martin CD (2007) The mechanical behaviour of weak mudstone (Opalinus Clay) at low stresses. *Int J Rock Mech Min Sci* 44:196–209. doi: 10.1016/j.ijrmms.2006.06.004
- [30]. Coussy O (2004) Poromechanics. Wiley, New York
- [31]. Coussy O (1991) Mécanique des milieux poreux.
- [32]. Coussy O (2007) Revisiting the constitutive equations of unsaturated porous solids using a Lagrangian saturation concept. 1675–1694.
- [33]. Coyner KB (1984) Effects of stress, pore pressure, and pore fluids on bulk strain, velocity, and permeability in rocks. PhD thesis, MIT.
- [34]. Davy CA, Skoczylas F, Barnichon J-D, Lebon P (2007) Permeability of macro-cracked argillite under confinement: Gas and water testing. *Phys Chem Earth, Parts A/B/C* 32:667–680.
- [35]. Delage P (2013) On the thermal impact on the excavation damaged zone around deep radioactive waste disposal. *J Rock Mech Geotech Eng* 5:179–190.

- [36]. Delage P, Cui YJ, Tang a M (2010) Clays in radioactive waste disposal. *J Rock Mech Geotech Eng* 2:111–123. doi: 10.3724/SP.J.1235.2010.00111
- [37]. Delage P, Le T-T, Tang A-M, et al (2007) Suction effects in deep Boom clay block samples. *Géotechnique* 57:239–44.
- [38]. Delage P, Marcial D, Cui YJ, Ruiz X (2006) Ageing effects in a compacted bentonite: a microstructure approach. *Géotechnique* 56:291–304. doi: 10.1680/geot.2006.56.5.291
- [39]. Delage P, Menaceur H, Tang A-M, et al (2014a) Suction effects in deep Callovo-Oxfordian claystone. 3:84–88.
- [40]. Delage P, Menaceur H, Tang A-M, Talandier J (2014b) Suction effects in deep Callovo-Oxfordian claystone Suction effects in deep Callovo-Oxfordian claystone. *Géotechnique Lett* 4:267–271.
- [41]. Detournay E, Cheng AH (1993) Fundamentals of Poroelasticity. Chapter 5 Compr Rock Eng Princ Pract Proj Vol II, Anal Des Method, ed C Fairhurst, Pergamon Press II:113–171.
- [42]. Escoffier S (2002) Caractérisation expérimentale du comportement hydromécanique des argilites de Meuse Haute-Marne. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Lorraine.
- [43]. Escoffier S, Homand F, Giraud A, et al (2005) Under stress permeability determination of the Meuse/Haute-Marne mudstone. *Eng Geol* 81:329–340. doi: 10.1016/j.enggeo.2005.06.020
- [44]. Ewy R, Stankovich RJ, Bovberg CA (2003) Mechanical behavior of some clays and shales from 200 m to 3800 m depth. In: 39th U.S. Rock Mechanics Symposium/12th Panamerican Conference Soil Mech & Geotech Eng. MIT, Cambridge, USA, 22–26 June 2003.
- [45]. Ewy RT (2015) Shale/claystone response to air and liquid exposure, and implications for handling, sampling and testing. *Int J Rock Mech Min Sci* 80:388–401.
- [46]. Fabre G, Pellet F (2006) Creep and time-dependent damage in argillaceous rocks. *Int J Rock Mech Min Sci* 43:950–960. doi: 10.1016/j.ijrmms.2006.02.004
- [47]. Favero V (2017) Multiphysical behaviour of shales from Northern Switzerland. Thèse École polytechnique fédérale de Lausanne EPFL, n° 7539
- [48]. Fei Y (1995) Thermal expansion. In: Thomas JA, editor. *Mineral Physics and Crystallography: A Handbook of Physical Constants*. Miner Phys Crystallogr A Handb Phys Constants Washington, DC Amer Geophys Union 29–44.
- [49]. Ferfera FMR (2001) Mécanismes physiques de l'évolution de la perméabilité d'un grès sous chargements simulant la déplétion d'un gisement. *Oil Gas Sci Technol* 56:347–355. doi: 10.2516/ogst:2001030
- [50]. Ferrage E, Kirk CA, Cressey G, Cuadros J (2007) Dehydration of Ca-montmorillonite at the crystal scale. Part I: Structure evolution. *Am Mineral* 92:994–1006. doi: 10.2138/am.2007.2396
- [51]. Ferrage E, Lanson B, Sakharov BA, Drits VA (2005) Investigation of smectite hydration properties by modeling of X-ray diffraction profiles. Part 1. Montmorillonite hydration properties. *Am Mineral* 90:1358–1374. doi: 10.2138/am.2005.1776
- [52]. Garitte B, Gens A, Vaunat J, Wileveau Y (2007) Characterization of the THM parameters of Callovo-Oxfordian mudstone by interpretation of an in situ heating test. Third

- international meeting of Clays in natural and engineered barriers for radioactive waste confinement symposium, Lille, 2007. 2–3.
- [53]. Gasc-Barbier M, Chanchole S, Bérest P (2004) Creep behavior of Bure clayey rock. *Appl Clay Sci* 26:449–458. doi: 10.1016/j.clay.2003.12.030
- [54]. Gaucher E, Robelin C, Matray JM, et al (2004) ANDRA underground research laboratory: Interpretation of the mineralogical and geochemical data acquired in the Callovian-Oxfordian formation by investigative drilling. *Phys Chem Earth* 29:55–77.
- [55]. Gens A, Vaunat J, Garitte B, Wileveau Y (2007) In situ behaviour of a stiff layered clay subject to thermal loading : observations and interpretation. *Géotechnique* 57:207–228.
- [56]. Ghabezloo S, Hemmati S (2011) Poroelasticity of a micro-heterogeneous material saturated by two immiscible fluids. *Int J Rock Mech Min Sci* 48:1376–1379.
- [57]. Ghabezloo S, Sulem J (2009) Stress dependent thermal pressurization of a fluid-saturated rock. *Rock Mech Rock Eng* 42:1–24.
- [58]. Ghabezloo S, Sulem J (2010) Effect of the volume of the drainage system on the measurement of undrained thermo-poro-elastic parameters. *Int J Rock Mech Min Sci* 47:60–68.
- [59]. Ghabezloo S, Sulem J, Guédon S, et al (2008) Poromechanical behaviour of hardened cement paste under isotropic loading. *Cem Concr Res* 38:1424–1437.
- [60]. Ghabezloo S, Sulem J, Saint-Marc J (2009a) The effect of undrained heating on a fluid-saturated hardened cement paste. *Cem Concr Res* 39:54–64.
- [61]. Ghabezloo S, Sulem J, Saint-Marc J (2009b) Evaluation of a permeability-porosity relationship in a low-permeability creeping material using a single transient test. *Int J Rock Mech Min Sci* 46:761–768.
- [62]. Gibson RE, Henkel DJ (1954) Influence of Duration of tests at Constant Rate of Strain on Measured “Drained” Strength. *Géotechnique* 4:6–15. doi: 10.1680/geot.1954.4.1.6
- [63]. Giger S, Ewy R, Stankovic R (2017) Consolidated-Undrained Triaxial Test Results of Opalinus Clay and Comparison with Caprock Shales. In: Ferrari A, Laloui L (eds) *Advances in Laboratory Testing and Modelling of Soils and Shales (ATMSS)*. Springer International Publishing, pp 330–337
- [64]. Giger SB, Marschall P (2014) Geomechanical properties, rock models and in-situ stress conditions for Opalinus Clay in Northern Switzerland. Rapport Nagra NAB 14-01.
- [65]. Gräsle W (2011) Multistep triaxial strength tests: Investigating strength parameters and pore pressure effects on Opalinus Clay. *Phys Chem Earth* 36:1898–1904. doi: 10.1016/j.pce.2011.07.024
- [66]. Gray WG, Schrefler BA (2001) Thermodynamic approach to effective stress in partially saturated porous media. *Eur J Mech* 20:521–538.
- [67]. Guayacan-Carrillo LM, Sulem J, Seyedi DM, et al (2016) Analysis of Long-Term Anisotropic Convergence in Drifts Excavated in Callovo-Oxfordian Claystone. *Rock Mech Rock Eng* 49:97–114. doi: 10.1007/s00603-015-0737-7
- [68]. Hart DJ, Wang HF (1995) Laboratory measurements of a complete set of poroelastic moduli for Berea sandstone and Indiana limestone. *J Geophys Res* 100:741–751.
- [69]. Hecht F (2012) New development in freefem+. *J Numer Math* 20:251–265. doi: 10.1515/jnum-2012-0013

- [70]. Heitz JF (1999) Site de Meuse/Haute-Marne, argilites du Callovo-Oxfordien, détermination en laboratoire de coefficients poromécaniques et calculs poromécaniques 2D d'ouvrages souterraines de stockage.
- [71]. Hoek E, Brown ET (1980) Empirical strength criterion for rock masses. *J. Geotech. Eng. Div. ASCE*, 106, N° GT9, pp. 1013-1035.
- [72]. Hohner M, Bossart P (1998) Geological, mineralogical, geochemical, geomechanical and hydraulic parameters of Opalinus Clay derived by in-situ and laboratory experiments, Mont Terri Technical Note 98-49.
- [73]. Homand F, Shao JF, Giraud A, et al (2006) Pétrofabrication et propriétés mécaniques des argilites. *Comptes rendus Géoscience* 338:882–891.
- [74]. Houben ME, Desbois G, Urai JL (2013) Applied Clay Science Pore morphology and distribution in the Shaly facies of Opalinus Clay (Mont Terri , Switzerland): Insights from representative 2D BIB – SEM investigations on mm to nm scale. *Appl Clay Sci* 71:82–97. doi: 10.1016/j.clay.2012.11.006
- [75]. Hoxha D, Giraud A, Homand F, Auvray C (2007) Saturated and unsaturated behaviour modelling of Meuse-Haute-Marne argillite. *Int J Plast* 23:733–766.
- [76]. Hu DW, Zhang F, Shao JF (2014) Experimental study of poromechanical behavior of saturated claystone under triaxial compression. *Acta Geotech* 9:207–214.
- [77]. Hu DW, Zhang F, Shao JF, Gatmiri B (2013) Influences of Mineralogy and Water Content on the Mechanical Properties of Argillite. *Rock Mech Rock Eng* 47:157–166.
- [78]. Hueckel BT, Borsetto M (1990) Thermoplasticity of saturated soils and shales: constitutive equations. *J Geotech Eng* 116:1765–1777. doi: 10.1061/(ASCE)0733-9410(1990)116:12(1765)
- [79]. Hueckel T, Baldi G (1990) Thermoplasticity of saturated clays: experimental constitutive study. *J Geotech Eng* 116:1778–1796.
- [80]. Hueckel T, Pellegrini R (1992) Effective stress and water pressure in saturated clays during heating-cooling cycles. *Can Geotech J* 29:1095–1102.
- [81]. Islam MA, Skalle P (2013) An experimental investigation of shale mechanical properties through drained and undrained test mechanisms. *Rock Mech Rock Eng* 46:1391–1413. doi: 10.1007/s00603-013-0377-8
- [82]. Jahns E (2013) Geomechanical laboratory tests on Opalinus Clay cores from the bore hole Schlattingen SLA-1. Rapport Nagra NAB 13-15.
- [83]. Jayadeva MS, Sridharan a. (1982) Double layer theory and compressibility of clays. *Géotechnique* 32:133–144. doi: 10.1680/geot.1982.32.2.133
- [84]. Jia Y, Bian HB, Duvéau G, et al (2009) Numerical modelling of in situ behaviour of the Callovo-Oxfordian argillite subjected to the thermal loading. *Eng Geol* 109:262–272. doi: 10.1016/j.enggeo.2009.08.012
- [85]. Keller LM (2017) Porosity anisotropy of Opalinus Clay: implications for the poroelastic behaviour. *Geophys J Int* 208:1443–1448. doi: 10.1093/gji/ggw469
- [86]. Keller LM, Holzer L, Wepf R, et al (2011) On the application of focused ion beam nanotomography in characterizing the 3D pore space geometry of Opalinus clay. *Phys Chem Earth* 36:1539–1544. doi: 10.1016/j.pce.2011.07.010

- [87]. Khalili N, Valliappan S (1996) Khalili Valliappan (1996) Unified theory of flow and deformation in double porous media.pdf. *Eur J Mech A/Solids* 15:321–336.
- [88]. Khalili N, Witt R, Laloui L, et al (2005) Effective stress in double porous media with two immiscible fluids. *Geophys Res Lett* 32:2–6. doi: 10.1029/2005GL023766
- [89]. Leroueil S, Tavenas F, La Rochelle R, Tremblay M (1988) Influence of filter paper and leakage on triaxial testing. *Adv triaxial Test soil rock, ASTM STP 977*, R T Donaghe, R C Chaney M L Silver, Eds, ASTM, Philadelphia, USA 189–201.
- [90]. Liu ZB, Xie SY, Shao JF, Conil N (2015) Effects of deviatoric stress and structural anisotropy on compressive creep behavior of a clayey rock. *Appl Clay Sci* 114:491–496. doi: 10.1016/j.clay.2015.06.039
- [91]. Loret B, Khalili N (2002) An effective stress elastic-plastic model for unsaturated porous media. *Mech Mater* 34:97–116. doi: 10.1016/S0167-6636(01)00092-8
- [92]. Mánica M, Gens A, Vaunat J, Ruiz DF (2016) A time-dependent anisotropic model for argillaceous rocks . Application to an underground excavation in Callovo-Oxfordian claystone. *Comput Geotech*. doi: 10.1016/j.compgeo.2016.11.004
- [93]. Martin CD, Lanyon GW (2003) Measurement of in-situ stress in weak rocks at Mont Terri Rock Laboratory, Switzerland. *Int J Rock Mech Min Sci* 40:1077–1088. doi: 10.1016/S1365-1609(03)00113-8
- [94]. Masri M, Sibai M, Shao JF, Mainguy M (2014) Experimental investigation of the effect of temperature on the mechanical behavior of Tournemire shale. *Int J Rock Mech Min Sci* 70:185–191.
- [95]. Mctigue DF (1986) Thermoelastic Response of Fluid-Saturated Porous Rock. *J Geophys Res* 91:9533–9542.
- [96]. Menaceur H (2014) Comportement thermo-hydro-mécanique et microstructure de l'argilite du Callovo-Oxfordien. PhD thesis, Université Paris Est.
- [97]. Menaceur H, Delage P, Tang A-M, Conil N (2015) The thermo-mechanical behaviour of the Callovo-Oxfordian claystone. *Int J Rock Mech Min Sci* 78:290–303.
- [98]. Menaceur H, Delage P, Tang A-M, Conil N (2016a) On the Thermo-Hydro-Mechanical Behaviour of a Sheared Callovo-Oxfordian Claystone Sample with Respect to the EDZ Behaviour. *Rock Mech Rock Eng* 49:1875–1888.
- [99]. Menaceur H, Delage P, Tang AM, Talandier J (2016b) The Status of Water in Swelling Shales: An Insight from the Water Retention Properties of the Callovo-Oxfordian Claystone. *Rock Mech Rock Eng*. doi: 10.1007/s00603-016-1065-2
- [100]. Méring J, Glaeser R (1954) Sur le rôle de la valence des cations échangeables dans la montmorillonite. *Bull la Société Française Minéralogie Cristallogr* 77:519–530.
- [101]. Mohajerani M (2011) Etude expérimentale du comportement thermo-hydro-mécanique de l'argilite du Callovo-Oxfordien. Rapport de thèse, Université Paris-Est, Ecole des Ponts ParisTech
- [102]. Mohajerani M, Delage P, Monfared M, et al (2011) Oedometric compression and swelling behaviour of the Callovo-Oxfordian argillite. *Int J Rock Mech Min Sci* 48:606–615.

- [103]. Mohajerani M, Delage P, Sulem J, et al (2012) A laboratory investigation of thermally induced pore pressures in the Callovo-Oxfordian claystone. *Int J Rock Mech Min Sci* 52:112–121.
- [104]. Mohajerani M, Delage P, Sulem J, et al (2013) The Thermal Volume Changes of the Callovo–Oxfordian Claystone. *Rock Mech Rock Eng* 47:131–142.
- [105]. Monfared M (2011) Couplages température-endommagement-perméabilité dans les sols et roches argileux. PhD thesis, Université Paris-Est.
- [106]. Monfared M, Delage P, Sulem J, et al (2011a) A new hollow cylinder triaxial cell to study the behavior of geo-materials with low permeability. *Int J Rock Mech Min Sci* 48:637–649.
- [107]. Monfared M, Sulem J, Delage P, Mohajerani M (2011b) A Laboratory Investigation on Thermal Properties of the Opalinus Claystone. *Rock Mech Rock Eng* 44:735–747. doi: 10.1007/s00603-011-0171-4
- [108]. Monfared M, Sulem J, Delage P, Mohajerani M (2012) On the THM behaviour of a sheared Boom clay sample: Application to the behaviour and sealing properties of the EDZ. *Eng Geol* 124:47–58.
- [109]. Mooney RW, Keenan AG, Wood LA (1952) Adsorption of Water Vapor by Montmorillonite. II. Effect of Exchangeable Ions and Lattice Swelling as Measured by X-Ray Diffraction. *J Am Chem Soc* 74:1371–1374. doi: 10.1021/ja01126a002
- [110]. Mügler C, Filippi M, Montarnal P, et al (2006) Determination of the thermal conductivity of opalinus clay via simulations of experiments performed at the Mont Terri underground laboratory. *J Appl Geophys* 58:112–129. doi: 10.1016/j.jappgeo.2005.05.002
- [111]. Munoz JJ, Alonso EE, Lloret A (2009) Thermo-hydraulic characterisation of soft rock by means of heating pulse tests. *Géotechnique* 59:293–306.
- [112]. Naumann M, Hunsche U, Schulze O (2007) Experimental investigations on anisotropy in dilatancy, failure and creep of Opalinus Clay. *Phys Chem Earth* 32:889–895. doi: 10.1016/j.pce.2005.04.006
- [113]. Noiret A, Giot R, Bemer E, et al (2011) Hydromechanical behavior of Tournemire argillites: Measurement of the poroelastic parameters and estimation of the intrinsic permeability by oedometric tests. *Int J Numer Anal Methods Geomech* 35:496–518. doi: 10.1002/nag.906
- [114]. Norrish K (1954) The swelling of montmorillonite. *Discuss Faraday Soc* 18:120. doi: 10.1039/df9541800120
- [115]. Palciauskas V, Domenico PA (1982) Characterization of drained and undrained response of thermally loaded repository rocks. *Water Resour Res* 18:281–290.
- [116]. Pardoën B, Collin F (2016) Modelling the influence of strain localisation and viscosity on the behaviour of underground drifts drilled in claystone. *Comput Geotech*. doi: 10.1016/j.compgeo.2016.05.017
- [117]. Pearson FJ, Arcos D, Bath A, et al (2003) Geochemistry of water in the Opalinus Clay formation at the Mont Terri rock laboratory. Synthesis Report. Swiss National Hydrological and Geological Survey, Ittigen- Berne, Switzerland, Geological Report No. 5.
- [118]. Pham QT, Vales F, Malinsky L, et al (2007) Effects of desaturation–resaturation on mudstone. *Phys Chem Earth, Parts A/B/C* 32:646–655.

- [119]. Popp T, Salzer K (2007) Anisotropy of seismic and mechanical properties of Opalinus clay during triaxial deformation in a multi-anvil apparatus. *Phys Chem Earth* 32:879–888. doi: 10.1016/j.pce.2006.04.022
- [120]. Rice JR, Cleary MP (1976) Some basic stress diffusion solutions for fluid-saturated elastic porous media with compressible constituents. *Rev Geophys Sp Phys* 14:227–240.
- [121]. Robinet J-C (2008) Minéralogie, porosité et diffusion des solutes dans l’argilite du Callovo-Oxfordien de Bure (Meuse/Haute-Marne, France) de l’échelle centimétrique à micrométrique.
- [122]. Robinet J-C, Sardini P, Coelho D, et al (2012) Effects of mineral distribution at mesoscopic scale on solute diffusion in a clay-rich rock: Example of the Callovo-Oxfordian mudstone (Bure, France). *Water Resour Res* 48:n/a-n/a.
- [123]. Robinet JC, Sardini P, Siitari-Kauppi M, et al (2015) Upscaling the porosity of the Callovo-Oxfordian mudstone from the pore scale to the formation scale; insights from the 3H-PMMA autoradiography technique and SEM BSE imaging. *Sediment Geol* 321:1–10. doi: 10.1016/j.sedgeo.2015.02.007
- [124]. Saiyouri N, Hicher PY, Tessier D (2000) Microstructural approach and transfer water modelling in highly compacted unsaturated swelling clays. *Mech Cohesive-Frictional Mater* 5:41–60.
- [125]. Saiyouri N, Tessier D, Hicher PY (2004) Experimental study of swelling in unsaturated compacted clays. *Clay Miner* 39:469–479.
- [126]. Salager S (2008) Expertise sur les mesures sur échantillons d’argilites du coefficient de dilatation thermique, du module et du coefficient de Biot.
- [127]. Sarout J, Molez L, Guéguen Y, Hoteit N (2007) Shale dynamic properties and anisotropy under triaxial loading: Experimental and theoretical investigations. *Phys Chem Earth, Parts A/B/C* 32:896–906.
- [128]. Schanz T, Tripathy S (2009) Swelling pressure of a divalent-rich bentonite: diffuse double-layer theory revisited.
- [129]. Scherer GW, Valenza JJ, Simmons G (2007) New methods to measure liquid permeability in porous materials. *Cem Concr Res* 37:386–397. doi: 10.1016/j.cemconres.2006.09.020
- [130]. Shao JF, Zhu QZ, Su K (2003) Modeling of creep in rock materials in terms of material degradation. *Comput Geotech* 30:549–555. doi: 10.1016/S0266-352X(03)00063-6
- [131]. Skempton AW (1954) The pore-pressure coefficients A and B. *Géotechnique* 4:143–147.
- [132]. Song Y, Davy CA, Troadec D, et al (2015) Multi-scale pore structure of COx claystone: Towards the prediction of fluid transport. *Mar Pet Geol* 65:63–82. doi: 10.1016/j.marpetgeo.2015.04.004
- [133]. Souley M, Armand G, Su K, Ghoreychi M (2011) Modeling the viscoplastic and damage behavior in deep argillaceous rocks. *Phys Chem Earth* 36:1949–1959. doi: 10.1016/j.pce.2011.10.012
- [134]. Spang B (2002) Excel add-in for properties of water and steam in SIunits. <http://www.cheresources.com/iapwsif97.shtml>.

- [135]. Sultan N, Delage P, Cui Y (2000) Comportement thermomécanique de l'argile de Boom. *Comptes Rendus l'Académie des Sci - Ser IIB - Mech* 328:457–463.
- [136]. Sultan N, Delage P, Cui Y (2002) Temperature effects on the volume change behaviour of Boom clay. *Eng Geol* 64:135–145. doi: 10.1016/S0013-7952(01)00143-0
- [137]. Sun Z, Scherer GW (2010a) Effect of air voids on salt scaling and internal freezing. *Cem Concr Res* 40:260–270. doi: 10.1016/j.cemconres.2009.09.027
- [138]. Sun Z, Scherer GW (2010b) Pore size and shape in mortar by thermoporometry. *Cem Concr Res* 40:740–751. doi: 10.1016/j.cemconres.2009.11.011
- [139]. Tang A-M, Cui Y-J, Barnel N (2008) Thermo-mechanical behaviour of a compacted swelling clay. *Geotechnique* 58:45–54.
- [140]. Terzaghi K (1936) The shearing resistance of saturated soils and the angle between the planes of shear. *First Int Conf Soil Mech Harvard Univ Cambridge, Mass* 1:54–56.
- [141]. Terzaghi K (1925) Principle of soil mechanics ii - compressive strength of clay. *Eng News-Record* 95:799.
- [142]. Tessier D, Dardaine M, Beaulont A, Jaunet M (1998) Swelling Pressure and Microstructure of an Activated Swelling Clay with Temperature. *Clay Miner* 33:255–267. doi: 10.1180/claymin.1998.033.2.08
- [143]. Thompson M, Willis JR (1991) A Reformulation of the Equations of Anisotropic Poroelasticity. *J Appl Mech* 58:612–616.
- [144]. Thury M, Bossart P (1999) Mont Terri rock laboratory, results of the hydrogeological, geochemical and geotechnical experiments performed in 1996 and 1997. *Landeshydrologie und-geologie, Geol Bericht* 23:191.
- [145]. Valès F, Nguyen Minh D, Gharbi H, Rejeb A (2004) Experimental study of the influence of the degree of saturation on physical and mechanical properties in Tournemire shale (France). *Appl Clay Sci* 26:197–207.
- [146]. Vardoulakis I, Sulem J (1995) *Bifurcation Analysis in Geomechanics*. Blackie Academic and Professional
- [147]. Vincké O, Boutéca MJ, Longuemare P, Deflandre J-P (1997) Etude du comportement poromécanique des argilites du futur site d'accueil de laboratoire souterrain de l'Andra dans les domaines élastique et post-élastique.
- [148]. Vincké O, Longuemare P, Boutéca MJ, Deflandre J-P (1998) Investigation of the poromechanical behavior of shales in the elastic domain. *Pap SPE* 47589 1–6.
- [149]. Vu MH, Sulem J, Ghabezloo S, et al (2012) Time-dependent behaviour of hardened cement paste under isotropic loading. *Cem Concr Res* 42:789–797. doi: 10.1016/j.cemconres.2012.03.002
- [150]. Wan M, Delage P, Tang A-M, Talandier J (2013) Water retention properties of the Callovo-Oxfordian claystone. *Int J Rock Mech Min Sci* 64:96–104.
- [151]. Wild K (2016) Evaluation of the hydro-mechanical properties and behavior of Opalinus Clay. *Rapport de thèse, ETH Zurich*.
- [152]. Wild K, Amann F, Martin CD, et al (2015) Dilatancy of clay shales and its impact on pore pressure evolution and effective stress for different triaxial stress paths.

- [153]. Wileveau Y, Cornet FH, Desroches J, Blumling P (2007a) Complete in situ stress determination in an argillite sedimentary formation. *Phys Chem Earth* 32:866–878.
- [154]. Wileveau Y, Su K, Ghoreychi M (2007b) A heating experiment in the argilites in the Mesue/Haute Marne Underground Research Laboratory. *Proceeding of ICEM 2007*, Sept 2007, Bruges, Belgium.
- [155]. Wissa AEZ (1969) Pore pressure measurement in saturated stiff soils. *J Soil Mech Found Div Am Soc Civ Eng* 95 (SM4):1063–1073.
- [156]. Wu B, Tan CP, Aoki T (1997) Specially designed techniques for conducting consolidated undrained triaxial tests on low permeability shales. *Int J Rock Mech Min Sci* 34:336.e1-336.e14. doi: 10.1016/S1365-1609(97)00168-8
- [157]. Yuan H, Agostini F, Duan Z, et al (2017) Measurement of Biot's coefficient for COx argillite using gas pressure technique. *Int J Rock Mech Min Sci* 92:72–80. doi: 10.1016/j.ijrmms.2016.12.016
- [158]. Yven B, Sammartino S, Geraud Y, et al (2007) Mineralogy, texture and porosity of Callovo-Oxfordian argilites of the Meuse/Haute-Marne region (eastern Paris Basin). *Mémoires la société Géologique Fr* 0249–7546:73–90.
- [159]. Zhang C-L, Conil N, Armand G (2016) Thermal Effects on Clay Rocks for Deep Disposal of High-Level Radioactive Waste. *J Rock Mech Geotech Eng*. doi: 10.1016/j.jrmge.2016.08.006
- [160]. Zhang CL (2011) Experimental evidence for self-sealing of fractures in claystone. *Phys Chem Earth* 36:1972–1980.
- [161]. Zhang CL, Czaikowski O, Rothfuchs T (2010) Thermo-Hydro- Mechanical Behaviour of the Callovo- Oxfordian Clay Rock. *Rep GRS-266* 264.
- [162]. Zhang CL, Rothfuchs T (2004) Experimental study of the hydro-mechanical behaviour of the Callovo-Oxfordian argillite. *Appl Clay Sci* 26:325–336.
- [163]. Zhang CL, Rothfuchs T (2008) Damage and sealing of clay rocks detected by measurements of gas permeability. *Phys Chem Earth, Parts A/B/C* 33:S363–S373.
- [164]. Zhang CL, Rothfuchs T, Su K, Hoteit N (2007) Experimental study of the thermo-hydro-mechanical behaviour of indurated clays. *Phys Chem Earth, Parts A/B/C* 32:957–965.
- [165]. Zhang F, Hu DW, Xie SY, Shao JF (2014) Influences of temperature and water content on mechanical property of argillite. *Eur J Environ Civ Eng* 18:173–189.
- [166]. Zhang F, Xie SY, Hu DW, et al (2012) Effect of water content and structural anisotropy on mechanical property of claystone. *Appl Clay Sci* 69:79–86.
- [167]. Zimmerman RW (1991) *Compressibility of sandstones*. Elsevier Sci., Amsterdam.
- [168]. Zimmerman RW (2000) Coupling in poroelasticity and thermoelasticity. *37*:79–87.
- [169]. Zimmerman RW, Somerton WH, King MS (1986) Compressibility of porous rocks. *J Geophys Res* 91:12765–12777.

Annexe

Annexe

Essais de compression simple sur l'Argile à Opalinus.

Nous avons réalisé une série d'essais uniaxiaux afin de définir un taux de chargement en déplacement contrôlé qui représenterait au mieux la réponse du matériau. Pour ce faire nous avons utilisé une presse mécanique d'une capacité de 50 kN (Figure A 1) qui peut exercer une vitesse de déplacement minimale de 0.1 $\mu\text{m}/\text{min}$. Elle est dotée d'un capteur de force d'une capacité de 50 kN. Les déformations sont mesurées par un capteur de déplacement externe de type Mitutuyo d'une précision de 1 μm et des jauges extensométriques permettant de mesurer localement les déformations radiales et axiales, comme schématisé sur la **Erreur ! Source du envoi introuvable**. Ces jauges permettent une mesure de déformation avec une précision de 10^{-5} . Les essais uniaxiaux ont été réalisés sur des échantillons préalablement mis en équilibre à une humidité relative de 94%, soit une succion de 9 MPa.

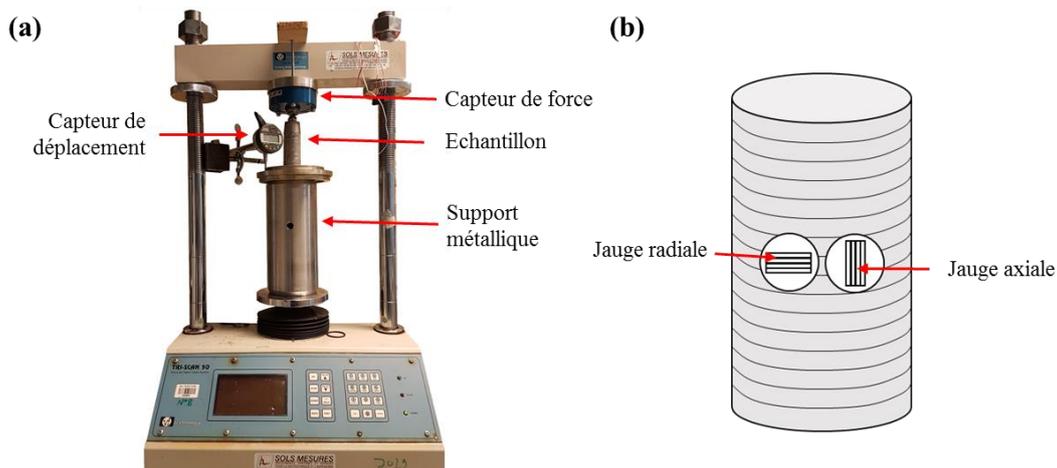


Figure A 1. Dispositif d'essais uniaxiaux : (a) Presse mécanique pour, (b) Jauges de déformations.

Deux essais de faisabilité ont été réalisés sur les échantillons C7-Opa1 et 2 préalablement équilibrés à une humidité relative de 98% correspondant à une succion de 6.1 MPa. Après une réflexion il a été décidé d'équilibrer le reste des échantillons (C7-001, 002, 004 and 005) à 94% correspondant à une succion de 9 MPa (voir Tableau A1).

Tableau A1. Les essais de compression simple.

Essai	HR (%) / s (MPa)	Taux de cisaillement ($\mu\text{m}/\text{min}$)	Taux de cisaillement (s^{-1})
C7-Opa2	96 / 6.1	0.3	6.6×10^{-8}
C7-Opa1	96 / 6.1	2.5	5.6×10^{-7}
C7-001	94 / 9	2.5	5.6×10^{-7}
C7-002	94 / 9	5	1.1×10^{-6}
C7-005	94 / 9	5	1.1×10^{-6}
C7-004	94 / 9	10	2.2×10^{-6}

Les Figures A1-*a* à *f* montrent la réponse des essais de compression simples représentée par l'évolution de la contrainte axiale en fonction des déformations axiale, radiale et volumique. Par surprise, un résultat important met en évidence la dépendance de la résistance uniaxiale à la vitesse du déplacement imposée. La résistance mécanique est plus importante quand le taux de cisaillement est plus petit. En effet, l'utilisation d'un taux de $0.3 \mu\text{m}/\text{min}$ ($6.6 \times 10^{-8} \text{s}^{-1}$) dans l'essai C7-Opa2 résulte en une résistance au pic égale à 21.2 MPa avec un module élastique, estimé à 0.1% de déformation axiale, égal à 3080 MPa. En revanche, l'application d'un taux de cisaillement de $10 \mu\text{m}/\text{min}$ ($2.2 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$) (essai C7-004) résulte en une résistance plus faible de 8.1 MPa une plus faible rigidité avec un module de Young de 1240 MPa.

Dans les essais C7-Opa1 et C7-001, réalisés avec le même taux de $2.5 \mu\text{m}/\text{min}$, la réponse est largement différente avec une résistance au pic égale à 11.4 MPa dans l'essai C7-Opa1 et 17.3 MPa dans l'essai C7-001. Le module est également plus petit sur l'échantillon C7-Opa1 (1190 MPa) comparé à l'échantillon C7-001 (1920 MPa). Ceci peut être expliqué par l'effet de la succion qui tend à rigidifier les roches argileuses (Pham et al., 2007).

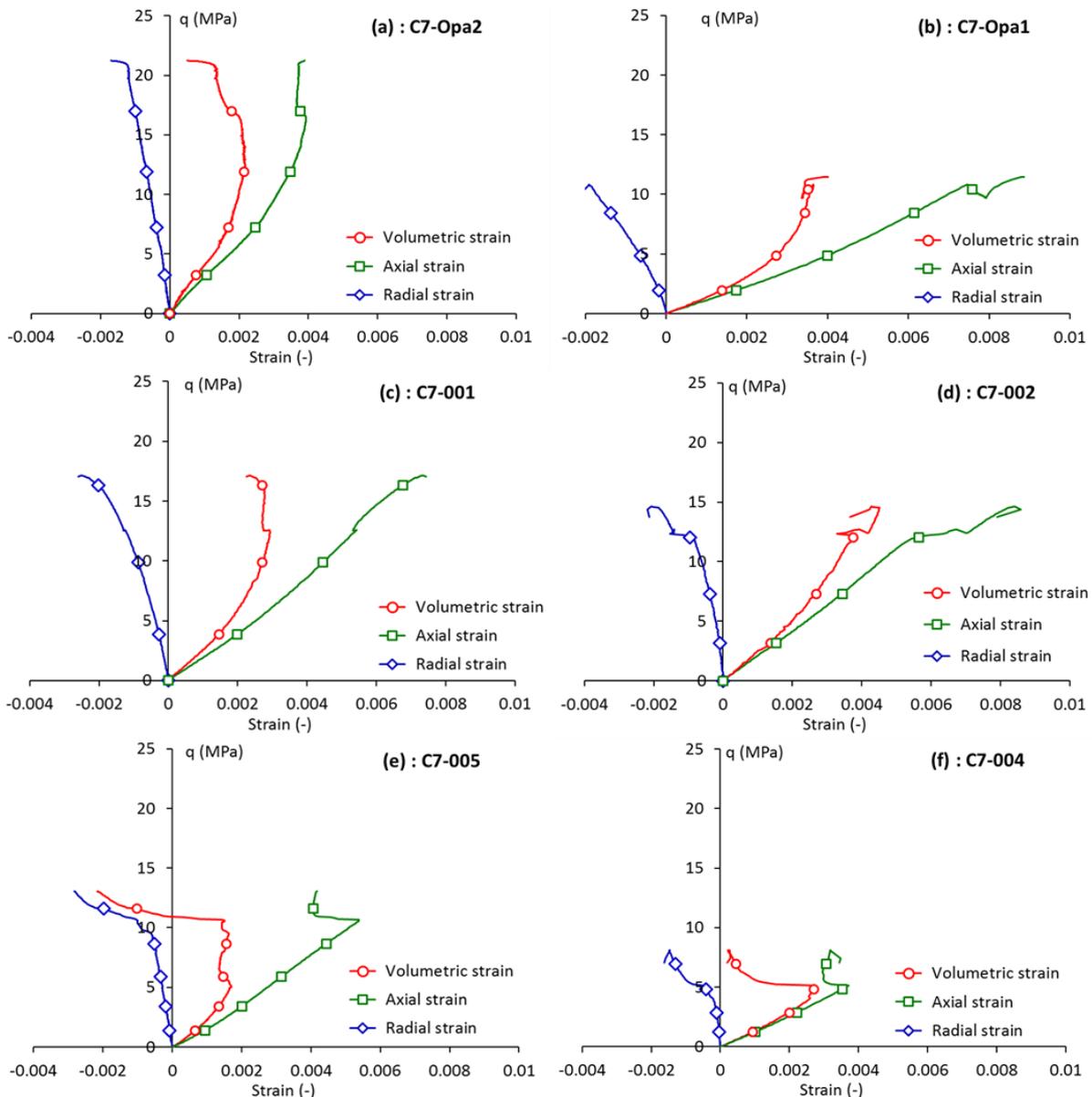


Figure A1. Résultats des essais UCS.

Les essais C7-002 et C7-005 sont également réalisés avec un même taux de chargement de 5 $\mu\text{m}/\text{min}$. La réponse cette fois-ci est plus au moins similaire du fait d'avoir la même succion avec une résistance au pic de 14.6 et 13 MPa sur C7-002 et C7-005 respectivement. Par contre, une différence importante est trouvée entre les modules de Young avec une valeur de 2110 MPa sur l'échantillon C7-002 comparé au 1500 MPa mesuré sur l'échantillon C7-005. Le Tableau A2 résume l'ensemble des paramètres mécanique mesurés dans les différents essais réalisés.

Tableau A2. Paramètres mécaniques mesurés en essais uniaxiaux.

Test	Taux de déformation (s ⁻¹)	q_{max} (MPa)	E (MPa)	ν (-)
C7-Opa2	6.6×10^{-8}	21.2	3080	0.16
C7-Opa1	5.6×10^{-7}	11.4	1190	0.16
C7-001	5.6×10^{-7}	17.3	1920	0.12
C7-002	1.1×10^{-6}	14.6	2110	0.07
C7-005	1.1×10^{-6}	13	1500	0.1
C7-004	2.2×10^{-6}	8.1	1240	0.04

La Figure A2 illustre l'effet de la vitesse de chargement sur la résistance au pic.

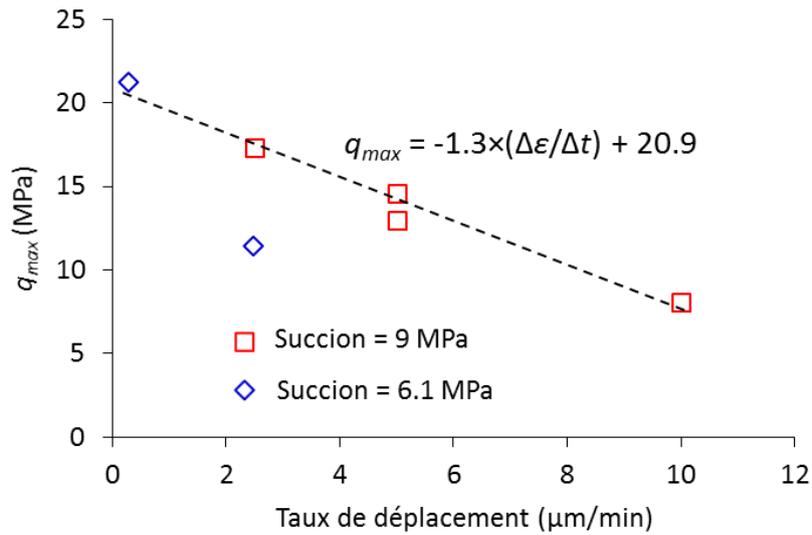


Figure A2. Effet de la vitesse de chargement sur la résistance uniaxiale.