



**HAL**  
open science

# COMPORTEMENT MECANIQUE ET RUPTURE DANS LES ROCHES ARGILEUSES ETUDIES PAR MICRO TOMOGRAPHIE A RAYONS X

Nicolas Lenoir

► **To cite this version:**

Nicolas Lenoir. COMPORTEMENT MECANIQUE ET RUPTURE DANS LES ROCHES ARGILEUSES ETUDIES PAR MICRO TOMOGRAPHIE A RAYONS X. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2006. Français. NNT: . tel-00011996

**HAL Id: tel-00011996**

**<https://theses.hal.science/tel-00011996>**

Submitted on 21 Mar 2006

**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 par

**Nicolas Lenoir**

Pour obtenir le titre de Docteur de  
**L'UNIVERSITÉ JOSEPH FOURIER – GRENOBLE I**  
(arrêtés ministériels du 5 juillet 1984 et du 30 mars 1992)

Ecole Doctorale : Terre, Univers, Environnement

Spécialité : Sciences de la Terre et de l'Univers et de l'Environnement

---

## **COMPORTEMENT MECANIQUE ET RUPTURE DANS LES ROCHES ARGILEUSES ETUDIÉS PAR MICRO TOMOGRAPHIE A RAYONS X**

---

Date de soutenance : 6 mars 2006

Composition du jury

Président	Jacky Mazars	Professeur à l'INP Grenoble
Rapporteurs	Djimédo Kondo	Professeur à l'Université de Lille1
	Claudio Scavia	Professeur au Politecnico di Torino
Examineur	Nasser Hoteit	Directeur de service à l'ANDRA
Directeur de thèse	Gioacchino Viggiani	Professeur à l'Université de Grenoble1
Co-encadrants	Jacques Desrues	Directeur de Recherche CNRS
	Pierre Bésuelle	Chargé de Recherche CNRS

Thèse préparée au sein du laboratoire Sols, Solides, Structures de Grenoble  
Laboratoire mixte : UJF-INPG-CNRS. : UMR 5521

*« S'il n'y a pas de solution, c'est qu'il n'y a pas de problème »*  
Devise Shadock

# REMERCIEMENTS

Je suis particulièrement heureux de pouvoir remercier l'ensemble des nombreuses personnes qui ont participé à ce travail de thèse et sans qui tout cela n'aurait pas été possible.

Je tiens tout d'abord à remercier vivement mon napolitain préféré, Cino dit le « chef ». Comme je te l'ai déjà dit plusieurs fois, je ne me serais sûrement jamais engagé dans une thèse si tu n'avais pas été là. Merci pour ta confiance « aveugle » et tout ton temps précieux que tu as bien voulu me consacrer pour discuter aussi bien de choses personnelles que professionnelles. J'espère pouvoir continuer pendant de nombreuses années à travailler avec toi et surtout à discuter de la vie autour d'un verre de bon vin ou de whisky (à toi de choisir !!).

Un grand merci également à mes deux confrères de la mer, Jacques et Pierre qui ont encadré mon travail. Je vous remercie sincèrement de votre confiance et de vos nombreux conseils. Les années que j'ai eu la chance de passer à vos côtés, ont été grâce à vous très enrichissantes.

Je remercie également Djimédo Kondo et Claudio Scavia qui ont accepté d'être rapporteurs de cette thèse. Votre lecture attentive de mon manuscrit ainsi que vos conclusions positives et très enthousiastes sur mon travail ont été très motivantes. Merci également à Jacky Mazars d'avoir accepté de présider mon jury et à Nasser Hoteit, mon responsable au sein de l'Andra, qui m'a toujours soutenu durant ces trois années.

Ensuite, je tiens à remercier les personnes avec qui j'ai pu travailler et qui m'ont permis de mener à bien ce travail. Un grand merci à Michel Bornert qui m'a formidablement accueilli plusieurs fois au sein de son laboratoire pour me permettre d'utiliser son logiciel de corrélation d'images. Merci à Suzanne et à Stefania d'avoir pris leur loupe pour observer mes argiles, à Christophe d'avoir passé beaucoup de temps avec moi pour mettre en place mes installations expérimentales, à Marco Di Michiel pour ces précieux conseils sur la tomographie, à Jean-Claude Alberto pour ses discussions footballistiques autour de la scie à fil, à Luc Salvo et Alexandre Vagnon pour leur conseils et pour m'avoir permis d'utiliser leur logiciel de reconstruction 3D. Je terminerai par un grand merci au meilleur, mon David. Merci pour ton amitié et accessoirement pour tous les conseils que tu as pu me donner en analyse d'images ainsi que pour le temps que tu as passé à mener des caractérisations physiques de mes argiles.

Je suis arrivé au Laboratoire 3S il y a cinq ans pour mon stage de maîtrise. Si je suis resté aussi longtemps, c'est avant tout grâce aux personnes formidables que j'ai pu rencontrer et sans qui la vie serait très triste. Un énorme merci à Cécile, ma catalane préférée, pour son amitié et son soutien dans les coups durs. Un merci tout aussi énorme à Steve qui m'a permis de découvrir qu'un français peut être ami avec un anglais, que le bœuf cuisiné à l'anglaise et le cheddar peuvent être excellents, que des régions anglaises comme Lake District font parties des plus beaux endroits que j'ai pu voir, et de nombreuses autres choses tout aussi incroyables qui ont bouleversé ma vie. Merci à Mark et à Cédric pour leur énergie et leur jeux de mots qui vous rende la vie si agréable, merci à Luc pour ses conversations qui ne mènent à rien, à King pour ses conseils « professionnels » et à tous les autres : Jane, Séverine, Nga, Julien, Thomas, Buzz, ...

L'aspect que je préfère dans la recherche est son côté international qui permet de rencontrer des personnes issues de divers horizons. Merci à vous tous de m'avoir fait voyager et partager vos cultures avec un remerciement tout particulier pour mes italiens préférés (après le « chef » bien sûr !!) Martino et Fiorenza.

Enfin, je ne peux pas terminer ces remerciements sans évoquer mes parents, mes grands-parents, Loïc, Anne-Sophie, Tonio et Sylvie. Comme on dit, « on garde le meilleur pour la fin ». Je ne vous remercierai jamais assez pour tout ce que vous faites pour moi.

# RESUME

Dans le cadre des études de faisabilité du stockage des déchets radioactifs en couches géologiques profondes, l'étude de l'évolution de la perméabilité de la couche hôte en fonction de l'endommagement est primordiale. En France, les recherches sur la faisabilité de cette solution de stockage ont été confiées à l'ANDRA (Agence Nationale de gestion des Déchets RadioActifs) et un laboratoire souterrain (500 m de profondeur) a été construit en Meuse/Haute Marne afin de mener des études sur une couche géologique susceptible d'accueillir un site de stockage. Le matériau étudié dans cette thèse, l'argilite du Callovo-Oxfordien, est issu de ce laboratoire souterrain.

Ce travail a consisté d'une part, à caractériser expérimentalement l'endommagement de deux roches argileuses (marne de Beaucaire et argilite du Callovo-Oxfordien) à l'aide des techniques de micro tomographie rayons X, et d'autre part, à développer une installation triaxiale haute pression adaptée aux mesures de perméabilité sur des roches à très faibles perméabilités.

Des installations triaxiales originales ont été réalisées afin de caractériser sous chargement déviatoire l'endommagement des roches argileuses à l'aide de la micro tomographie à rayons X sur une ligne synchrotron de l'ESRF (Grenoble). Un ensemble d'essais en conditions drainées et non drainées a été mené sur la marne de Beaucaire, et en conditions non drainées sur l'argilite du Callovo-Oxfordien. L'endommagement localisé et son évolution en cours d'essai, ont ainsi pu être caractérisés à une échelle fine (de l'ordre de la dizaine de microns). Les techniques de corrélation d'images numériques étendues aux images tridimensionnelles ont été utilisées pour mesurer les champs incrémentaux de déformation à partir des images tomographiques. Elles ont montré leur intérêt dans l'étude de l'endommagement localisé des géomatériaux et notamment de son initiation.

Enfin, une installation triaxiale haute pression a été réalisée pour mesurer l'évolution de la perméabilité de l'argilite du Callovo-Oxfordien en fonction du niveau de contraintes (isotrope et déviatoire) appliquées. Sa particularité est la « petite » taille des échantillons testés (cylindres de 10 mm de diamètre et de 20 mm de hauteur) afin de réduire les temps d'essais.

## Mots clés :

micro tomographie à rayons X, roches argileuses, endommagement localisé, fissuration, corrélation d'images tridimensionnelles, très faible perméabilité.



# ABSTRACT

Within the framework of feasibility studies of underground repositories for radioactive waste, the study of permeability evolution with damage of the host layer is crucial. In France, research into the feasibility of such repositories has been given to ANDRA (the French National Radioactive Waste Management Agency). An underground research laboratory (500 m deep) has been built in Meuse/Haute Marne to perform studies on a geological layer able to host such a repository. The geomaterial studied in this PhD work, the Callovo-Oxfordian shale, comes from this laboratory.

The goals of this work were : (i) to characterize experimentally the damage of two clayey rocks (Beaucaire marl and Callovo-Oxfordian shale) with X-ray micro tomography, (ii) to develop a high pressure triaxial set-up adapted to permeability measurement on very low permeability rocks.

A number of original triaxial devices have been realised to characterize damage of clayey rocks, under deviatoric loading, with X-ray micro tomography on a synchrotron beamline at the ESRF (Grenoble). A set of tests under drained and undrained conditions has been performed on the Beaucaire marl, and under undrained conditions on the Callovo-Oxfordian shale. Localized damage and its evolution have been characterized at a fine scale (of order of ten microns). Digital image correlation techniques, extended to three-dimensional images, have been used to measure incremental strain fields from tomographic images. We demonstrated that these techniques are very useful in the study of the localized damage of geomaterials and especially for the initiation.

A high pressure triaxial device has been realised to measure permeability evolution of the Callovo-Oxfordian shale as a function of applied stress (isotropic and deviatoric). The particularity of this set-up is the "small" size of the test specimen (cylinder of 10 mm in diameter and 20 mm in height) which allows significant reduction of test duration.

Key words :

X-ray micro tomography, clayey rocks, localized damage, fracturation, three-dimensional image correlation, very low permeability.



# TABLE DES MATIERES

CHAPITRE 1 : INTRODUCTION GENERALE.....	1
CHAPITRE 2 : LES ARGILITES DE L'EST.....	7
2.1 CARACTERISTIQUES PHYSIQUES.....	10
2.1.1 Densités.....	10
2.1.2 Porosité.....	10
2.1.3 Teneur en eau, degré de saturation et perméabilité.....	12
2.1.4 Granulométrie.....	13
2.1.5 Teneur en carbonate.....	14
2.1.6 Composition minéralogique.....	14
2.1.7 Microstructure.....	16
2.2 PROPRIETES MECANIQUES.....	19
2.2.1 Comportement en compression simple.....	19
2.2.2 Comportement en compression isotrope.....	20
2.2.3 Comportement en compression triaxiale déviatoire.....	21
2.2.4 Comportement hydromécanique et perméabilité.....	22
2.2.5 Mécanismes d'endommagement à l'échelle de la microstructure.....	25
CHAPITRE 3 : LA TOMOGRAPHIE RX ET SON UTILISATION DANS L'ETUDE DE LOCALISATION DE LA DEFORMATION.....	35
3.1 LA TOMOGRAPHIE RX.....	37
3.1.1 Définition et historique.....	37
3.1.2 Principes de la méthode.....	39
3.1.3 Générations et type d'appareils.....	46
3.1.4 Caractéristiques et optimisation.....	47
3.1.5 Avantages du synchrotron pour la tomographie.....	52

---

3.2 LA TOMOGRAPHIE RX DANS L'ETUDE LA LOCALISATION .....	52
3.2.1 La résolution spatiale .....	53
3.2.2 Etudes <i>in situ</i> de la localisation de la déformation .....	55
3.2.3 Etudes sur l'argilite de l'Est et la marne de Beaucaire.....	64
3.2.4 Conclusions .....	68
CHAPITRE 4 : DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX.....	69
4.1 DISPOSITIF DE TOMOGRAPHIE RX .....	71
4.1.1 Choix du scanner .....	71
4.1.2 Ligne ID15 à l'ESRF .....	71
4.1.3 Caractéristiques de tomographie RX .....	73
4.1.4 Caractéristiques des images .....	74
4.2 DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX.....	75
4.2.1 Spécificités d'une installation triaxiale sur une ligne synchrotron.....	76
4.2.2 La cellule <i>microtomotriax1</i> .....	78
4.2.3 La cellule <i>microtomotriax2</i> .....	79
4.2.4 La cellule <i>microtomotriax3</i> .....	83
4.2.5 Bilan .....	85
4.3 STOCKAGE ET PREPARATION DES ECHANTILLONS.....	85
CHAPITRE 5 : ETUDE SUR LA MARNE DE BEAUCAIRE .....	87
5.1 LA MARNE DE BEAUCAIRE .....	89
5.1.1 Classement .....	90
5.1.2 Minéralogie .....	90
5.1.3 Caractéristiques mécaniques .....	92
5.1.4 Comparatif marne de Beaucaire/argilite de l'Est.....	93

---

---

5.2 ANALYSE POST-MORTEM .....	95
5.2.1 Motivations .....	95
5.2.2 Protocole expérimental .....	96
5.2.3 Résultats des mesures tomographiques .....	97
5.2.4 Résultats des études à l'échelle de la microstructure.....	101
5.3 ETUDES <i>IN SITU</i> .....	103
5.3.1 Première étude <i>in situ</i> .....	110
5.3.2 Deuxième étude <i>in situ</i> .....	127
5.4 BILAN : INTERETS ET LIMITES DE L'ETUDE .....	131
CHAPITRE 6 : ETUDE SUR L'ARGILITE DE L'EST.....	131
6.1 TOMOGRAPHIES .....	133
6.1.1 Protocoles et configurations .....	133
6.1.2 Essai ESTSYN01 .....	135
6.1.3 Essai ESTSYN02 .....	150
6.1.4 Essai ESTSYN03 .....	157
6.1.5 Campagne « test » .....	163
6.2 BILAN : INTERETS ET LIMITES DE L'ETUDE .....	165
6.3 CORRELATION D'IMAGES .....	166
CHAPITRE 7 : CONCEPTION D'UNE CELLULE TRIAXIALE AVEC MESURE DE PERMEABILITE POUR L'ARGILITE DE L'EST .....	177
7.1 MESURE DE PERMEABILITE PAR « PULSE TEST » .....	180
7.1.1 Définition de la perméabilité.....	181
7.1.2 Principe de la mesure .....	181
7.1.3 Traitement des données .....	182
7.1.4 Adaptation des dispositifs expérimentaux.....	183

---

7. 2 DISPOSITIF EXPERIMENTAL.....	185
7.2.1 Spécificités prises en compte lors de la conception .....	185
7.2.2 Description du dispositif .....	186
CHAPITRE 8 : CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES.....	193
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....	199
LISTE DES FIGURES .....	207
LISTE DES TABLEAUX.....	214
ANNEXES .....	215

---

# **Chapitre 1 :**

# **INTRODUCTION GENERALE**



Parmi les principaux pays qui ont recours à l'énergie nucléaire, la France poursuit depuis longtemps des recherches sur la gestion des déchets nucléaires. Cette gestion, pour ce qui est des éléments à vie longue, fait pour l'instant appel à des solutions d'entreposage sûres mais non définitives. À ce jour, aucun pays n'a mis en œuvre de solution à long terme de gestion des déchets nucléaires de haute activité et à vie longue. Parmi les plus avancés, la Suède et la Finlande s'engagent vers le stockage direct des combustibles usés dans une formation géologique profonde. Les États-Unis ont, pour leur part, commencé en 1999 à stocker des déchets de moyenne activité en profondeur. En ce qui concerne la France, la loi du 30 décembre 1991 a défini trois voies de recherches en matière de gestion des déchets radioactifs de haute activité et à vie longue, qui seront évaluées par le Gouvernement et le Parlement en 2006. La troisième voie de recherche, à savoir l'étude du stockage dans des formations géologiques profondes, a été confiée à l'ANDRA (Agence Nationale pour la gestion des Déchets Radioactifs).

La complexité de l'étude de faisabilité d'un centre de stockage réside dans son caractère multidisciplinaire (géologie, géomécanique, géochimie, hydrogéologie, ...) et dans l'échelle des temps à considérer (des milliers voir des millions d'années). En 1999, le gouvernement a autorisé la construction d'un laboratoire souterrain à la limite de la Meuse et de la Haute Marne dans la commune de Bure. Ce laboratoire doit permettre de mener des expériences in situ sur les propriétés de la couche géologique où il est implanté, à savoir les argilites du Callovo-Oxfordien. Le matériau étudié dans le cadre de ce travail de thèse est extrait depuis ce laboratoire souterrain.

Dans le domaine de la géomécanique, l'étude de faisabilité d'un centre de stockage profond nécessite d'étudier le comportement couplé (hydro-thermo-chemico-mécanique) de la roche hôte en associant la caractérisation expérimentale, la modélisation et la simulation. L'objectif est d'étudier le comportement couplé de la couche hôte au cours des différentes phases de la vie d'un centre de stockage (travaux d'excavation, exploitation et post-exploitation). Lors de la première phase, un ensemble de puits et de galeries est excavé dans la couche géologique ce qui crée des zones fracturées, endommagées et perturbées. L'ensemble de ces zones perturbées par l'excavation est appelé EDZ (*Excavated Damaged Zone*). La caractérisation et la capacité à prédire son évolution dans le temps et notamment ses propriétés de perméabilité, sont essentielles pour la sûreté à long terme du centre de stockage. Les fractures présentes dans l'EDZ (autres que celles naturellement préexistantes) peuvent être induites par le déconfinement brutal (relaxation de contraintes) lié à l'excavation puis par la désaturation de la formation argileuse due à la ventilation des galeries lors des travaux d'excavation et ensuite, lors de la phase d'exploitation. Par la suite, les fractures peuvent se développer voire devenir coalescentes suite à des processus mécaniques, physico-chimiques et thermiques. Elles peuvent aussi à contrario se cicatriser ce qui est un des atouts de ces matériaux argileux.

Le travail de recherche que nous présentons dans ce mémoire, se situe dans l'étude de l'endommagement (souvent localisé) généré par processus mécanique et son impact sur les propriétés de perméabilité des argilites du Callovo-Oxfordien. Dans les études de sûreté du stockage profond, une des difficultés vient du fait que la taille des zones endommagées (fissures) est beaucoup plus petite que celle de la structure, ce qui impose une modélisation appropriée. Une manière pertinente pour modéliser l'endommagement de la roche à l'échelle de la structure peut être d'avoir recourt à un passage à une échelle inférieure, celle des micro fissures. Dans ce cadre, la macro rupture apparaît comme une conséquence du processus d'initiation, d'évolution et de coalescence des micro fissures. Les méthodes de changement d'échelle sont multiples, on peut penser par exemple à une méthode d'homogénéisation numérique de type éléments finis/éléments frontière (ou bien éléments finis/éléments finis, on parle alors de schéma EF<sup>2</sup>) dans laquelle le comportement de chaque volume élémentaire macroscopique résulte de l'analyse numérique d'un motif microscopique : milieu homogène + micro fissures. Cette méthode qui, dans les dernières années, a connu

une évolution importante (e.g. Kouznetsova et al. 2004, Miehe 2003) permet une rhéologie numérique directement basée sur l'évolution de la micro structure. Bien entendu, cela nécessite des données expérimentales précises pour nourrir la modélisation à l'échelle inférieure. C'est dans ce contexte de caractérisation fine que se situe ce travail de thèse.

Les objectifs de la recherche concernent l'étude, par une approche expérimentale novatrice, de la localisation de la déformation en relation avec l'évolution de la perméabilité dans les argilites. Elle se décompose en deux volets : la caractérisation de l'endommagement localisé en fonction de la contrainte déviatoire à l'aide de la tomographie à rayons X haute résolution (microtomographie RX), et le développement d'un nouveau dispositif expérimental de mesure de perméabilité en fonction de la contrainte déviatoire, adapté aux très faibles perméabilités des argilites.

Le point commun entre ces deux nouveaux types d'essais de laboratoire proposés est une taille « réduite » d'échantillon par rapport à des tailles « standard » (i.e. dans notre cas, un échantillon de 10 mm de diamètre et de 20 mm de hauteur). La réduction de taille d'échantillon reste raisonnable vis à vis de la représentativité du comportement mécanique car on considère ici des matériaux dont la taille moyenne des grains est extrêmement fine.

Les motivations pour utiliser de telles tailles d'échantillon sont de deux ordres. Pour des matériaux à microstructure fine, comme le sont les argilites, l'observation des micro mécanismes de déformation mis en jeu lors de l'endommagement diffus ou localisé, à des échelles pertinentes, nécessite l'usage de la microscopie, ou bien celui de la microtomographie. Cette dernière technique permet d'analyser de manière non destructive, la distribution et l'évolution de la densité locale de masse, notamment au voisinage des zones de localisation. Elle offre une résolution spatiale de l'ordre de quelques micromètres en analysant des objets de taille millimétrique.

En ce qui concerne les mesures de perméabilité des argilites, on sait qu'une des principales difficultés rencontrée lors des essais sur des échantillons de taille classique (centimétrique) est la durée des phénomènes hydrodynamiques qui entraîne des temps d'essai très longs (plusieurs semaines, voire plusieurs mois). Dans notre cas on s'intéresse à l'évolution de la perméabilité en fonction du déviateur de la contrainte pour mettre en évidence l'effet d'un endommagement diffus ou localisé. Cela implique de procéder à des mesures de perméabilité à différents stades de chargement lors d'essais, par exemple, de compression axisymétrique. Pour ce type d'essai, on sait qu'il est important de garder un rapport hauteur sur diamètre d'échantillon proche de deux, ce qui conduirait à adopter des hauteurs importantes rendant la durée des essais problématique. L'approche que l'on propose, en travaillant sur des échantillons de taille millimétrique permet de respecter la condition sur l'élançement d'échantillon tout en réduisant considérablement les temps d'essai. En première approche, on peut estimer que le temps d'essai va varier avec le carré de la hauteur.

L'objectif final est que la taille commune d'échantillon entre les deux démarches expérimentales proposées, permette d'associer les résultats obtenus de part et d'autre, afin d'obtenir un ensemble de données expérimentales précises pour pouvoir enfin nourrir à la micro échelle la modélisation multi-échelles.

Le matériau étudié dans ce travail de recherche sont les argilites du Callovo-Oxfordien. Les très faibles perméabilités de ces matériaux impliquent des difficultés expérimentales importantes. Afin de mieux maîtriser les nouveaux outils développés, nous avons aussi utilisé la marne de Beaucaire comme matériau d'étude. Ses avantages sont que d'une part, son comportement à de faibles niveaux de contraintes et son lithotype, présentent des similitudes avec ceux des argilites de l'Est, et que d'autre part, il implique moins de difficultés d'expérimentation grâce notamment à une perméabilité beaucoup moins faible.

Le **chapitre 2** est une synthèse des propriétés physiques et mécaniques des argilites du Callovo-Oxfordien, issue de la littérature. Les quelques caractérisations des propriétés physiques que nous avons réalisées sur les matériaux qui ont servis aux travaux expérimentaux de ce travail de thèse, sont également présentées. Les différentes études expérimentales de la littérature, menées sur l'étude de l'évolution de la perméabilité en fonction de l'endommagement, sont synthétisées. Il est à noter qu'il existe que très peu d'études du fait des très grandes difficultés expérimentales induites par les très faibles perméabilités des argilites, et qu'il reste encore beaucoup d'efforts à produire dans ce domaine. Nous terminons le chapitre en présentant les différents études de la littérature menées sur la fissuration des argilites à l'échelle de la microstructure.

Le **chapitre 3** présente la technique de tomographie à rayons X (RX) et l'intérêt de son utilisation dans l'étude de la localisation de la déformation dans les géomatériaux. Dans la première partie nous exposons le principe de la mesure tomographique RX, les méthodes de reconstruction des images et les différents appareils de tomographie RX (scanner) existants. Ensuite, nous présentons les différentes caractéristiques à prendre en compte dans l'utilisation de la technique afin de permettre au lecteur de mieux comprendre les choix que nous avons effectués pour adapter aux mieux la technique à nos objectifs.

La deuxième partie du chapitre est une étude bibliographique sur les études de la localisation de la déformation dans les géomatériaux à l'aide de la tomographie RX. Après avoir souligné et illustré l'importance de la résolution spatiale dans ce type d'étude, quelques travaux combinant essais triaxiaux et mesures tomographiques (i.e. l'échantillon est scanné sous chargement) sont présentés. Nous montrons que la plupart des études effectuent les mesures tomographiques sous chargement isotrope (après retrait du déviateur) et très peu sous chargement déviatoire. Nous terminons en exposant les rares études sur les deux matériaux étudiés dans le cadre de ce travail de thèse. Il en ressort qu'à notre connaissance, aucune étude sur l'étude de l'endommagement des argilites du Callovo-Oxfordien à l'aide de la tomographie RX, n'a été menée.

Après avoir présenté les caractéristiques de la ligne de lumière synchrotron où nous avons mené nos expériences (la ligne ID15 de l'European Synchrotron Radiation Facility (ESRF)), et de nos données tomographiques, le **chapitre 4** expose les trois dispositifs expérimentaux que nous avons réalisés dans le cadre de ce travail de thèse, afin de pouvoir effectuer *in situ* sur une ligne synchrotron, des mesures tomographiques sous chargement déviatoire d'échantillons de roches argileuses (la marne de Beaucaire et l'argilite du Callovo-Oxfordien).

Les **chapitres 5 et 6** sont le cœur de ce manuscrit. Ils présentent l'ensemble des résultats des campagnes d'essais menées au synchrotron de Grenoble (ESRF) respectivement, sur la marne de Beaucaire, et sur l'argilite du Callovo-Oxfordien. Nous montrons que l'endommagement localisé en fonction de la contrainte déviatoire, a pu être caractérisé précisément dans l'espace et dans le temps.

Afin de maîtriser et de mettre au point la combinaison technique d'essai mécanique et de mesure tomographique sur une ligne synchrotron, une campagne d'essais a été réalisée sur un matériau argileux présentant moins de difficultés expérimentales que les argilites, la marne de Beaucaire. La première partie du **chapitre 5** expose brièvement les principales caractéristiques de ce matériau, puis quelques résultats d'une étude *post-mortem* (i.e. échantillon scanné après essai) menée sur des échantillons prélevés sur des éprouvettes testées préalablement au sein de notre laboratoire. Dans la deuxième partie du chapitre, nous présentons l'ensemble des résultats de la campagne d'essais triaxiaux réalisée sur la marne de Beaucaire.

Le **chapitre 6** expose l'ensemble des résultats de la campagne d'essais triaxiaux réalisés sur l'argilite du Callovo-Oxfordien. Les résultats sont montrés à l'aide des coupes tomographiques et des reconstructions en trois dimensions des zones d'endommagement localisé. Le chapitre se termine par des mesures de champs tridimensionnels de déformation à l'aide des techniques de corrélation d'images que nous avons appliquées à nos données tomographiques. Nous montrons d'une part, que ces techniques qui sont actuellement en plein développement, sont applicables aux données tomographiques obtenues sur des roches argileuses, et d'autre part, qu'elles enrichissent l'analyse des résultats tomographiques en permettant de mieux caractériser l'initiation de la localisation de la déformation.

Peu d'études expérimentales de l'évolution de la perméabilité en fonction de l'endommagement existent sur les argilites du Callovo-Oxfordien (et plus généralement sur les argilites), du fait des grandes difficultés expérimentales liées aux très faibles perméabilités de ces matériaux. Nous proposons une démarche novatrice basée sur l'utilisation d'une taille « réduite » d'échantillon, qui permettra de diminuer les temps d'essai très longs inhérents à ce type d'étude. Après avoir présenté la technique de mesure de perméabilité choisie, le « pulse-test », et les spécificités et adaptations des dispositifs expérimentaux, à prendre en compte pour ce type de mesure, le **chapitre 7** expose l'installation triaxiale haute pression que nous avons développée et réalisée dans le cadre de cette thèse.

Le **chapitre 8** conclue ce manuscrit en présentant les principaux résultats obtenus et les nombreuses perspectives que suggèrent ce travail de recherche dans l'étude expérimentale de l'endommagement et de l'évolution de la perméabilité sur les roches argileuses.

Dans un souci de clarté, nous voulons préciser ici un point important de vocabulaire. Pour les campagnes d'essais avec la tomographie RX, nous allons utiliser dans le manuscrit, les expressions « étude *post-mortem* » et « étude *in situ* ». Dans le vocabulaire de la tomographie RX, « étude *post-mortem* » signifie que les mesures tomographiques sont réalisées sur un échantillon issu d'un essai de laboratoire préalablement effectué aux mesures tomographiques. L'expression « étude *in situ* » signifie que les mesures tomographiques sont réalisées sur un échantillon sous chargement (i.e. en cours d'essai sous chargement), à ne pas confondre avec des essais qui seraient effectués dans l'environnement naturel d'origine du matériau.

# **Chapitre 2 :**

# **LES ARGILITES DE L'EST**



Le matériau étudié au cours de ce travail sont les argilites du Callovo-oxfordien. Dans un souci de concision, nous les nommerons argilites de l'Est dans la suite du manuscrit. Les argilites de l'Est testées dans cette étude proviennent du laboratoire souterrain de l'ANDRA situé sur la commune de Bure à la limite de la Meuse et de la Haute Marne. Elles appartiennent à une couche géologique du Callovo-Oxfordien épaisse de 140 mètres, datant du Jurassique supérieur – Jurassique moyen soit âgée de 155 millions d'années, et se situant entre 420 et 550 mètres de profondeur avec un faible pendage (1 à 1.5° vers l'Ouest et le centre du Bassin Parisien) (figure 2.1). Le matériau est une argile raide de type roche fragile, très peu perméable et contient 40 à 45% de minéraux argileux. La couche est le résultat d'une sédimentation marine dans un océan de grande extension ce qui lui confère une continuité lithologique sur l'ensemble du site étudié et ainsi, une composition minéralogique présentant de faibles variations à même profondeur.

Les travaux expérimentaux dans cette étude ont été effectués sur du matériau issu de deux forages différents et se situant quasiment à même profondeur dans la couche répertoriée C par l'ANDRA (Andra 1999). Les échantillons proviennent des cellules de conditionnement répertoriées EST12250 (forage EST212, profondeur 479 m) et EST18482 (forage EST361, profondeur 476 m).

Ce chapitre est une synthèse des principales caractéristiques physiques et propriétés mécaniques (notamment hydromécaniques) des argilites de l'Est. Dans un premier temps, nous présentons les caractéristiques physiques dont l'ensemble des caractérisations que nous avons réalisées sur les échantillons étudiés expérimentalement au cours de ce travail de thèse. Dans un deuxième temps, nous présentons les principales caractéristiques mécaniques et les différentes études de la littérature menées sur l'endommagement et ses conséquences sur la perméabilité et sur la microstructure de ces matériaux.

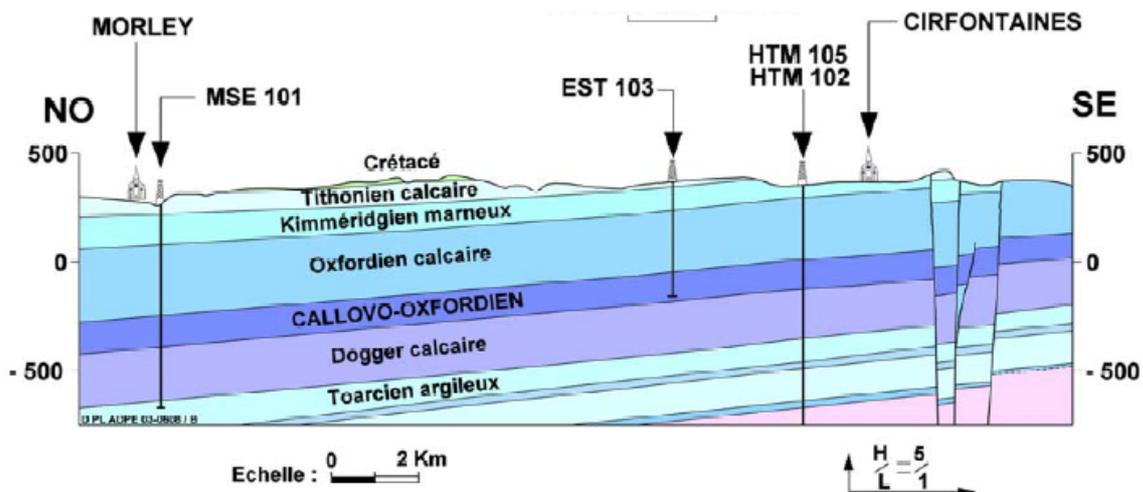


Figure 2.1 : Coupe géologique du site du laboratoire souterrain de Meuse/Haute Marne (www.andra.fr)

## 2.1 CARACTERISTIQUES PHYSIQUES

De nombreuses études (Lefevre et Homand (1995), Heitz et al. (1998), Chiarelli (2000), Escoffier (2002) entre autres) ont été menées afin de déterminer les caractéristiques physiques des argilites de l'Est. Nous présentons dans ce paragraphe une synthèse des caractérisations que nous avons effectuées (diffraction X, porosimétrie mercure, densités, granulométrie laser) sur les matériaux utilisés lors de nos campagnes expérimentales. Les résultats sont comparés avec les mesures disponibles dans la littérature. Nous terminons avec une description de la microstructure issue d'observations faites par des laboratoires partenaires de l'ANDRA.

### 2.1.1 Densités

Nous avons déterminé la densité humide (ou naturelle) par pesée et mesure des dimensions des échantillons préparés pour les essais mécaniques. Les valeurs moyennes issues de ces mesures est de  $2.38 \text{ g/cm}^3$  pour EST212 et  $2.44 \text{ g/cm}^3$  pour EST361 ce qui est en adéquation avec les valeurs de la littérature (principalement entre  $2.4$  et  $2.47 \text{ g/cm}^3$ ).

La densité sèche a ensuite été calculée à partir des mesures de densité humide et de teneur en eau. Elle est de  $2.24 \text{ g/cm}^3$  pour EST212 et  $2.32 \text{ g/cm}^3$  pour EST361. La valeur prise par l'ANDRA est de  $2.28 \text{ g/cm}^3$  (Andra 1999).

La densité des grains mesurée à l'aide d'un pycnomètre à gaz a une valeur moyenne de  $2.70 \text{ g/cm}^3$  (Lefevre et Homand (1995), Thorel (1995), Heitz et al. (1998)).

### 2.1.2 Porosité

La porosité a été déterminée par calcul et mesurée par porosimétrie mercure au Laboratoire d'étude des Transferts en Hydrologie et Environnement de Grenoble.

La porosité calculée à partir des valeurs de densité sèche et humide est de 17 % pour EST212, et de 14.2 % pour EST361. La valeur prise par l'Andra est  $15 \pm 2$  % (Andra 1999).

La porosimétrie mercure permet de mesurer et de mettre en évidence différents types de porosité. Elle se déroule en une phase d'intrusion et une phase d'extrusion de mercure sous pression. L'appareil utilisé pour nos mesures de porosimétrie mercure permet d'appliquer une pression maximale d'intrusion de mercure de 500 MPa et d'accéder à des diamètres de pores compris entre 500 à  $0.003 \mu\text{m}$ . Les mesures sont effectuées sur des petits échantillons (volume inférieur à  $1 \text{ cm}^3$ ) préalablement séchés. La phase de séchage consiste en un passage à l'étuve pendant 24h à basses températures ( $40^\circ\text{C}$ ) afin de limiter la création de microfissuration.

Les valeurs moyennes de porosité au mercure mesurées sont de 17.1 % pour EST212 et 14.6 % pour EST361 avec respectivement un diamètre de pore moyen de  $0.0355$  et  $0.0329 \mu\text{m}$ , soit en moyennes  $15.85$  % et  $0.0342 \mu\text{m}$ .

La figure 2.2 indique la proportion de volume injecté en fonction de la taille de pore pour les deux matériaux. Les deux courbes montrent que la très grande majorité des pores est répartie entre 0.003  $\mu\text{m}$  (limite de l'appareil) et 0.2  $\mu\text{m}$  de diamètre de pore, avec un pic très prononcé à 0.035  $\mu\text{m}$  et un deuxième à 0.005  $\mu\text{m}$ . Le pic à 300  $\mu\text{m}$  dans EST361 correspond probablement à une microfissuration créée lors du séchage de l'échantillon. La différence entre les deux matériaux est que les tailles de pores principales (autour de 0.035  $\mu\text{m}$ ) sont réparties sur une gamme plus étendue pour EST212 par rapport à EST361.

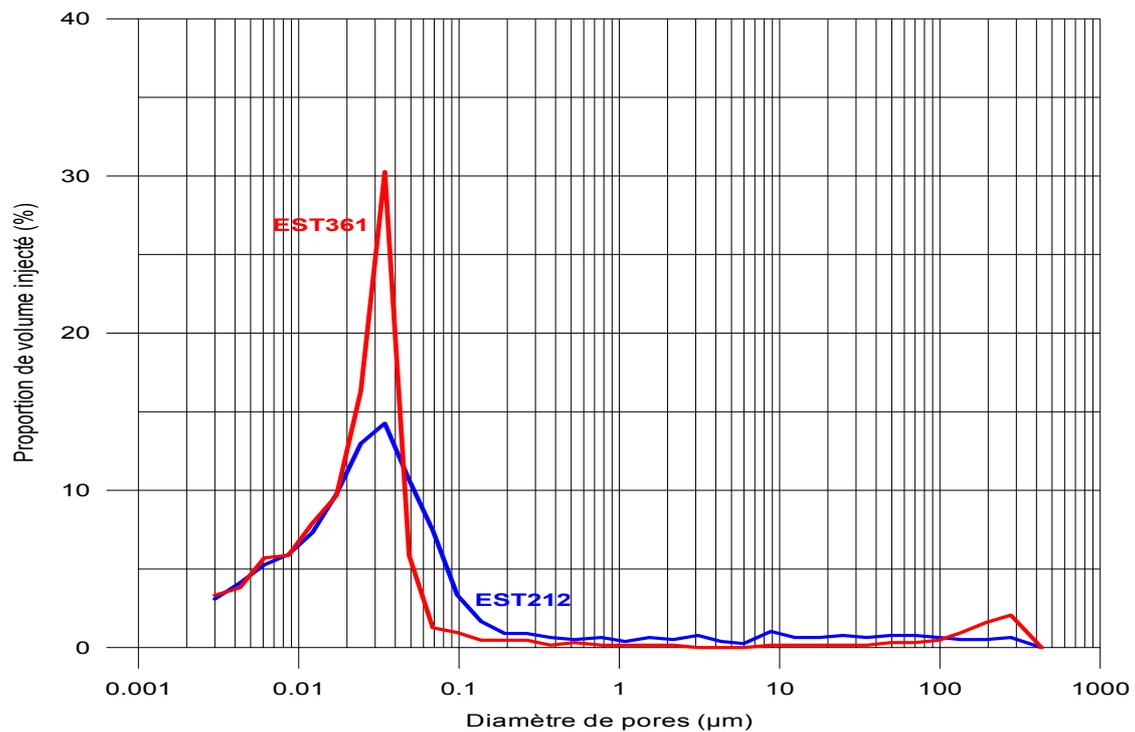


Figure 2.2 : Résultats de mesure par porosimétrie mercure sur EST361 et EST212 (proportion de volume de mercure injecté en fonction des diamètres de pores)

Lors de la phase d'intrusion, le mercure accède à la porosité accessible connectée. Lors de la phase d'extrusion, la différence de volume entre les deux phases met en évidence qu'un certain volume de mercure reste dans certains pores connectés en d'autres termes, dans la porosité piégée. Une deuxième injection permet de déduire du volume réinjecté, la porosité libre. La figure 2.3 montre un exemple de phase intrusion/extrusion effectuée sur un échantillon EST361. La porosité piégée mesurée est de l'ordre de 60 % pour EST361 et de 50 % pour EST212.

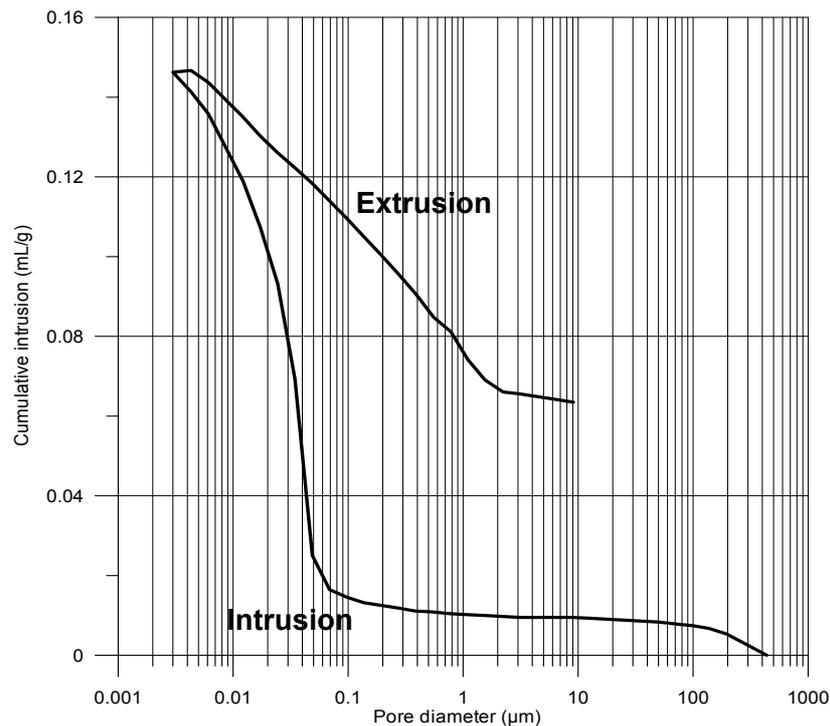


Figure 2.3 : Volumes cumulés lors d'une phase d'intrusion/extrusion en fonction du diamètre de pores pour EST361.

La technique de porosimétrie mercure permet d'accéder à la porosité connectée accessible par le mercure aux pressions appliquées et dans les limites de taille de pores accessibles de l'appareil. Elle permet de déterminer trois types de porosité (accessible, libre et piégée). Le type de porosité influant sur la capacité d'écoulement d'un fluide dans un milieu poreux, la porosimétrie mercure est une technique intéressante pour une première caractérisation de la microstructure (Coll 2005). Néanmoins, cette technique n'est pas très adaptée aux matériaux argileux car elle ne permet pas d'accéder à la porosité de rayon inférieur à 0.003  $\mu\text{m}$  (limite de mesure de l'appareil) ni à la macroporosité de rayon d'accès inférieur à 0.003  $\mu\text{m}$  et minore ainsi la mesure de porosité libre. De plus, l'hypothèse de pores cylindriques dans l'analyse des résultats est discutable vu la forme allongée et plate des pores dans les matériaux argileux et enfin, le séchage préalable peut créer une microfissuration majorant la valeur de porosité moyenne mesurée.

Les valeurs de porosité totale calculée et mesurée par porosimétrie mercure dans la littérature varient entre 9 et 18 % (Chiarelli (2000), Wright (2001), Escoffier (2002)), les valeurs de porosimétrie mercure étant inférieures de 10 à 20 % par rapport aux valeurs calculées.

### 2.1.3 Teneur en eau, degré de saturation et perméabilité

Les teneurs en eau ont été calculées par pesée avant et après passage à l'étuve à 105°C pendant 48h, de morceaux issus des chutes de carottes lors de la découpe des échantillons. Pour EST212, la valeur moyenne mesurée est de 6.21 % et 5.38 % pour EST361. Notons que les mesures effectuées un an auparavant en sortie de forage pour EST361 (rapport forage ANDRA 2004) indique une teneur en eau supérieure avec la même méthode (48h à

l'étuve à 105°C). La teneur en eau mesurée à la sortie du forage est de 6.62%. Il semblerait que les carottes malgré les précautions prises pour son conditionnement (membrane entourée de béton) est perdu environ 1 % de teneur en eau en un an. Les valeurs moyennes mesurées sont en adéquation avec la littérature (entre 3 et 9%) et la valeur moyenne retenue par l'ANDRA est de 6% (Andra 1999).

Le degré de saturation est déduit de la porosité et de la teneur en eau (valeur de densité de l'eau prise, 0.997 g/cm<sup>3</sup> à 25°C). Le degré de saturation calculé pour EST212 est de 82.1 % et de 87.7 % pour EST361. Les incertitudes sur le calcul de la porosité et de la teneur en eau font que ce calcul est uniquement une indication. La plupart des auteurs trouvent une valeur moyenne comprise entre 90 et 95% et considèrent le matériau comme saturé ou proche de la saturation (état considéré in situ). Les valeurs pour les deux forages semblent un peu faibles et outre les incertitudes de calcul, s'expliquent par la perte d'eau interstitielle entre le moment des forages et l'ouverture des cellules. Wright (2001) en se basant sur un calcul avec une valeur de porosité à l'hélium et une valeur de densité de l'eau de 1, est arrivé à la même conclusion à savoir que en faisant abstraction de la méthode de mesure de la porosité, il peut y avoir déperdition d'eau interstitielle durant le stockage des carottes. Plusieurs autres auteurs (Chiarelli (2000), Escoffier (2002)) ont constaté le même phénomène.

La perméabilité intrinsèque mesurée in situ varie entre 10<sup>-17</sup> et 10<sup>-19</sup> m<sup>2</sup> et celle mesurée en laboratoire entre 10<sup>-20</sup> et 10<sup>-22</sup> m<sup>2</sup>.

#### 2.1.4 Granulométrie

Une granulométrie laser a été menée au LTHE de Grenoble. Les particules les plus fines (particules d'argile) n'apparaissent pas d'une part à cause des limites de l'appareil (0.3 µm) et d'autre part, du fait que les particules restent en partie en agrégat malgré qu'une attention particulière a été prise sur la durée de la phase d'exposition aux ultrasons qui permet de séparer les particules avant analyse. La figure 2.4 montre les courbes granulométriques moyennes issues de ces mesures. Les répartitions granulométriques présentent pour les deux matériaux, deux pics marqués à 40 et 300 µm. Pour les deux matériaux, la répartition moyenne est de 10 % de fraction < 2 µm, 10 % entre 2 et 3.9 µm, 48 % de silts (entre 5 et 62 µm) et 32 % de sables très fins et fins. Chiarelli (2000) a effectué le même type de mesure sur des matériaux issus de différentes profondeurs. Les résultats sont homogènes et donnent respectivement 11 %, 12 %, 72 % et 5 %. La proportion en particules sableuses est plus importante dans notre cas. Cela laisserait supposer que les agrégats n'ont pas été assez dispersés avec cette technique malgré les précautions prises, plutôt qu'une différence entre les forages.

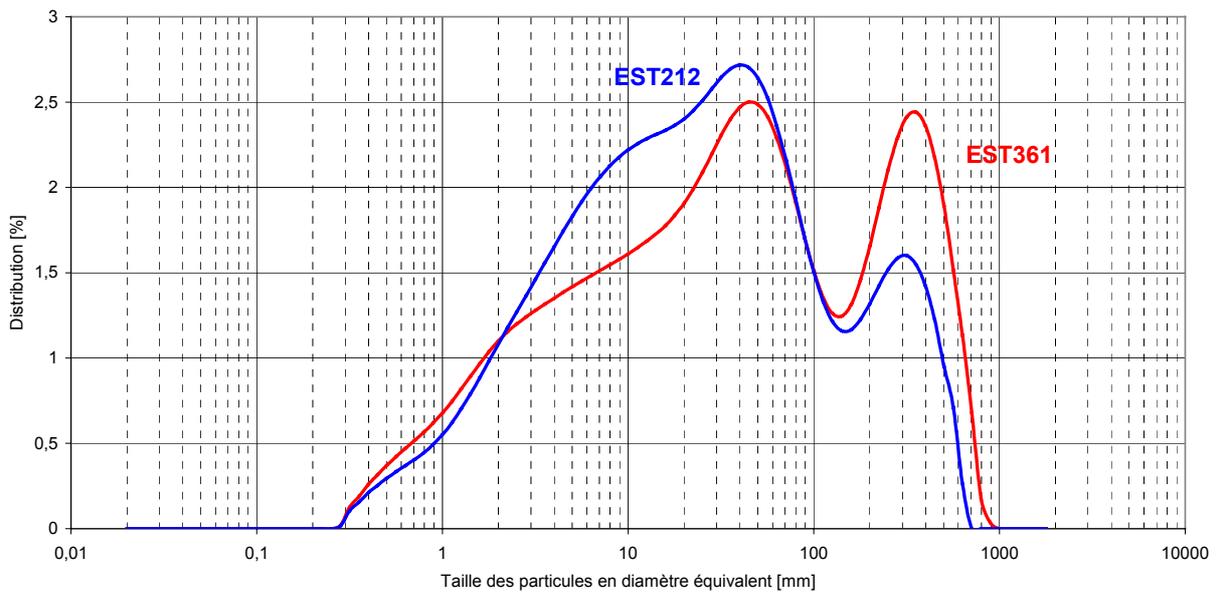


Figure 2.4 : Courbes granulométriques pour EST361 et EST212

### 2.1.5 Teneur en carbonate

Les nombreuses et différentes mesures effectuées (par exemple Lefevre et Homand (1995), Giraud et Homand (1995), Heitz et al. (1996)) ont montré une grande dispersion des teneurs en carbonate notamment en fonction de la profondeur. Chiarelli (2000) qui a étudié l'influence de la profondeur sur le comportement mécanique des argilites de l'Est, souligne que la forte dispersion des mesures ne permet pas de dégager une tendance nette. Les valeurs moyennes sont de 28.3 +/-10.5 % (Chiarelli 2000).

### 2.1.6 Composition minéralogique

Les nombreuses études utilisant la technique de diffraction X ont montré que les argilites de l'Est sont composées majoritairement de quartz, de calcite et de minéraux argileux et en bien moindre quantité de dolomite, de feldspath et de pyrite (Geraud et al. (1998), Chiarelli (2000), Escoffier (2002)).

La diffraction X permet l'identification des minéraux mais ne permet pas d'en estimer précisément leur proportion. Il faut l'associer avec d'autres techniques comme la calcimétrie, les analyses chimiques, pour obtenir des analyses plus fines. Néanmoins, comme le souligne Chiarelli (2000) qui a combiné diffraction X et calcimétrie, la détermination de la proportion des différents minéraux dans ce type de roche reste complexe et les résultats présentent une incertitude non-négligeable. Les valeurs issues des différentes études donnent en moyenne 25 à 35 % de calcite, 25 à 30 % de quartz, 40 à 45 % d'argiles et 5 % de minéraux accessoires dont 1 % de pyrite.

Les minéraux argileux sont principalement des illites et des interstratifiés illite/smectite. Quelques chlorites et kaolinites et micas complètent la phase argileuse. La profondeur de 492 m semble constituer une limite d'évolution dans le type et la proportion des minéraux. Avant cette limite, les interstratifiés sont de type irrégulier avec un fort pourcentage de

smectite (de 50 à 70 %). On retrouve également des illites des micas et de la chlorite. Au delà de 492 m, les interstratifiés sont de type régulier et plus riche en illite (de 60 à 80 %). D'autre part, on observe une diminution du pourcentage d'interstratifiés et l'apparition d'une fraction non négligeable de kaolinite (Escoffier 2002).

Les analyses que nous avons effectuées au laboratoire LGIT à Grenoble avec B. Lanson sur les matériaux utilisés dans cette étude sont présentés figure 2.5. Les résultats sont cohérents avec les nombreuses analyses déjà menées (notamment Chiarelli 2000) et sont similaires pour les deux forages étudiés. Ils montrent la présence majoritaire de quartz, calcite et argiles. Pour bien distinguer les argiles, il faudrait les extraire et réaliser des préparations orientées. Néanmoins, on peut distinguer un pic à 10 Å correspondant à du mica ou des illites. On peut également suspecter la présence de kaolinite et de chlorite. Enfin, il reste des phases minoritaires : de la pyrite, probablement de la microcline et un élément correspondant au pic à 4 Å que nous n'avons pas pu interpréter.

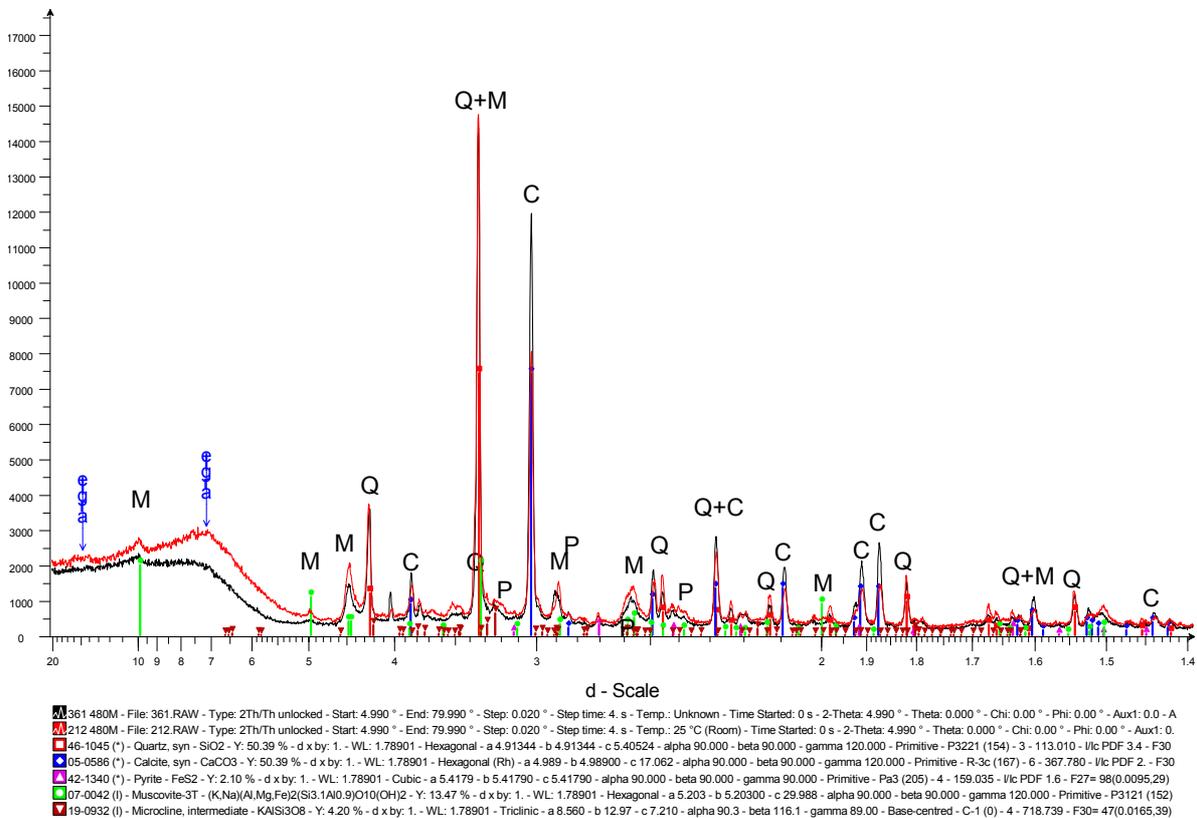


Figure 2.5 : Résultats de diffraction X sur roche totale (C : calcite, Q : quartz, P : pyrite et M : mica et/ou illite).

### 2.1.7 Microstructure

D'un point de vue macroscopique, l'argilite de l'Est est un matériau gris verdâtre, sombre, à grains fins et ne présentant pas une stratification évidente à l'œil nu sauf par l'intermédiaire de quelques hétérogénéités ou de niveaux plus carbonatés.

D'un point de vue microscopique, l'ensemble des observations faites par les laboratoires partenaires de l'ANDRA (Geraud et al. (1998), Gasc-Barbier et al. (1999), Chiarelli (2000), Wright (2001), Escoffier (2002)) en utilisant différentes techniques (observations au MEB et au MET, microscopie confocale laser) s'accordent et montrent que les argilites de l'Est se composent de grains de quartz et de calcite liés par une matrice fine composée principalement d'argile et de carbonate, et localement de matière organique et de pyrite (figure 2.6). Les grains de calcite et de quartz peuvent atteindre des tailles supérieures à 200  $\mu\text{m}$ . Les grains de forme arrondie (quartz et calcite d'origine détritique) n'ont pas d'orientation particulière. Les particules d'argile sont globalement orientées suivant la stratification (Wright 2001).

Les grains de quartz sont de forme plutôt arrondie aux arêtes nettes, sans trace d'altération et sont soit de grande taille ( $> 30 \mu\text{m}$ ) soit de taille plus petite ( $< 5 \mu\text{m}$ ).

Les grains de calcite sont de forme arrondie (d'origine détritique) ou de forme rhomboédrique (d'origine diagénétique). Leur dimension varie en moyenne entre 10 et 40  $\mu\text{m}$ .

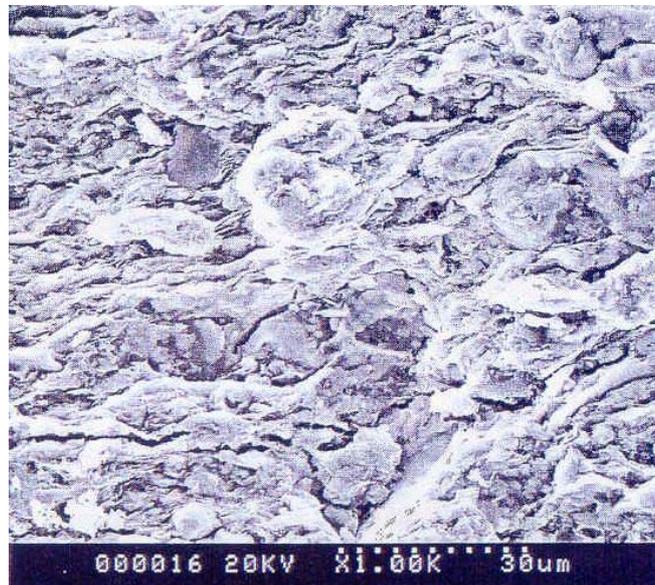


Figure 2.6 : Structure type : matrice d'argile englobant des grains de quartz et calcite. (Escoffier 2002)

Les minéraux argileux sont regroupés en amas de quelques microns qui localement ne sont pas forcément parallèles à la stratification. L'ensemble des observations s'accordent pour dire qu'ils semblent fortement épouser la forme des grains de quartz ou calcite qu'ils entourent (par exemple Wright (2001), Escoffier (2002)) .

Les cristaux de pyrite sont de forme automorphe, isolés ou regroupés sous forme plus ou moins organisée. Les formes organisées sont principalement sous forme framboïdale. Les cristaux ont une taille de l'ordre du micron et les regroupements en fromboïdes, une dizaine de microns (figure 2.7.a). L'accolement de plusieurs fromboïdes peut atteindre des tailles largement supérieures à 50  $\mu\text{m}$  (figure 2.7.b). Chiarelli (2000) observe pratiquement à chaque fois la présence de pyrite dans les amas de matière organique.

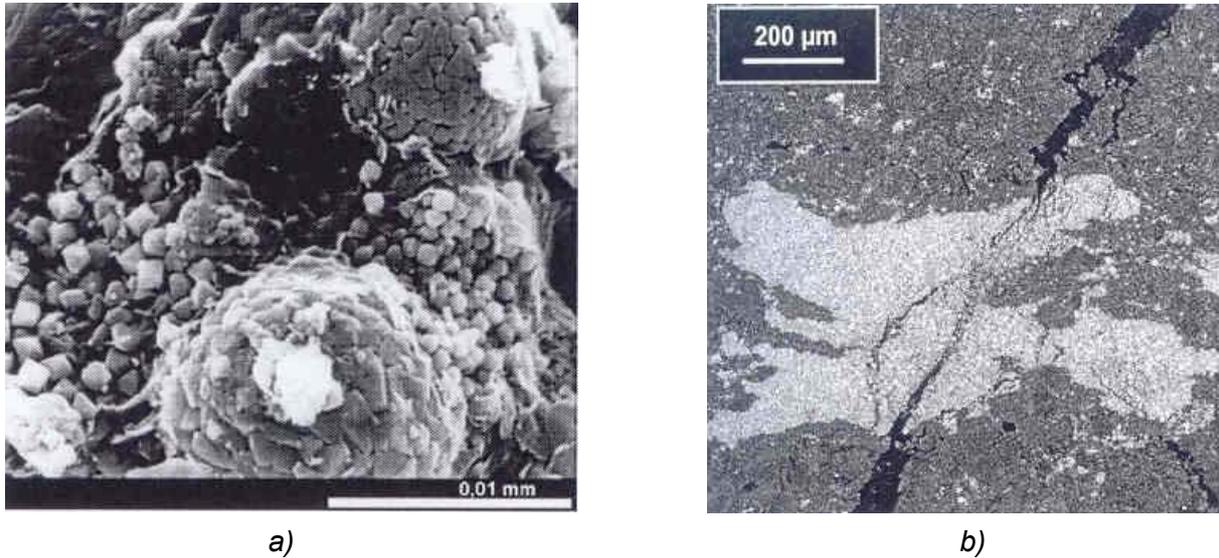


Figure 2.7 : a) Glomérule de pyrite sous forme framboïdale (Wright 2001) ;  
b) Agrégat de fromboïdes de pyrite traversé par une fissure (Fabre 2005).

La phase carbonatée de la matrice est majoritairement composée de calcite et d'un peu de dolomite. Plusieurs auteurs (par exemple Geraud et al. (1998), Chiarelli (2000)) pensent que la présence de carbonate dans la matrice constitue probablement un ciment contrairement à Gasc-Barbier et al. (1999), qui observent que la phase carbonatée est organisée sous forme de grains finement cristallisés et disséminés dans la matrice argileuse.

La calcite est aussi fortement présente dans les restes de structure végétale ou animale de plusieurs centaines de microns voir de l'ordre du millimètre, qui ne sont pas forcément parallèles à la stratification exceptées celles allongées sous forme de filon, reste d'organismes (figure 2.8). Nous verrons par la suite que ces hétérogénéités s'avèrent extrêmement utiles dans les observations des données tomographiques (voir chapitre 6).

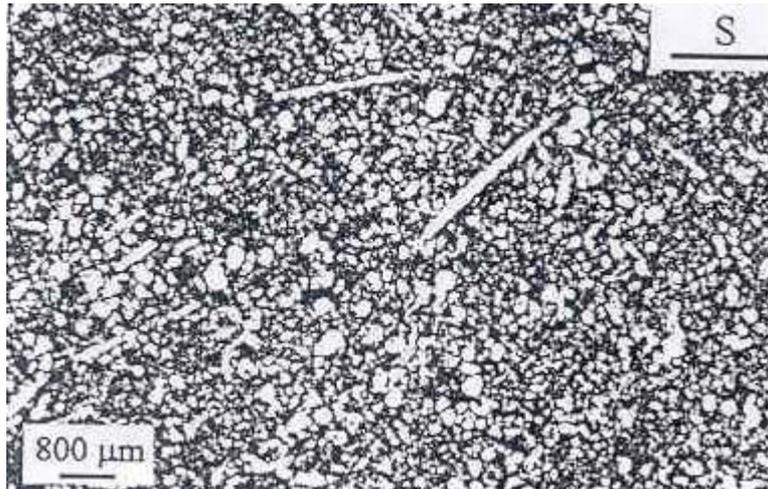


Figure 2.8 : Structures de forme allongée, constituées de calcite et observées dans le plan de stratification (Chiarelli 2000).

D'après les mesures de porosimétrie mercure, le diamètre moyen des pores est de  $0.03 \mu\text{m}$  ce qui est inférieur au résolution d'un MEB et d'un microscope optique. Néanmoins, une porosité importante est observable et est probablement due à la dessiccation pendant la mise sous vide lors de l'analyse ou lors de la préparation des lames minces (Geraud et al. (1998), Chiarelli (2000)). Aucun macropore pourtant détecté lors des mesures de porosimétrie mercure n'a été observé dans les différentes études. L'ensemble des observations s'accordent sur une structure en gros grains (inclusions) isolés dans une matrice. Cook (1999) suggère que la porosité avec ce type de structure est une porosité interagrégat ou interparticulaire. Wright (2001) en prenant une attention particulière lors de la préparation des échantillons afin de minimiser les changements de structure, observe une porosité de type lamellaire principalement localisée entre les agrégats argileux, et plus ponctuellement au contact des grains. Gasc-Barbier et al. (1999) ont observé la même chose et en plus, l'existence d'un espace d'environ  $1 \mu\text{m}$  autour des grains.

Les études sur matériau intact n'ont pas mis en évidence une fissuration naturelle (moins de 1 % de porosité de fissure suivant Thorel et al. (1995). Les seules fissures observées sont des fissures ouvertes dans le plan de litage qui sont probablement dues à la préparation des lames minces ou à la dessiccation lors de la mise sous vide poussé pour les observations au MEB. A part ces fissures induites par les méthodes d'observation, aucune fissure n'a été observée dans les limites de résolution des appareils à savoir  $0.5 \mu\text{m}$  (Chiarelli 2000).

## 2.2 PROPRIETES MECANIQUES

La compréhension du comportement mécanique du matériau hôte est un point essentiel dans le cadre du stockage des déchets radioactifs que ce soit pour les calculs de dimensionnement des ouvrages souterrains que pour l'estimation lors des différentes phases, des perturbations induites qui modifieront les capacités de stockage de la couche hôte. Plusieurs études ont été menées pour estimer les caractéristiques mécaniques de des argilites de l'Est et notamment les caractéristiques hydromécaniques. Nous présentons brièvement dans ce paragraphe les principaux aspects du comportement mécanique et hydromécanique qui se sont dégagés des différentes études expérimentales menées et notamment l'évolution de la perméabilité en fonction de l'endommagement. Enfin, nous avons prêté une attention plus particulière sur les études des mécanismes responsables de l'endommagement au niveau de la microstructure.

Ce paragraphe est une brève synthèse des propriétés mécaniques des argilites de l'Est et est principalement issu d'un rapport ANDRA sur le comportement mécanique expérimental des argilites de l'Est (Aublivé 2000) et des travaux de Chiarelli (2000). Nous conseillons vivement au lecteur désirant plus d'informations sur les paramètres mécaniques expérimentaux des argilites de l'Est, le premier chapitre de la thèse de S. Escoffier (2002) présentant une synthèse très complète et détaillée des études menées sur le sujet sous la forme de nombreux tableaux.

### 2.2.1 Comportement en compression simple

Le comportement en compression simple met en évidence deux phases principales (Chiarelli et al. 1998). Une première phase non-linéaire contractante (diminution du volume du matériau) qui se situe entre 50 et 70% de la valeur de la contrainte au pic. La deuxième phase présente une non-linéarité plus importante avec tardivement un comportement dilatant. Des déformations irréversibles apparaissent très rapidement, indice d'un seuil de plasticité très bas. Globalement, le comportement est contractant non-linéaire inélastique avec une accentuation de la non-linéarité à l'approche de la rupture, accompagnée de déformations volumiques dilatantes qui correspondent probablement à l'accélération de la naissance et à la coalescence de microfissures amenant à la rupture globale de l'échantillon. Cette dilatance se produit assez tardivement à partir d'une contrainte proche de celle de la rupture (Fabre 2005). La rupture est de type fragile.

La résistance à la compression simple varie de 8 à 50 MPa. Notons que les résultats sont très dispersés et la zone A présente une résistance plus importante (entre 16 et 50 MPa). La valeur moyenne prise par l'ANDRA est de 20 MPa (+/- 6 MPa).

Les études sur l'influence de la profondeur ont montré que la résistance en compression simple semble être indépendante de la profondeur et que les résultats présentent une grande dispersion dans une même couche.

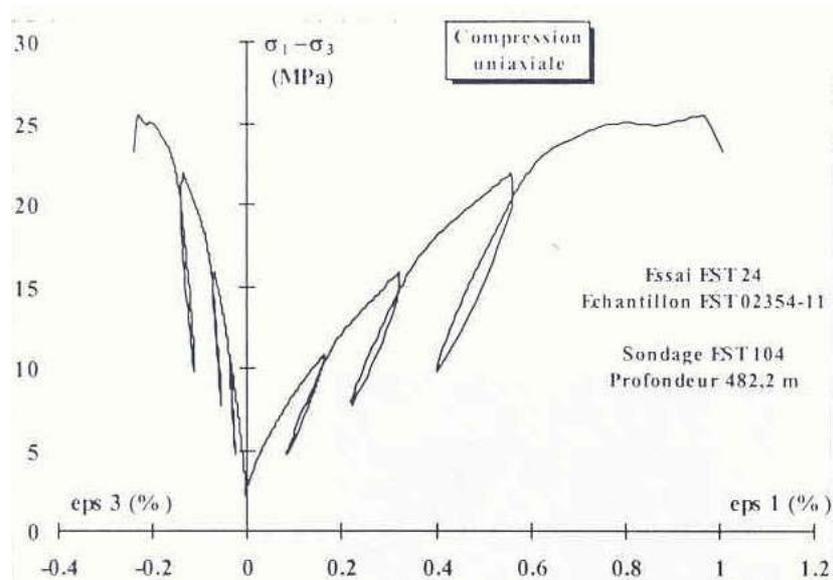


Figure 2.9 : Courbe contrainte-déformation avec cycle charge/décharge d'un essai de compression uniaxial (Chiarelli 2000)

## 2.2.2 Comportement en compression isotrope

Les études de Chiarelli (2000) en compression isotrope (de 0 à 60 MPa) montrent une légère anisotropie du matériau avec une déformation transversale quasi linéaire et une déformation axiale se décomposant en deux phases quasi linéaires. Une première phase jusqu'à 25 MPa de contrainte hydrostatique puis un raidissement du comportement probablement dû à la fermeture des microfissures préexistantes et notamment à celle des plans de stratification.

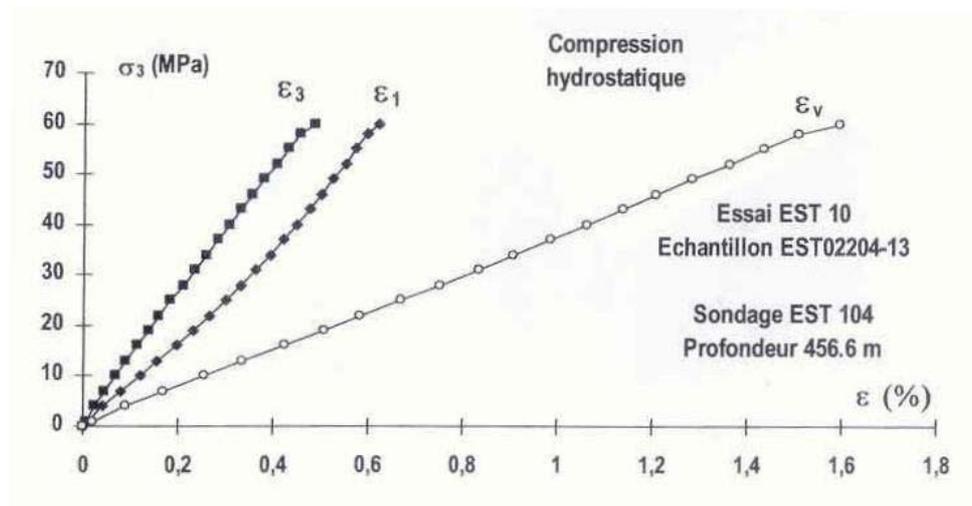


Figure 2.10 : Courbe contrainte-déformation d'un essai de compression isotrope (Chiarelli 2000)

### 2.2.3 Comportement en compression triaxiale déviatoire

Chiarelli (2000) a étudié le comportement en compression triaxiale pour des valeurs de confinement de 0 à 20 MPa lors d'essais considérés drainés par l'auteur (i.e. circuit d'imposition de pression interstitielle ouvert). Des déformations permanentes apparaissent à très faible niveau de déviateur, signe d'un comportement plastique prépondérant. Les modules d'Young et les coefficients de Poisson initiaux (calculés lors d'un cycle de décharge/rechargement en début d'augmentation du déviateur) augmentent légèrement avec le confinement (figure 2.11). Les études sur les paramètres élastiques ont montré qu'une anisotropie était induite en cours de chargement. En effet, les modules axiaux n'ont pas présenté une forte variation contrairement aux raideurs radiales qui ont diminuées de façon régulière. Les déformations volumiques sont principalement contractantes puis tardivement dilatantes à l'approche de la rupture. Le comportement à la rupture est globalement fragile à de faibles confinements pour devenir ductile avec l'augmentation du confinement. Le passage fragile/ductile s'effectue entre 10 et 15 MPa de contraintes moyennes isotropes.

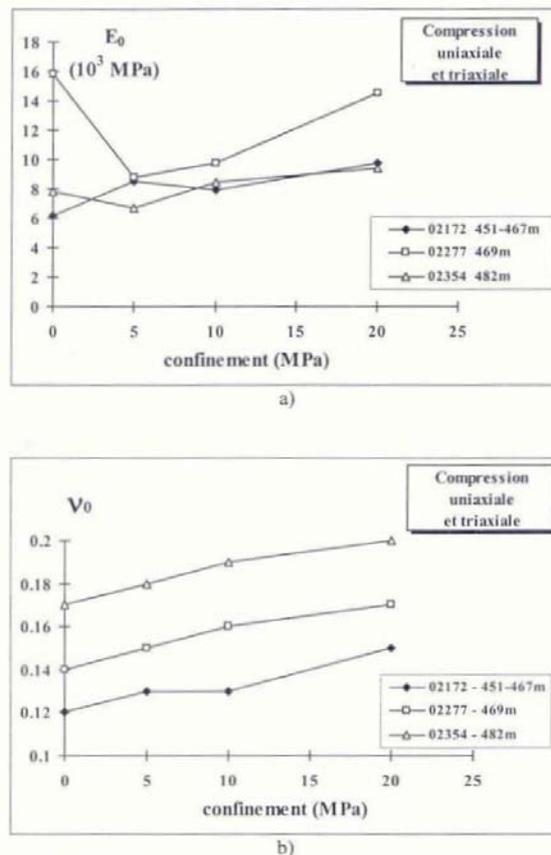


Figure 2.11 : a) Influence du confinement sur le module d'Young initial, b) influence du confinement sur le coefficient de Poisson initial (Chiarelli 2000)

## 2.2.4 Comportement hydromécanique et perméabilité

Heitz (1999) montre lors d'essais triaxiaux qu'à même pression initiale de pore, la contrainte à la rupture augmente avec le confinement (en d'autres termes, la contrainte à la rupture augmente avec la contrainte effective) et que les essais à contrainte effective constante n'ont pas montré de changement dans la contrainte à la rupture (couplage hydraulique sur mécanique). De plus, des essais oedométriques ont montré que les pressions de pores augmentent de manière quasi linéaire avec la déformation axiale (couplage mécanique sur hydraulique). Ce type de résultats classiques dans le comportement des roches saturées prouve l'importance du couplage hydromécanique dans les argilites de l'Est.

Chiarelli (2000) a étudié l'influence du degré de saturation sur les propriétés mécaniques. Elle a effectué des essais triaxiaux avec des teneurs en eau allant de 4 à 8% correspondant respectivement à 60 et 100 % de degré de saturation. Elle montre que lorsque la teneur en eau augmente, les modules d'Young diminuent alors que les coefficients de Poisson augmentent, les déformations plastiques déviatoriques augmentent et l'endommagement anisotrope est moins important. Une explication proposée est que la rétraction ou le gonflement des minéraux argileux modifient la taille des pores et ainsi génèrent ou annihilent les pressions capillaires.

Gasc-Barbier (2002) a étudié la sensibilité à l'eau et l'aptitude au gonflement. Elle a mis en évidence la sensibilité à l'eau en effectuant notamment des essais triaxiaux avec des échantillons dans leur état naturel (considéré saturé) et d'autres après une immersion de 15 jours dans l'eau. Les résultats ont montré par exemple que lors d'essais triaxiaux déviatoires avec une pression de confinement de 11MPa (valeur proche de la contrainte totale in situ), la valeur de la contrainte à la rupture est de 40 MPa dans l'état naturel et de 5 MPa après immersion (figure 2.9). Elle a aussi montré que la nature chimique de l'eau utilisée dans les essais n'avait pas d'influence majeure sur le comportement mécanique. Ses études sur le gonflement ont montré qu'il est plutôt de type intra-feuillet et non de type osmotique.

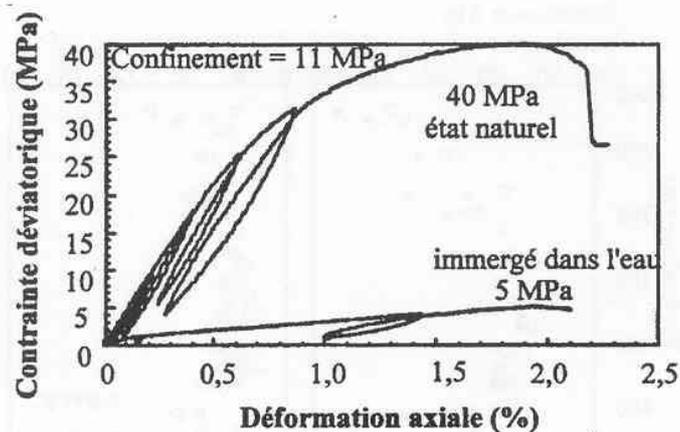


Figure 2.12 : Influence de la teneur en eau sur la contrainte à la rupture (Gasc-Barbier et al. 1999)

Les études expérimentales sur la perméabilité des argilites de l'Est sont peu nombreuses du fait de la difficulté de mesurer de si faibles perméabilités. Cela nécessite des temps d'essais très longs et une adaptation des dispositifs expérimentaux. Les méthodes classiques de mesure de perméabilité comme la méthode stationnaire ne sont pas applicables. Il faut utiliser des méthodes basées sur la diffusion de pression. L'ensemble des auteurs ont choisi la méthode du « pulse test » (voir la présentation de la méthode en chapitre 7) qui permet de mesurer la perméabilité et le coefficient d'emménagement spécifique de la roche.

Heitz (1998) a mesuré la perméabilité sous sollicitations mécaniques (contraintes isotropes et déviatoires) et thermiques (20 et 80°C) sur un échantillon d'une taille de 40 mm de diamètre pour un élanement de 1. Les mesures ont été effectuées perpendiculairement à la stratification et les données ont été traitées par méthode directe. Afin de vérifier la répétitivité des résultats, 2 à 3 « pulse test » ont été effectués à chaque état de sollicitations (mécaniques et thermiques).

Après saturation de l'échantillon dans des conditions supposées proches des conditions in situ (i.e. pour l'auteur, 11 MPa de confinement et 4 MPa de pression interstitielle), des mesures ont été effectuées sous contrainte isotrope à 20°C et 80°C puis le déviateur a été appliqué jusqu'à la rupture de l'échantillon. Notons qu'il a été appliqué par palier afin de dissiper les surpressions interstitielles. La perméabilité a été mesurée avant et après rupture de l'échantillon.

L'auteur a constaté que la répétitivité des résultats n'est pas toujours vérifiée et que la décroissance de pression dans le réservoir supérieur ne suit pas toujours la théorie (équation de diffusion). Selon l'auteur, cette différence peut être due à la fissuration dans l'éprouvette ce qui ne satisfait pas les conditions d'application de l'équation de diffusion (hypothèse de milieu homogène). Les conclusions de cet essai est que pour les sollicitations mécaniques et thermiques testées, la perméabilité intrinsèque n'a pas significativement évolué. Les conductivités hydrauliques mesurées varient entre  $10^{-14}$  et  $2.10^{-13}$  m.s<sup>-1</sup>.

Costes (1999) a étudié l'évolution de la perméabilité en fonction de l'endommagement (sous chargement isotrope et déviatoire). Trois essais ont été menés : 2 essais de mesures de perméabilité longitudinale i.e. sur des éprouvettes carottées perpendiculairement à la stratification, et 1 essai de mesures transversales i.e. sur une éprouvette carottée parallèlement à la stratification. Le but était de mettre une éventuelle évolution anisotrope de la perméabilité due à l'endommagement. Les échantillons étaient des cylindres de 60 mm de diamètre avec un élanement 2. Les données ont été traitées par méthode directe.

Après une phase de saturation non précisée (durée, pression, ..), des mesures ont été effectuées sous 3 et 75 MPa de contraintes totales isotropes puis l'échantillon a subi trois cycles identiques d'endommagement. Les cycles ont consisté à appliquer une contrainte déviatoire sous 75 MPa de pression de confinement, à retirer le déviateur puis à redescendre la pression de confinement à 3 MPa et enfin, à appliquer à nouveau une pression de confinement de 75MPa. Des mesures de perméabilité on été effectuées à chaque étape. Notons que le premier essai de mesures longitudinales n'a pas permis de mesurer la perméabilité à cause d'un mauvais dimensionnement du dispositif expérimental (dimensionnement des réservoirs).

L'auteur a mesuré pour les mesures longitudinales, une augmentation de deux ordres de grandeurs de la perméabilité après 2 cycles d'endommagement. Les valeurs mesurées en début d'essai varient entre  $2.10^{-22}$  et  $5.10^{-22}$  m<sup>2</sup>, et après 2 cycles d'endommagement, entre  $10^{-20}$  et  $2.10^{-20}$  m<sup>2</sup>. L'emménagement spécifique de la roche augmente également (passage de  $1.4.10^{-6}$  à  $2.8.10^{-6}$  m<sup>-1</sup> après 2 cycles d'endommagement).

Les mesures transversales n'ont pas montré d'évolution de la perméabilité suite aux cycles d'endommagement (valeur mesurée sur matériau intact,  $10^{-20}$  m<sup>2</sup>). Aucune surpression n'a été enregistrée dans le réservoir inférieur. Selon l'auteur, le pulse de pression est rapidement « absorbé » par la circulation de fluide dans les fissures. Enfin, les réponses en

pression du réservoir supérieur n'ajustent pas les abaques théoriques. Selon l'auteur, la décroissance de pression est due à un transfert de fluide entre les fissures et la matrice, ce qui ne correspond pas aux conditions d'application de l'équation de diffusion (hypothèse de milieu homogène).

Escoffier (2002) a mesuré la perméabilité sous chargement isotrope avec des contraintes moyennes effectives allant de 2.1 à 19.2 MPa. Les échantillons étaient des cylindres de 38 mm de diamètre avec une hauteur 15 ou 30 mm. Les données ont été traitées par méthode directe et inverse. L'auteur a montré que la méthode inverse est plus rapide et plus précise. Après un essai préliminaire afin d'ajuster le dimensionnement des réservoirs et le protocole expérimental, 5 essais ont été menés. Le protocole expérimental utilisé est le suivant. Après saturation des circuits de drainage, la pression de confinement est lentement appliquée jusqu'à 3 MPa afin d'éviter au maximum des surpressions interstitielles. Les pressions interstitielles sont ensuite appliquées (1 MPa pour le réservoir supérieur et 0.8 MPa pour le réservoir inférieur). Durant cette dernière phase, la pression de confinement est simultanément augmentée à 4 MPa. L'échantillon est considéré saturé quand la pression du réservoir inférieur a rejoint celle du réservoir supérieur. Dans tous les essais, la pression interstitielle est maintenue à 1 MPa afin de s'assurer de la saturation de l'échantillon. La pression de confinement est ensuite augmentée lentement pour étudier l'échantillon à divers états de contraintes effectives moyennes (de 2.1 à 19.2 MPa). A chaque état de contrainte, les pulse test ont été effectués deux fois afin de s'assurer de la répétitivité de la mesure. Les mesures de perméabilité varient de  $4.10^{-20}$  à  $0.27.10^{-20}$  m<sup>2</sup>, et les mesures d'emmagasinement spécifique de la roche, de  $4.10^{-20}$  à  $0.4.10^{-20}$  m<sup>-1</sup>. L'auteur conclue que pour les conditions des essais menés, les mesures ne permettent pas de conclure sur une éventuelle diminution de la perméabilité avec l'augmentation de la contrainte isotrope effective. Malgré une diminution de volume poral connecté et ainsi de la perméabilité, les mesures par « pulse test » pour cette ordre de grandeur semblent ne pas être assez précises pour détecter une éventuelle évolution de la perméabilité.

Bounenni (2002) a étudié l'évolution de la perméabilité en fonction de l'endommagement sous compression déviatoire, avec des essais triaxiaux sous fort confinement (75 MPa de contrainte moyenne) afin d'obtenir un comportement ductile. Les données on été traitées par méthode directe. Vu les difficultés rencontrées et après plusieurs améliorations de la procédure d'essai, un seul essai avec mesure de la perméabilité axiale est disponible. Il a consisté à mesurer la perméabilité sous 3 MPa de compression isotrope, une première fois en début d'essai afin de déterminer la perméabilité initiale, ensuite après une mise sous pression de confinement de 20 MPa puis de 75 MPa et enfin, après un cycle de chargement déviatoire sous 75 MPa de confinement (contrainte déviatoire maximale de 28 MPa).

Les résultats ont montré que la perméabilité a augmenté de deux ordres de grandeurs (de  $2.10^{-22}$  m<sup>2</sup> à  $10^{-20}$  m<sup>2</sup>). Aucune évolution graduelle n'a pu être mise en évidence à cause du manque de précision de la mesure. L'auteur en se basant sur l'observation à l'échelle macroscopique de l'échantillon après essai, précise que la fissuration a été diffuse et qu'il n'y a pas eu de localisation de la déformation. Notons qu'une observation à l'échelle microscopique pourrait prouver le contraire.

Un essai avec mesure de la perméabilité radiale a été effectué avec les mêmes cycles de chargement que pour l'essai de perméabilité axiale. La rupture a été fragile avec plusieurs fissures dont une principale (plan de rupture). Par contre, aucune évolution de la perméabilité n'a été mesurée car selon l'auteur, aucune fissure n'a débouché sur les chemins de drainage.

### 2.2.5 Mécanismes d'endommagement à l'échelle de la microstructure

Le rapport entre la microstructure et les propriétés mécaniques d'un matériau est étroit. L'endommagement se traduit physiquement par l'apparition de défauts au niveau de la microstructure. Dans le cas de l'argilite de l'Est, l'ensemble des auteurs s'accorde sur le fait que la texture peut jouer un rôle important. Ce paragraphe présente le travail de plusieurs auteurs sur l'étude des mécanismes de déformation et de rupture dans les argilites de l'Est au niveau de la microstructure :

- Chiarelli (2000) a utilisé le microscope optique et le MEB pour observer la microstructure d'échantillons ayant subis des essais uniaxiaux et triaxiaux. Elle a notamment observé des échantillons soumis jusqu'à différents niveaux de la résistance en compression simple (40, 50, 90 et 100 % de  $R_c$ ) afin de suivre l'évolution de la microstructure en cours de chargement uniaxial.
- Wright (2001) a étudié le rôle de la minéralogie, de la texture et de la structure dans la déformation et la rupture des argilites de l'Est. Pour observer les déformations sous sollicitations mécaniques, il a utilisé une microcellule développée au Centre de Géologie de l'Ingénieur de l'Ecole des Mines de Paris qui permet d'observer des lames épaisses (5 mm) sous compression. Elle permet dans une certaine mesure de contrôler la température et l'humidité relative.
- Boidy (2002) a observé sous microscope optique et sous MEB un échantillon testé en compression simple, sans le mener à la rupture et avec deux phases de relaxation.
- Fabre (2005) a observé des lames minces issues d'essais en compression simple à différentes vitesses de chargement et à différentes orientations d'éprouvettes et un échantillon issu d'un essai de fluage sans rupture. Elle a aussi observé plus en détail une lame mince issue des travaux de Boidy (2002).

L'ensemble des auteurs s'accordent sur le fait que les déformations et la rupture sont dues au développement et à la coalescence de microfissures qui se concentrent dans une zone étroite. Les microfissures sont visiblement induites par l'endommagement car aucune étude a mis en évidence l'existence d'une microfissuration initiale dans le matériau intact. Elles sont concentrées dans une zone proche de la fissure principale. En première approche, le matériau semble non-endommagé dans le reste de l'échantillon (Chiarelli 2000).

En compression simple, les fissures principales et les microfissures sont principalement axées dans le sens de la contrainte majeure (axe de chargement) (figures 2.13 et 2.14), observation classique dans la rupture des roches fragiles (Chiarelli (2000), Fabre (2005)). Elle a aussi étudié l'influence de la vitesse de chargement et de l'orientation de l'éprouvette. La vitesse ne semble pas avoir d'influence sur les types de mécanismes générés au niveau de la microstructure alors qu'elle avait constaté une légère augmentation de la résistance en compression avec la vitesse de chargement mais il est impossible de généraliser sur seulement deux essais. Par contre, les éprouvettes avec une stratification inclinée à 45° par rapport à l'axe de chargement ont montré des différences dans la fissuration. Les fissures verticales (dans le sens de la contrainte majeure) s'orientent nettement suivant le litage.

En compression triaxiale, les fissures sont inclinées (figure 2.13) et s'orientent progressivement avec le confinement vers un angle de 60° par rapport à la contrainte majeure. La rupture tend vers une fissure principale inclinée. A partir de 10 MPa de confinement, Chiarelli observe les premiers signes d'une rupture ductile à savoir que en plus

des observations faites à moindre confinement, des grains sont fracturés en plusieurs morceaux et que localement, des microfissures n'ont pas pu se développer probablement à cause du confinement devenu trop important.

Les fissures principales sont nettement développées et n'ont pas une ouverture constante. Chiarelli a même observé des fissures s'interrompant pour réapparaître ensuite (figure 2.15). L'hypothèse la plus probable dans ce cas, est que les fissures sont trop fines pour être observées avec la résolution utilisée.

Les microfissures sont observées localement et sont essentiellement localisées autour de la fissure principale. Elles suivent généralement les joints des grains et fonctionnent principalement en mode 1 (en ouverture). Notons que, en observant à différents niveaux de résistance en compression simple  $R_c$ , Chiarelli constate à 50 % de  $R_c$ , qu'aucune microfissuration n'est observable alors que les cycles de charge/décharge indiquent déjà une dégradation des modules élastiques. Par contre, des clivages (fissures rectilignes intragranulaires guidées par les plans cristallins) sont visibles dans certains grains de calcite (figure 2.16) et n'ont pas de direction préférentielle.

Boidy observe dans la zone localisée, des micro-plans de cisaillement dans la matrice argileuse, de moins de 5  $\mu\text{m}$  de large et orientés de 30 à 40° par rapport au litage. Ils ne sont pas rectilignes et leur orientation et leur tortuosité semblent en partie contrôlées par la stratification et la granulométrie de la roche. Le long de ces micro-plans de cisaillement, il observe une réorientation des particules d'argiles face contre face (figure 2.17 issue des observations de Fabre de la même lame mince). L'arrangement des particules affecte une zone d'une largeur de 10 à 20  $\mu\text{m}$ . Cette observation va dans le sens de Chiarelli qui observe une extrusion des particules argileuses indiquant un mouvement de glissement relatif avec frottement les unes contre les autres. Selon l'auteur, ce mécanisme pourrait être à l'origine des déformations irréversibles du matériau ce qui permettrait d'expliquer que les couches d'argilites plus riches en argiles, sont plus plastiques. De plus, Boydy observe localement des bandes de cisaillement plus larges (50 à 100  $\mu\text{m}$ ) où plusieurs micro-plans de cisaillement et des microfissures sont visibles (figure 2.18). Notons que les observations de Boydy sont faites sur un essai de compression simple sans rupture comportant des phases de relaxation. Il est alors difficile de savoir si l'observation des plans de cisaillement ou de la réorientation des particules argileuses, est due à la qualité d'observation, l'échantillon en lui-même ou les conditions d'essais (notamment l'effet des phases de relaxation).

L'ensemble des auteurs observe des fissures parallèles à la stratification qui semblent provenir de la fissure principale et fonctionnent principalement en mode d'ouverture (figure 2.13). L'hypothèse la plus probable est que ces fissures s'ouvrent uniquement lors de la décharge de l'échantillon et non lors de la phase de chargement. Dans ses essais, Wright constate l'ouverture de fissures et de micro-fissures aussi lors des phases de relaxation.

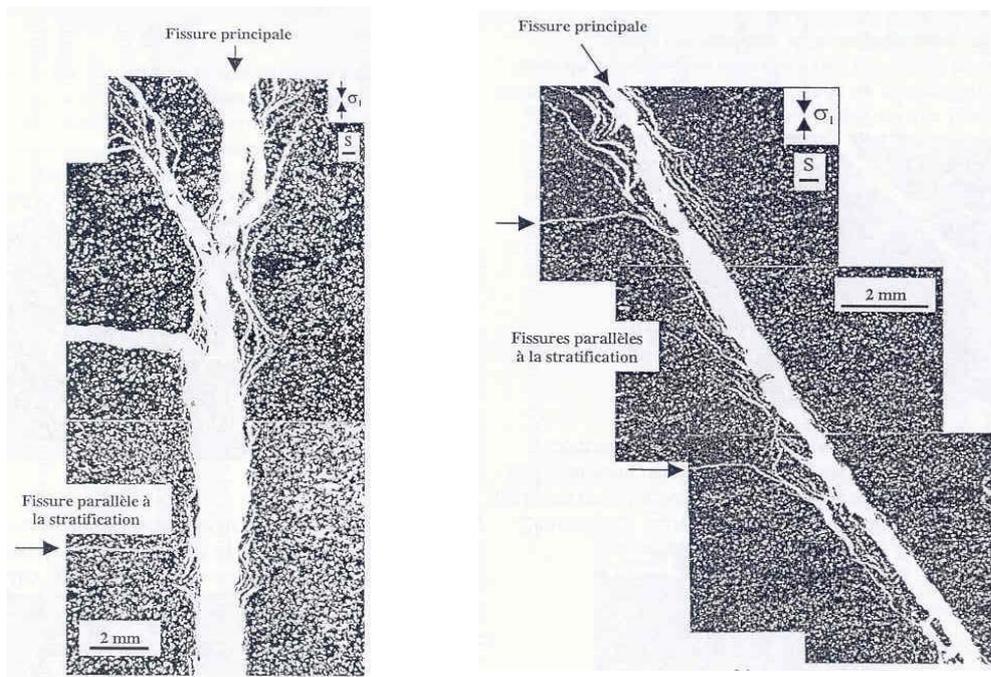


Figure 2.13 : Fissures principales dans le sens de la contrainte majeure lors d'un essai en compression simple (à gauche) et inclinée lors d'un essai triaxial (à droite) (Chiarelli 2000)

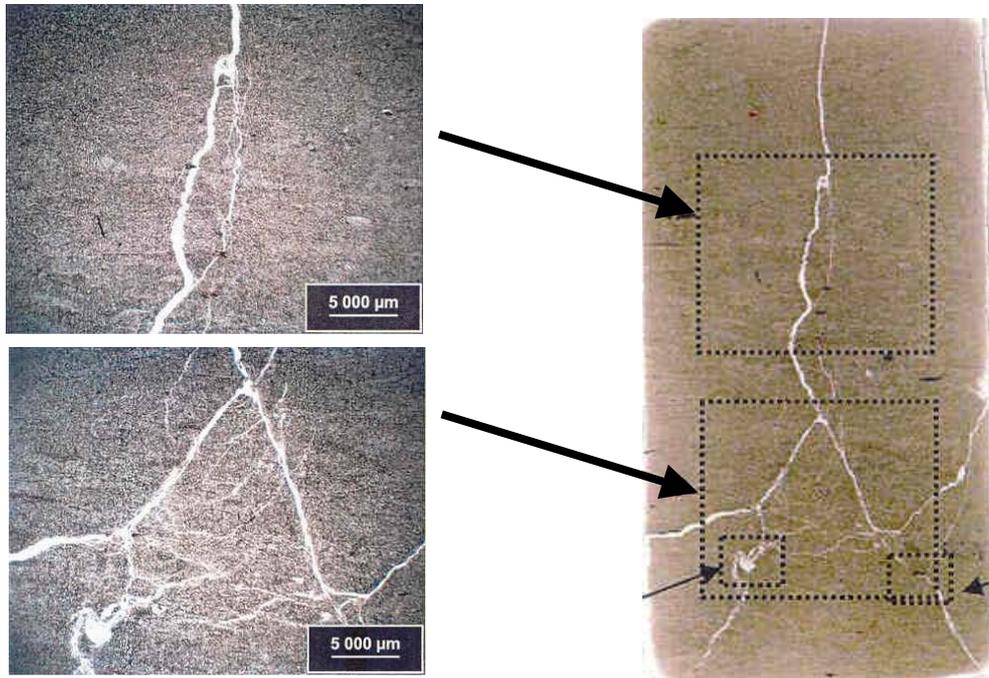


Figure 2.14 : Coupe verticale d'un échantillon testé en compression simple. Fissure principale dans le sens du chargement en haut et cône dit de frettage en bas. (Fabre 2004)

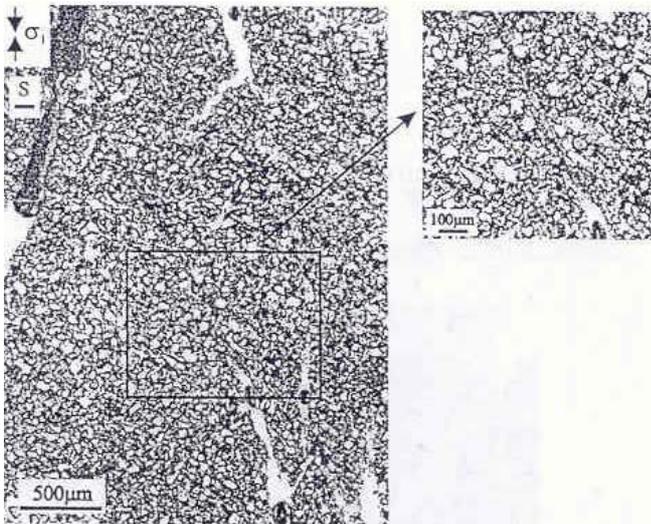


Figure 2.15 : Fissure s'interrompant pour réapparaître ensuite (Chiarelli 2000)

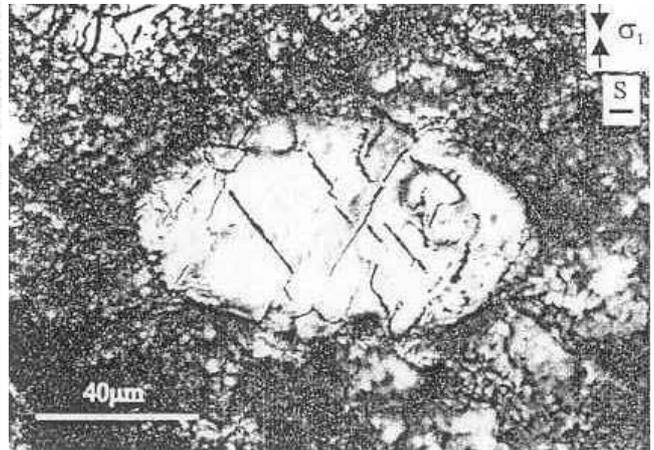


Figure 2.16 : Clivage dans un grain de calcite (Chiarelli 2000)

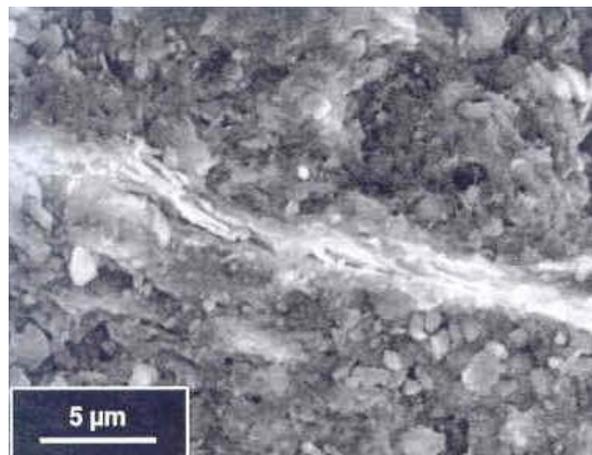
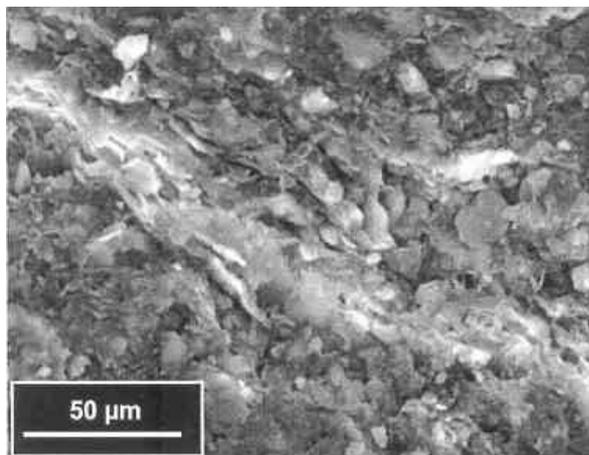


Figure 2.17 : Endommagement diffus (à gauche) et fissuration (à droite) de la matrice argileuse avec réorientation face contre face des particules argileuses le long des micro-plans de cisaillement (Fabre 2005)

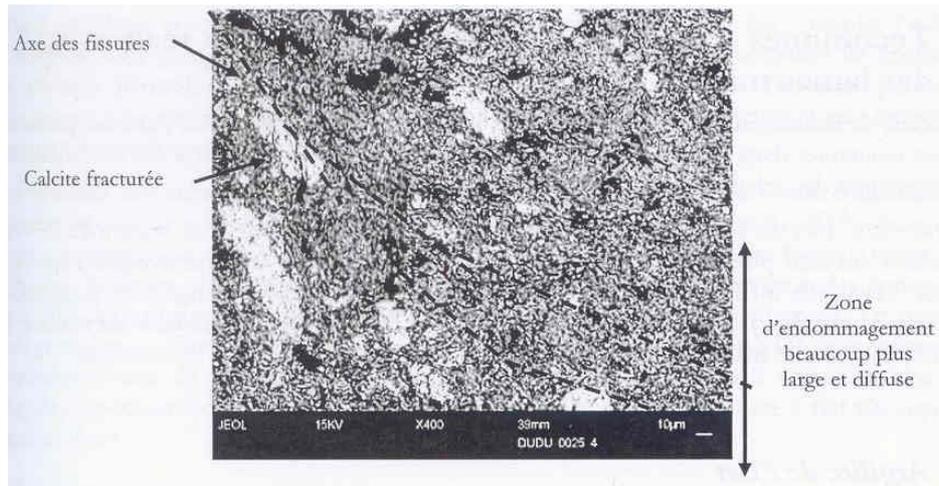


Figure 2.18 : Zone d'endommagement avec micro-plan de cisaillement et microfissuration et fracturation de cristaux de calcite (Boidy 2002)

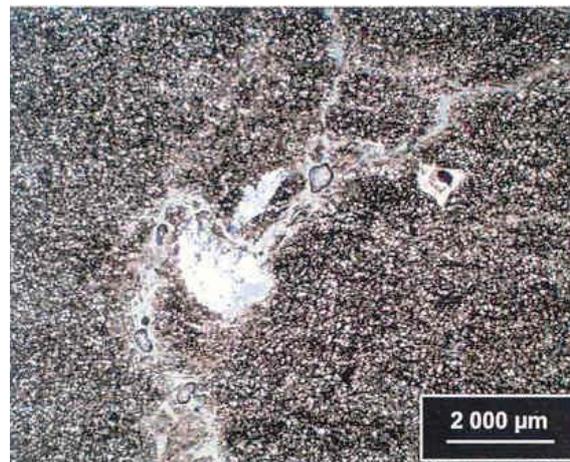


Figure 2.19 : Déviation et microfissuration autour d'un grain de quartz (Fabre 2005)

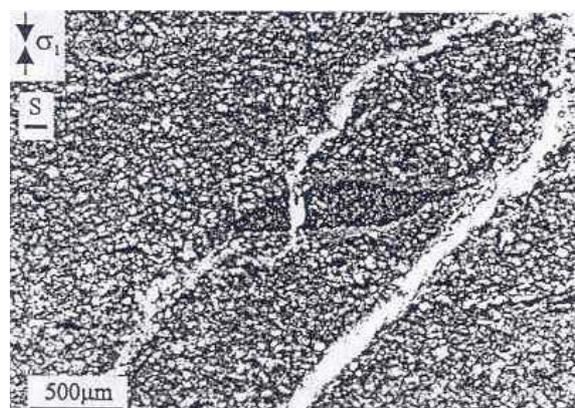


Figure 2.20 : Fissure déviée par une hétérogénéité composée de calcite et de matière organique (Chiarelli 2000)

Les différentes hétérogénéités (agrégats et grains de calcite, de quartz ou de pyrite) semble jouer un rôle important dans l'initiation et la propagation de la fissuration.

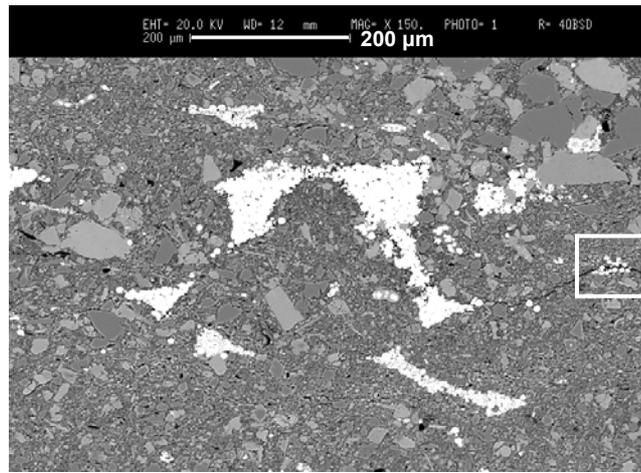
L'initiation des microfissures est apparemment liée aux hétérogénéités de la texture, principalement aux agrégats de calcite mais aussi de quartz, qui ont des propriétés mécaniques différentes de la matrice argileuse. Ils sont beaucoup moins déformables que la matrice argileuse ce qui crée à l'interface grain/matrice, une concentration de contrainte propice à la création de vides et donc de microfissuration. A l'interface matrice/grain de calcite, Chiarelli propose en plus, un scénario légèrement différent. Les déformations plastiques des particules d'argile entraînent une concentration de contrainte autour des grains plus rigides, ce qui peut créer et propager des clivages dans les grains. La légère déformation du grain induite peut provoquer un décollement à l'interface matrice/grain et ainsi, une microfissuration.

Les microfissures se propagent ensuite dans la matrice en suivant une direction préférentielle jusqu'à rencontrer ou être attirée par un grain (quartz, calcite et pyrite). Par exemple, Fabre a observé un gros grain de quartz d'une taille de l'ordre d'1.5 mm autour duquel les fissures sont déviées et se ramifient (figure 2.19). L'ensemble des auteurs ont constaté la déviation de fissure due à la présence d'hétérogénéités de plus grande taille, type agrégat ou gros grains (figure 2.20). Les fissures très généralement contournent les grains de quartz et de calcite (Fabre 2005). Néanmoins, quelques grains principalement de calcite, peuvent être fracturés notamment dans les zones de cisaillement (figure 2.18).

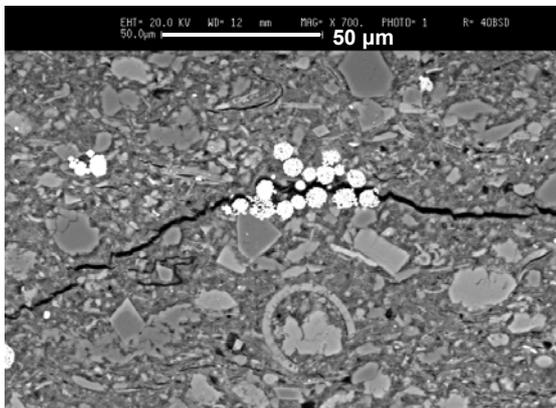
Enfin, l'ensemble des auteurs s'accorde sur l'influence de la pyrite dans les processus de microfissuration. Les observations montrent que les agrégats de pyrite fromboïdale sont très souvent traversés par les fissures et semblent donc créer des zones de faiblesse propices à la propagation des microfissures. La formation de ce type de pyrite est souvent associée à un remplissage de bulles ou à la substitution de corps organiques (O'Brien et al. (1990)) ce qui crée des zones ayant des liaisons plus faibles. Par conséquent, les agrégats de glomérules fromboïdaux sont très souvent traversés et cisailés par les microfissures sans fracturation des glomérules, et se retrouvent sur les deux épontes de la fissure (figure 2.18). Ils doivent sûrement avoir une cohésion proche de la résistance des liaisons dans la matrice argileuse et bien inférieure à la résistance des grains de quartz et de calcite (Fabre 2005).

De plus, la pyrite est sensible à l'oxydation et à l'humidité (conditions en paroi de zone excavée par exemple) comme le rappellent Geraud et al. (1998) et Wright (2001). En condition humide, l'oxydation des pyrites entraîne une production d'acide sulfurique qui peut interagir avec les autres composants notamment avec les illites et les carbonates, soit en les dissolvant soit en formant de nouveaux minéraux. Les carbonates sont facilement dissous et conduisent à la formation de gypse. La présence d'illite couplée à l'altération de la pyrite peut transformer la pyrite en jarosite. Ces transformations sont accompagnées d'une augmentation de volume et les minéraux une fois formés, peuvent changer de volume en fonction de l'humidité. Les déformations volumiques induites peuvent provoquer une augmentation de contrainte localisée pouvant être à l'origine d'une microfissuration. De plus, ces transformations créent des vides et ainsi une augmentation de la porosité locale. Par conséquent, les agrégats de pyrites qui peuvent s'oxyder en quelques mois, deviennent des zones faibles d'un point de vue mécanique et des chemins privilégiés pour les radionucléides. Lors de ses études, Wright a démontré qu'en atmosphère ouverte, le matériau perd 10 % de sa résistance à la rupture à cause de l'oxydation des glomérules de pyrite. L'auteur indique comme les autres auteurs qu'ils sont des zones de faiblesse mais aussi, peuvent être des lieux privilégiés pour l'initiation des fissures.

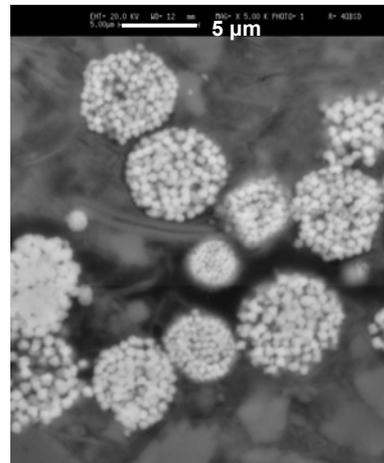
De nombreux auteurs soulignent vivement le rôle de la pyrite néanmoins comme le rappelle Chiarelli, la pyrite ne constitue en moyenne que 1 % de la composition globale. Malgré son rôle dans les processus de microfissuration, elle n'influe sûrement pas de manière conséquente sur le comportement global. Certes, elle semble jouer un rôle important sur la propagation des fissures et crée des passages préférentiels pour les radionucléides mais vu sa proportion et sa distribution aléatoire dans le massif, son influence à l'échelle du stockage n'est peut-être pas si significative. Il peut alors sembler étonnant que nous ayons évoqué « si longuement » les études sur la pyrite. Nous voulons à travers cet exemple rappeler et illustrer la difficulté des études sur le stockage, due à l'aspect multi-échelle (de l'échelle des micro fissures à l'échelle de la couche géologique).



(a)



(b)



(c)

Figure 2.21 : (a) Agrégats de glomérules fromboïdaux de pyrite traversés et cisillés par une fissure sans fracturation des glomérules. (b) et (c) détails de (a) à différents grossissements (Geraud et al. 1998).

Nous avons tenté d'exposer les principales observations issues des travaux sur les mécanismes mécaniques responsables de l'endommagement des argilites de l'Est au niveau de la microstructure. Il est difficile de dégager des généralités car les analyses sont faites dans des conditions différentes (essais en compression simple, triaxiaux, de fluage ou de compression de lames épaisses). Les conclusions doivent être nuancées vu le faible nombre de travaux sur le sujet et par le fait que les techniques utilisées sont perturbatrices. En effet, la préparation de lame mince avec entre autres, l'imprégnation de résine et le polissage ou la dessiccation due au vide poussé nécessaire pour les observations au MEB, perturbent sans doute la microstructure. Par exemple, Chiarelli (2000) montre des fissures suivant les plans de stratification, générées lors de la préparation de lame mince (figure 2.22). De plus, ce type d'études est effectuée après essai. Le retrait des sollicitations mécaniques impliquent probablement des changements aux niveaux de la microstructure qu'il faut prendre en compte dans l'analyse des résultats.

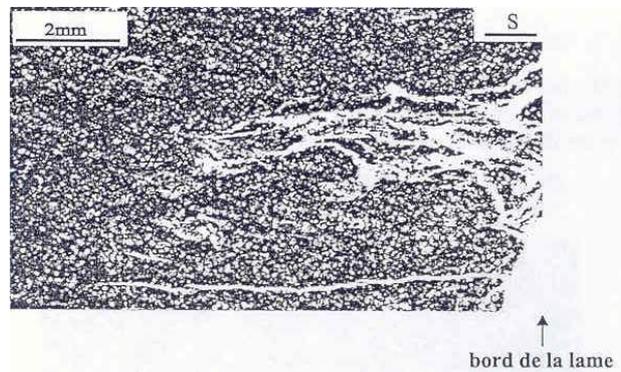


Figure 2.22 : Microfissures parallèles à la stratification générées lors de la préparation de la lame mince (Chiarelli 2000)

## 2. 3 CONCLUSIONS

L'argilite de l'Est est une roche argileuse étudiée dans le cadre du stockage souterrain des déchets radioactifs, qui est issue du laboratoire souterrain de l'ANDRA situé à Bure (Meuse/Haute Marne). Elle est caractérisée par une très faible perméabilité (entre  $10^{-20}$  et  $10^{-22}$  m<sup>2</sup>) et présente un fort couplage hydromécanique.

Elle est composée d'argile, de carbonate (principalement de calcite), de quartz et de quelques minéraux accessoires dont de la pyrite. La proportion de minéraux argileux varie de 40 à 45%. La porosité moyenne est de 15 % et le matériau est considéré comme saturé in situ. Des mesures de porosité mercure, de granulométrie, de densité ainsi que des analyses de composition minéralogique par diffraction RX, ont été menées sur les échantillons utilisés dans le cadre de ce travail de thèse.

Les études en laboratoire révèlent un comportement caractérisé par des déformations plastiques plutôt importantes. Le comportement est de type fragile avec un endommagement anisotrope et le passage fragile/ductile s'effectue entre 10 et 15 MPa de contrainte isotrope. Le matériau est très sensible à l'eau et possède des propriétés de gonflement plutôt de type intra-feuillet. Seulement quelques études existent sur l'évolution de la perméabilité en fonction de l'endommagement. Le faible nombre de résultats et les nombreux problèmes rencontrés par les auteurs illustrent les difficultés de ce type d'étude. Des efforts importants restent encore à fournir sur le sujet.

Les études à l'échelle de la microstructure sur les mécanismes mécaniques responsables de l'endommagement semble montrer que la rupture est due au développement et à la coalescence de microfissures orientées qui se concentrent dans une zone étroite. Les microfissures pourraient provenir de la différence de déformabilité entre la matrice argileuse et les grains, et les hétérogénéités interagissent fortement dans la propagation des microfissures.



**Chapitre 3 :**  
**LA TOMOGRAPHIE RX**  
**ET SON UTILISATION**  
**DANS L'ETUDE DE LA**  
**LOCALISATION**



La tomographie regroupe l'ensemble des méthodes non-destructives permettant d'étudier la composition et la structure interne d'un objet opaque. Son nom vient du grec *tomos* (section) et *graphein* (écrire). Elle permet de cartographier en trois dimensions un ou plusieurs paramètres physiques, grâce à des coupes calculées à partir de mesures d'ondes ou de rayonnements émis, transmis ou réfléchis par l'objet étudié. Plusieurs méthodes sont disponibles comme la tomographie ultra-sonore, magnétique, électrique, neutron, rayons X ou gamma. La méthode utilisée dans le cadre de ce travail de thèse et largement utilisée dans le domaine médical et industriel est la tomographie rayons X (RX) ou tomodensitométrie RX.

Le chapitre présente la technique de tomographie RX et son utilisation dans l'étude des géomatériaux. L'objectif est de donner au lecteur les quelques éléments nécessaires pour mieux appréhender l'utilisation de la technique dans l'étude des géomatériaux et comprendre les choix effectués afin d'adapter au mieux la technique aux objectifs de ce travail de thèse. Une attention particulière est portée sur les avantages du synchrotron pour la microtomographie et sur les études combinant essais mécaniques et mesures tomographiques.

### 3.1 LA TOMOGRAPHIE RX

#### 3.1.1 Définition et historique

La tomographie RX est une méthode non-destructive permettant de reconstituer la composition et la structure interne d'un objet en trois dimensions à partir de plusieurs images radiographiques X appelées coupes (figure 3.1) car elles représentent ce qui serait observé si on coupait l'objet suivant ce plan. Ces coupes sont reconstruites par calcul à partir de la mesure de l'atténuation des rayons X traversant l'objet étudié. La mesure d'atténuation des rayons X est principalement proportionnelle à la densité de l'électron local. Si la composition chimique de l'objet est uniforme, la mesure est proportionnelle à la densité massique locale de l'objet (Bossi et al. 1990). Ainsi, la tomographie RX est une mesure non-destructive de champs de densité massique en trois dimensions, d'où le deuxième nom donné à la méthode de tomodensitométrie RX. Notons que les données sont des images numériques et permettent d'accéder aux nombreuses techniques d'analyse d'image.

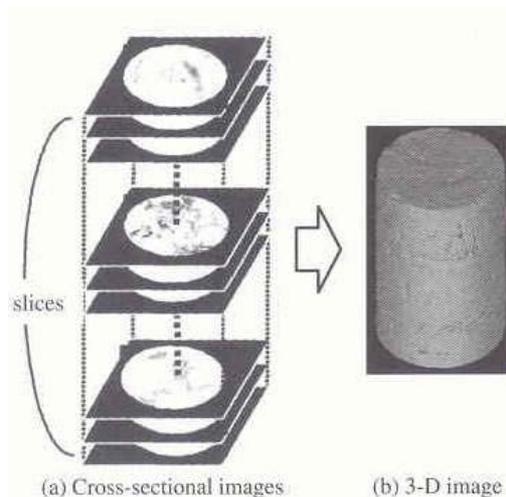


Figure 3.1 : Schéma de principe de la tomographie RX (Otani et al. 2000)

La tomographie RX est une technique de mesure en 3 dimensions. Lors de leur visualisation, les coupes radiographiques sont des images classiques en 2 dimensions composées d'une matrice de pixels (le pixel dont le nom est une contraction de l'expression anglaise PICTURE ELEMENT, est le point élémentaire d'une image numérique). En fait, une coupe représente une épaisseur finie de l'objet et est composée de voxels (figure 2.2). Un voxel est l'équivalent d'un pixel en trois dimensions et représente le volume défini par un pixel (dans l'image 2D) sur l'épaisseur de la coupe. Ainsi, un pixel dans les images des coupes correspond à une « projection » du voxel correspondant. La taille du voxel représente la résolution spatiale de mesure. Dans la suite du manuscrit et dans un souci de clarté, nous utiliserons quand même les termes de 2D et de pixel lors de la visualisation des coupes et une meilleure (ou plus haute résolution) signifiera que la taille du voxel est plus petite.

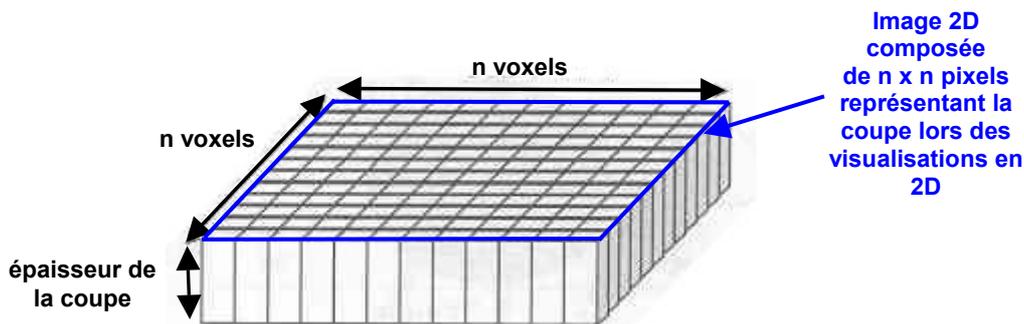


Figure 3.2 : Représentation schématique d'une coupe (composée de  $n \times n$  voxels)

Les premières images sont apparues en astronomie avec Bracewell en 1956. Puis, le premier scanner assisté par ordinateur (X-ray CT) fut conçu et réalisé par Hounsfield en 1972 dans le cadre de l'imagerie médicale, ce qui lui permit d'obtenir le Prix Nobel en 1979 en association avec Cormack. Développé dans les années 70 pour le milieu médical, le domaine d'application s'est élargi ensuite au monde industriel dans les années 80 où la technique a largement évolué au rythme des avancées technologiques, notamment de l'informatique. La plus grande variété et les plus hautes densités des matériaux étudiés dans le monde industriel ont permis de développer la méthode sur différentes tailles d'échantillons et différentes résolutions. L'élargissement et l'amélioration des performances ont été très bénéfiques pour l'étude des géomatériaux. Au début malgré les limites en résolution, quelques études étaient effectuées avec des scanners médicaux car elles permettaient dans certaines études, d'obtenir des informations suffisamment précises (Saraf (1981), Wellington et Vinegar (1987)). Néanmoins, les résolutions disponibles limitaient les applications possibles et il a fallu attendre le développement de la technique (le synchrotron a notamment été une avancée majeure). De ce fait, l'utilisation de la tomographie RX dans l'étude des géomatériaux est assez récente (années 80).

### 3.1.2 Principes de la méthode

Les rayons X sont une forme de rayonnement électromagnétique à haute fréquence dont l'énergie de photons va de quelques électron-volts (eV) à plusieurs MeV. La tomographie RX utilise le fait que les rayons X sont atténués lorsqu'ils traversent un objet : une partie est dispersée, une autre absorbée et le reste transmis. Il existe cinq phénomènes physiques d'interaction entre les rayons X et la matière : la diffraction de Compton, l'absorption photoélectrique, la diffraction de Rayleigh, la production de paire et la photo-désintégration. En pratique avec les géomatériaux et les énergies utilisées avec les différents appareils, seules la diffraction de Compton et l'absorption photoélectrique interviennent. La diffraction de Rayleigh intervient aux très basses énergies mais est négligeable comparée aux deux autres phénomènes (Van Geet 2001). Lors de l'absorption photoélectrique, l'énergie totale du photon X est transférée à un électron intérieur qui se retrouve éjecté. Un électron d'une couche supérieure vient remplacer l'électron éjecté ce qui libère de l'énergie sous la forme d'un photon X. Lors de la diffraction de Compton, le photon X éjecte un électron extérieur et perd ainsi une partie de son énergie totale. L'énergie restante est renvoyée dans une direction dite de déviation (figure 3.3).

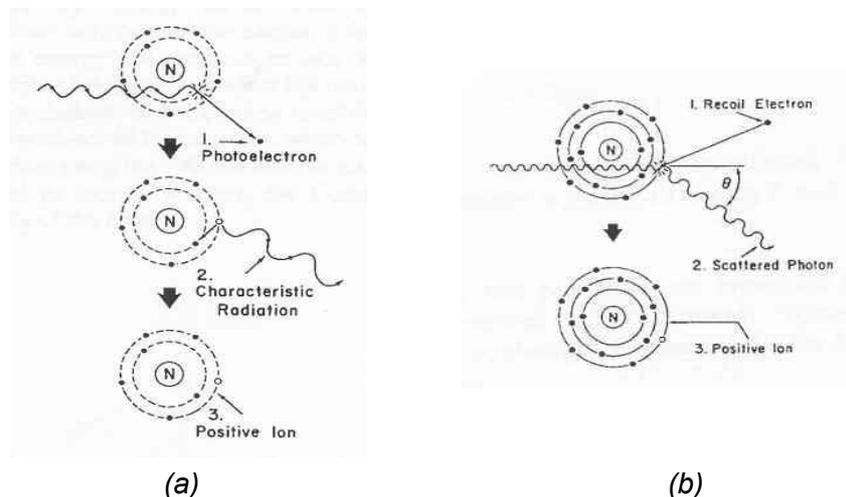


Figure 3.3 : Schémas de principe de l'absorption électrique (a) et de la diffraction de Compton (b). N représente le noyau de l'atome. (Curry et al. 1990)

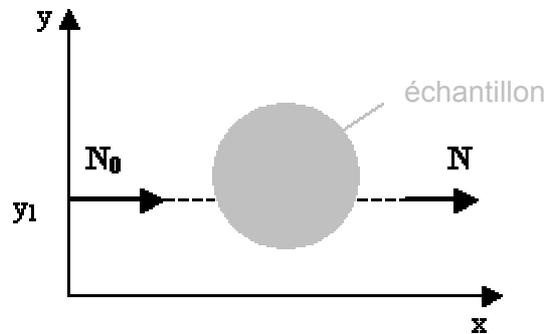
La technique de tomographie RX la plus simple et la plus utilisée est la tomographie de transmission *i.e.* mesurer l'atténuation des rayons X en mesurant les rayons transmis à travers l'objet étudié. Notons que les photons diffractés sont dispersés dans des directions aléatoires et ne constituent donc pas des informations utiles. Ils peuvent néanmoins générer du bruit dans la mesure ce qui a un effet négatif dans la reconstruction des images (Van Geet 2001). La mesure d'atténuation consiste à mesurer la baisse d'intensité des rayons dû au passage à travers l'objet, ce qui permet ensuite d'en déduire la distribution du coefficient d'atténuation linéique  $\mu(x,y)$  grâce à des algorithmes de reconstruction basés sur la loi d'atténuation de Beer-Lambert. Le paramètre final visualisé dans la tomographie *i.e.* la valeur du voxel, est proportionnel au coefficient d'atténuation linéique qui est étroitement lié à la densité massique. Ainsi, chaque voxel dans l'image reconstruite représente une valeur très proche de la moyenne des densités massiques des différents composants présents physiquement dans le voxel. La taille du voxel (résolution spatiale) dépend de la taille du faisceau de rayons X, de celle de l'objet et de la résolution des appareils de mesure.

- Loi d'atténuation de Beer-Lambert

La mesure d'atténuation des rayons consiste à mesurer une variation d'intensité i.e. le nombre de photons émis par la source et transmis à travers l'échantillon. Plaçons nous dans le cas d'un matériau homogène étudié avec un faisceau de rayons parallèles monochromatiques (i.e. ensemble de rayons ayant une même longueur d'onde), la loi d'atténuation de Beer-Lambert le long d'un rayon s'écrit :

$$N = N_0 \exp\left[-\int_r \mu(x, y_1) dx\right] \quad (3.1)$$

avec  $N_0$  : nombre de photons émis et  $N$  : nombre de photons transmis  
 $\mu(x, y)$  : coefficient d'atténuation linéique au point de coordonnées  $(x, y)$   
 $r$  : ligne d'équation  $y = y_1$  représentant un rayon du faisceau



En mesurant  $N_1$  et  $N_0$ , l'intégrale de  $\mu(x, y_1)$  le long de la ligne  $r$  peut être calculée :

$$\ln \frac{N}{N_0} = -\int_r \mu(x, y_1) dx \quad (3.2)$$

Dans le cas d'un matériau hétérogène au sens qu'il est composé de plusieurs matériaux « absorbants » pour les rayons X, l'équation (3.2) devient :

$$\ln \frac{N}{N_0} = -\int_r \sum_i \mu_i(x, y_1) dx \quad (3.2')$$

avec  $i$  correspondant aux différents composants du matériau étudié.

Le coefficient d'atténuation linéique dépend de l'énergie du rayon et de la nature du matériau. Il faut donc adapter l'équation (3.2') pour un matériau hétérogène et un rayon polychromatique (i.e. rayon ayant plusieurs longueurs d'onde) :

$$N = \int N_0(E) \exp\left(-\int_r \sum_i \mu_i(E, x, y_1) dx\right) d(E) \quad (3.3)$$

- Coefficient d'atténuation linéique

Le coefficient d'atténuation linéique dépend de l'énergie du photon, de la densité massique et du nombre atomique  $Z$  du matériau étudié. Les deux phénomènes intervenant pour les énergies utilisées sont la diffraction de Compton et l'absorption photoélectrique. Plusieurs formules approchées ont été proposées pour le coefficient d'atténuation dans la littérature et, pour les énergies utilisées, la plus courante est :

$$\mu(E) = \underbrace{a(E)\rho \frac{Z^m}{E^n A}}_{\text{absorption photoélectrique}} + \underbrace{b(E)\rho \frac{Z}{A}}_{\text{diffraction de Compton}} \quad (3.4)$$

avec  $E$  énergie du rayon,  $\rho$  densité du matériau «absorbant»,  $Z$  son nombre atomique et  $A$  son poids atomique. Les constantes  $m$  et  $n$  sont des constantes dépendant respectivement de  $Z$  et  $E$ . La partie avec la constante  $a(E)$  représente l'atténuation par absorption électrique et celle avec  $b(E)$  par diffraction de Compton.

Comme  $Z/A$  est quasiment constant et ainsi que  $m$  et  $n$  qui peuvent être déterminés pour la plupart des matériaux et les énergies utilisées, la formule (4) peut être simplifiée de la manière suivante (Van Geet 2001) :

$$\mu(E) = \rho \left[ a(E) \frac{Z^{3.8}}{E^{3.2} A} + b(E) \right] \quad (3.5)$$

Lorsque le matériau étudié est composé d'un mélange d'atomes, il faut utiliser pour  $Z$  un nombre atomique effectif  $Z_e$  défini comme (Van Geet et al. 2000) :

$$Z_e = \left( \sum f_i Z_i^{3.8} \right)^{1/3.8} \quad (3.6)$$

avec  $f_i$  la fraction en nombre d'électrons de l'élément  $i$  sur le nombre total et  $Z_i$  le nombre atomique de l'élément  $i$ .

L'équation (3.5) montre que le coefficient d'atténuation linéique dépend de plusieurs paramètres (énergie, densité massique et nombre atomique du matériau étudié) et est la superposition de deux phénomènes physiques d'interaction de la matière avec les rayons X (la diffraction de Compton et l'absorption photoélectrique). Avec les géomatériaux et en dessous d'une énergie de 100 keV, le phénomène prédominant est l'absorption photoélectrique (Ketcham et Carlson 2001). Le coefficient d'atténuation linéique est alors pour une énergie donnée, dépendant de la densité massique et du nombre atomique à la puissance 3.8 ( $Z^{3.8}$ ) ce qui implique deux choses en pratique : la comparaison en densité de deux zones différentes dans l'objet, n'est possible que si le nombre atomique  $Z$  est constant

et, un changement de densité entre deux zones peut être annulé par un changement du nombre atomique dans la direction opposée (Baruchel et al. 2000) . Afin de mieux interpréter les données, en d'autres termes être capable de différencier le nombre atomique et la densité, il est nécessaire de mesurer l'objet à deux énergies différentes (technique de l'énergie-double). Avec une calibration préalable en utilisant des matériaux dont la densité et le nombre atomique sont connus, la comparaison des données tomographiques permet de déduire la densité et le nombre atomique du matériau étudié. L'inconvénient de la méthode est qu'elle sensible au bruit (Van Geet et al. 2000).

Au delà de 100 keV jusqu'à 5-10 MeV, le phénomène prédominant est la diffraction de Compton. Le coefficient d'atténuation linéique est alors considéré comme uniquement dépendant de la densité massique. En pratique, utiliser de telles énergies semble plus simple pour l'analyse des données. Néanmoins, les valeurs du coefficient d'atténuation sont faibles à cause des hautes énergies (voir équation (3.5)). Le contraste entre les différents composants de l'échantillon est alors faible. Ainsi, des énergies de faibles valeurs où l'absorption photoélectrique est prédominante, sont le plus généralement choisies car elles sont plus sensibles aux différences de composition.

Il est possible d'obtenir le coefficient d'atténuation d'un matériau en fonction de l'énergie grâce à la base de donnée XCOM gérée par le NIST. Elle est accessible sur internet à l'adresse <http://physics.nist.gov/PhysRefData/Xcom/Text/XCOM.html> et donne le coefficient d'atténuation massique ( $\mu/\rho$ ) de n'importe quel composant en fonction de l'énergie. Elle est très utile pour prédire les atténuations des composants des matériaux et montrer les possibilités de différenciation entre les éléments dans les données tomographiques. Ketcham et Carlson (2001) prend l'exemple de quatre minéraux présents dans les roches (le quartz, la calcite, l'orthoclase et l'almandine) en montrant leur coefficient d'atténuation linéique entre 0 et 400 keV (figure 3.4). Le quartz et l'orthoclase qui ont des densités massique proches (respectivement 2.65 et 2.59 g/cm<sup>3</sup>), ont des coefficients d'atténuation linéique différents aux basses énergies. Celui de l'orthoclase est légèrement supérieur à cause du potassium qui possède un nombre atomique élevé. A l'inverse, à plus haute énergie, les coefficients sont similaires. Cette exemple montre que dans les données tomographiques, deux minéraux ayant des densités massiques similaires peuvent être différenciés mais uniquement à certaines énergies. La calcite, bien qu'ayant une densité légèrement supérieure (2.71 g/cm<sup>3</sup>), présente une atténuation en comparaison, plus importante à cause de la présence de calcium. Enfin, l'almandine est l'exemple d'un minéral présentant une densité massique et un nombre atomique assez importants pour permettre dans ce cas, de le distinguer des autres minéraux à n'importe quelle énergie.

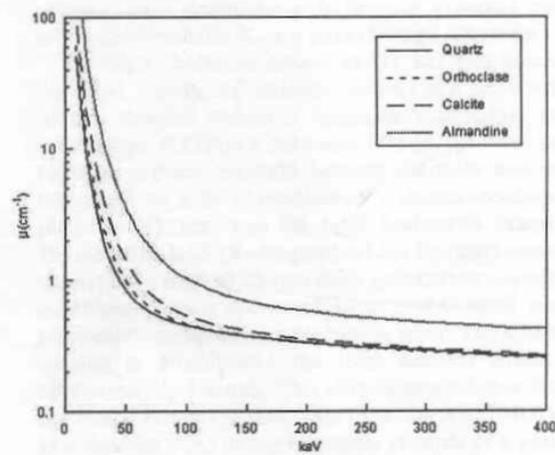


Figure 3.4 : Coefficient d'atténuation linéique en fonction de l'énergie des rayons X pour différents minéraux dans les roches (en ordre croissant sur le graphique, quartz, orthoclase, calcite et almandine). (Ketcham et Carlson 2001).

La mesure tomographique revient à mesurer le coefficient d'atténuation linéique qui dépend principalement de la densité massique mais aussi de l'énergie et du nombre atomique. Dans un souci de concision, nous considérerons dans la suite du manuscrit la tomographie RX comme une mesure uniquement de densité massique.

- Reconstruction des images

La mesure de l'atténuation des rayons X à travers un objet est une mesure globale, en d'autres termes une projection de l'atténuation par les points de l'objet le long de chaque rayon de mesure. Le but de la tomographie RX étant de mesurer localement la densité d'un objet, des algorithmes de reconstruction vont permettre de passer d'une mesure globale à une mesure locale de densité. Pour cela, il est nécessaire de mesurer un ensemble de projections sous différents angles également espacés et couvrant 360° (ou 180°).

La figure 3.5 proposée par Van Geet (2001) illustre le principe de la méthode avec à gauche la phase de mesure et à droite la phase de reconstruction. Imaginons un échantillon cylindrique de composition homogène possédant deux inclusions ayant des densités plus importantes que celle de l'échantillon et de valeurs différentes entre elles. L'inclusion placée en haut dans l'échantillon possède la densité la plus importante. La mesure des rayons X à travers l'échantillon est effectuée avec deux mesures espacées d'un angle de 90° (partie gauche de la figure). Les deux mesures du profil d'intensité des rayons X montrent une absorption plus importante des rayons au niveau des inclusions et différentes entre elles. Ensuite lors de la reconstruction (partie droite de la figure), les profils d'intensité permettent de déterminer pour chaque angle de mesure, l'emplacement d'une zone plus dense sur le chemin de mesure. En croisant les mesures à différents angles, cela permet de localiser les inclusions au sein de l'échantillon et de mesurer leur différente densité.

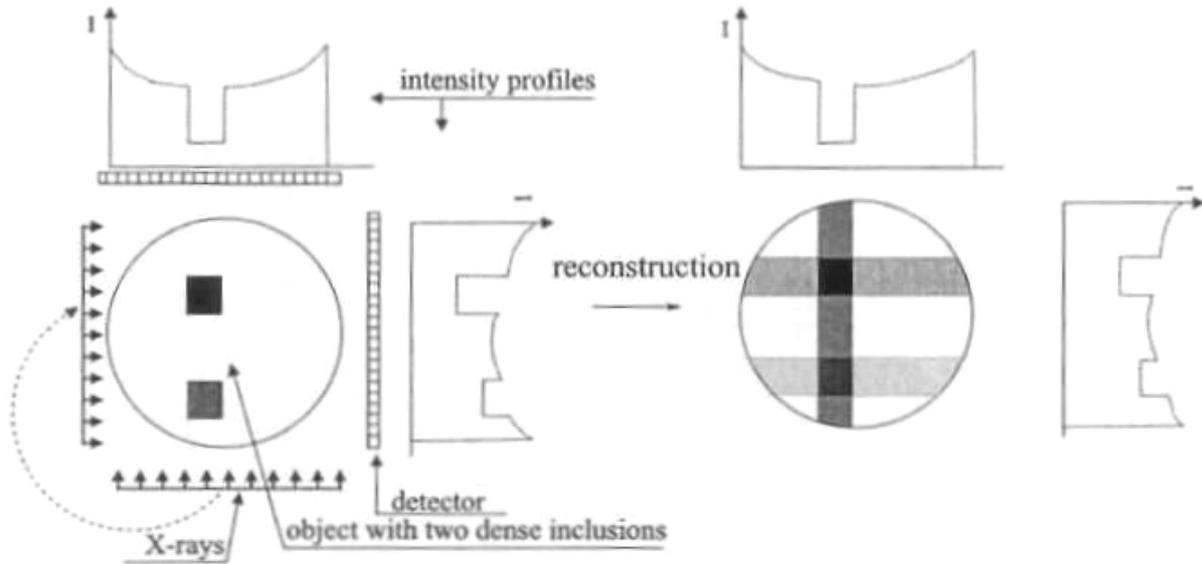


Figure 3.5 : Schéma de principe de la méthode de reconstruction par transformation inverse (Van Geet 2001).

L'outil mathématique utilisé afin de décrire l'ensemble des mesures est la transformée de Radon qui ensuite par transformation inverse permet de déduire la distribution du coefficient d'atténuation linéique. Ce principe de reconstruction a été énoncé pour la première fois par Radon en 1917.

Plaçons nous dans le cas illustré par la figure 3.6. L'échantillon est fixe, l'ensemble source/détecteur tourne autour de l'échantillon et les rayons sont parallèles. Le système de référence  $(x,y)$  correspondant à l'objet est fixe. Un nouveau système en coordonnées polaires  $(r, \theta)$  correspondant à une rotation d'un angle  $\theta$  du système de référence peut être défini.

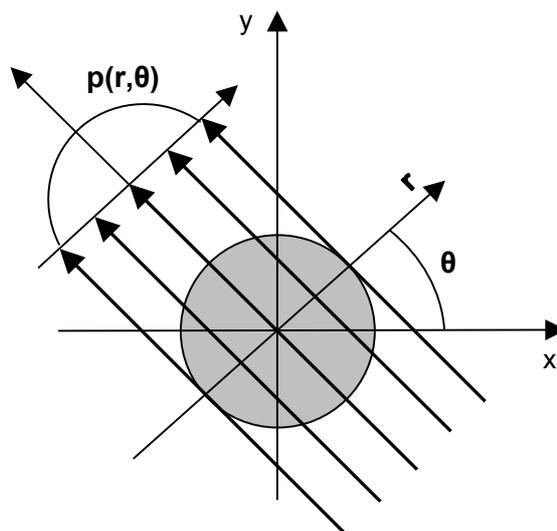


Figure 3.6 : Mesure d'un échantillon cylindrique avec un faisceau de rayons parallèles.

Le nombre de photons mesurés par le détecteur en fonction du nombre de photons émis par la source suivant un rayon, s'écrit selon la loi de Beer-Lambert ( $M$  représente un point de l'objet qui a pour coordonnées  $(x,y)$  dans le système de référence) :

$$N = N_0 \exp\left[-\int_M \mu(M) dM\right] \quad \text{avec } M \in \text{rayon} \quad (3.7)$$

A partir de ce profil d'intensité, le profil d'atténuation suivant le rayon de coordonnées  $(r, \theta)$  peut s'écrire :

$$p(r, \theta) = \ln \frac{N_0}{N} = \int_M \mu(M) dM \quad \text{avec } M \in \text{rayon}(r, \theta) \quad (3.8)$$

Une projection correspond à l'ensemble des mesures suivant chaque rayon et pour un angle  $\theta$  donné. En mesurant des projections pour des angles allant de  $0$  à  $360^\circ$  (ou  $180^\circ$ ), une représentation 2D peut être obtenue et est appelée sinogramme car un point de l'échantillon décrit une sinusoïde dans cette représentation. L'ensemble des projections est la transformée de Radon du coefficient d'atténuation linéique. Notons que dans le cas d'un faisceau de rayons parallèles une rotation de  $180^\circ$  est suffisante vu que les informations obtenues pour des angles de  $180$  à  $360^\circ$  sont redondantes. La distribution du coefficient d'atténuation linéique  $\mu(x,y)$  est ensuite calculée par transformation inverse. Enfin, la valeur finale du voxel dans l'image est calculée grâce à une échelle préalablement calibrée.

Pour optimisée la qualité des images reconstruites, la technique nécessite bien sûr un nombre important d'angles de mesure. Néanmoins, la mesure est discrète (nombre fini d'angle de mesure) et nécessite des interpolations pour améliorer la qualité des images. La méthode la plus connue est la filtered back projection (FBP) où les projections sont filtrées avant transformation inverse. Enfin, des adaptations sont nécessaires car les méthodes de reconstruction étant basées sur la loi de Beer-Lambert, les conditions idéales d'application des méthodes sont des mesures avec un faisceau de rayons parallèles et à énergie constante ce qui n'est pas le cas dans la réalité.

Le paragraphe expose sans rentrer en détail dans les mathématiques utilisées, le principe de la méthode, le but étant de donner au lecteur les éléments principaux pour comprendre la mesure et les conditions d'utilisation des méthodes de reconstruction. Plusieurs méthodes basées sur le principe de reconstruction énoncé par Radon sont possibles et nous conseillons au lecteur désirant s'informer plus en détails sur le sujet, les ouvrages « *X-ray tomography in material science* », Baruchel et al. (2000) et « *La tomographie* », Grangeat et al. (2002).

### 3.1.3 Générations et type d'appareils

Il existe différents types de sources de rayons X et de détecteurs et deux possibilités pour générer la mesure à différents angles : en faisant tourner l'échantillon ou la paire source/détecteur.

- Générations

Il existe quatre générations d'appareils (ou scanner) (figure 3.7). La première génération utilise un faisceau en pinceau (*pencil beam*) et un seul détecteur, qui sont dans le plan de coupe. La mesure est effectuée en translatant l'ensemble source/détecteur sur toute la largeur de l'échantillon puis en recommençant l'opération après rotation de l'échantillon (ou de l'ensemble source/détecteur). La deuxième génération utilise le même principe de mesure mais en utilisant une source en éventail (*fan beam*) avec un faible angle d'ouverture et une ligne de détecteurs. L'avantage est d'obtenir beaucoup plus d'informations en moins de temps par rapport à un scanner première génération. Il permet d'obtenir des données plus précises qu'avec les autres générations utilisant une source en éventail mais le temps d'acquisition est beaucoup plus long (Otani 2004).

Les scanners troisième et quatrième génération utilisent une source et des détecteurs plus larges permettant la plupart du temps de couvrir l'échantillon en entier. La source est en éventail ou en cône et les détecteurs sont respectivement en ligne ou en plan. Les configurations de ce type permettent de réduire considérablement le temps d'acquisition notamment la configuration cône/plan qui permet de scanner plusieurs coupes en même temps. La différence entre les deux générations réside dans le fait que seul l'échantillon tourne dans la troisième génération à l'inverse de la quatrième où c'est l'ensemble source/détecteur qui tourne (si l'ensemble des détecteurs est circulaire comme dans la figure 3.7, seul le détecteur tourne). Les configurations où la rotation est effectuée par l'échantillon et non par l'ensemble source/détecteur, permettent d'améliorer la qualité des images car des filtres peuvent être facilement placés devant la source (ou les détecteurs) ce qui est particulièrement utile dans la réduction des artefacts. De plus, la mesure est effectuée avec moins de vibrations ce qui est une condition nécessaire pour obtenir des images de qualité en microtomographie, les vibrations engendrées lors de la rotation de l'échantillon devant être inférieures à la résolution de mesure.

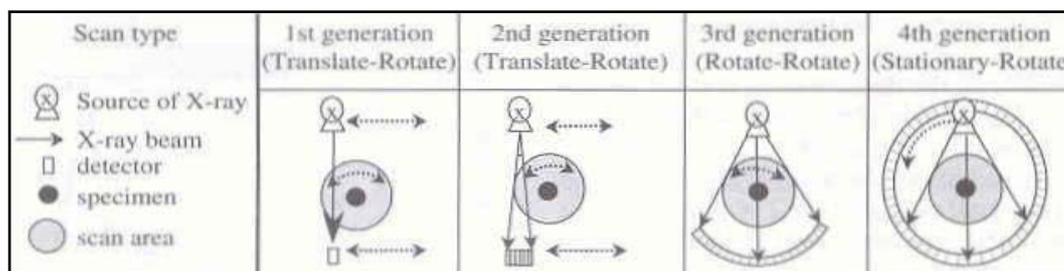


Figure 3.7 : Générations d'appareil de mesure pour la tomographie RX (Otani 2004)

- Types de scanner

Il existe trois types d'appareils pour la tomographie RX : le scanner médical, industriel et le synchrotron. Les rayons X sont générés par accélération d'électrons i.e. par freinage dans un tube à rayons X (scanner médicaux et industriels) ou par changement de trajectoire dans un accélérateur de particules (synchrotron). Dans les tubes à rayons X, les électrons sont accélérés et bombardés sur une cible métallique. Ils sont freinés et déviés par le champ électrique des noyaux de la cible ce qui crée un flux de photons (rayonnement continu de freinage ou de Bremsstrahlung). Dans un synchrotron, les électrons sont accélérés à une vitesse proche de la lumière (électrons relativistes) puis déviés par un champ magnétique (force de Lorentz) ce qui crée l'émission d'un faisceau de photons tangentiellement à la courbe suivie par les électrons. Le fonctionnement d'un synchrotron est plus amplement décrit dans les annexes du chapitre. Les tubes à rayons X délivrent des rayons d'énergie et d'intensité moins importantes et avec un spectre d'énergie moins large qu'un synchrotron. De plus, les faisceaux sont divergents contrairement à ceux délivrés par un synchrotron qui peuvent être considérés comme convergents.

En terme de résolution spatiale, le scanner médical présente des résolutions de l'ordre de plusieurs centaines de microns, le scanner industriel de quelques dizaines de microns et le synchrotron de l'ordre du micron. En terme de rapidité de mesure, l'appareil le plus lent est le scanner industriel (jusqu'à plusieurs heures) et les plus rapides (quelques minutes) sont le scanner médical (pour ne pas exposer le patient à de trop grande dose de radiation) et le synchrotron.

La configuration la plus commune dorénavant est la troisième génération avec l'utilisation d'une source en cône (ou de rayons peu divergents) avec des détecteurs en 2D qui permettent une acquisition plus rapide. Néanmoins, elle nécessite des calculs beaucoup plus importants et est propice au distorsion. L'idéal pour cette configuration est l'utilisation d'un synchrotron qui réduit les distorsions grâce à la faible divergence du faisceau. De plus, à résolution égale, les temps de mesure sont beaucoup plus faibles qu'avec un scanner industriel.

### **3.1.4 Caractéristiques et optimisation**

La tomographie RX ne l'oublions pas, est une technique d'imagerie. Les résultats des études vont dépendre de la résolution spatiale (taille du voxel) et de la qualité des images.

La résolution spatiale est liée à la résolution du détecteur et au grossissement. Les détecteurs sont composés d'un ensemble de cellules photoélectriques qui enregistrent les rayons transmis à travers l'échantillon. La taille de la cellule correspond à la résolution du détecteur. Les matériaux étudiés avec les scanners industriels et le synchrotron, supportent d'être exposés à des rayons de hautes énergies et durant de longs temps d'exposition. Ainsi, il est possible d'utiliser des détecteurs ayant de bonnes résolutions (i.e. ayant des cellules photoélectriques de petite taille). Le déclin du rapport signal/bruit est alors compensé en utilisant des rayons de hautes intensités (synchrotron) ou des temps d'exposition plus longs (scanner industriel). Le grossissement est le rapport entre la taille de l'image de l'échantillon enregistrée par le détecteur et la taille réelle de l'échantillon. Plus il est important, meilleure est la résolution spatiale mais il est limité par les dimensions du détecteur.

La qualité des images dépend de plusieurs choses. La première est la quantité d'informations collectées par le détecteur i.e. le nombre de photons enregistrés par cellule (rapport signal/bruit). Ensuite, les différences de configuration entre les conditions de

mesures et de la théorie à la base des méthodes de reconstruction, nécessitent des adaptations. Les méthodes de reconstruction sont basées sur l'hypothèse de rayons monochromatiques parallèles. Lors d'une projection, un point de l'échantillon est en théorie traversé par un seul rayon. Ainsi, plus le nombre de rayons traversant un point est important, moins la qualité est bonne. De plus, les rayons utilisés sont rarement monochromatiques. Enfin, Une attention particulière doit être portée à la minimisation des artéfacts qui sont inhérents à la technique.

La résolution spatiale et la qualité des images dépendent d'un ensemble de paramètres plus ou moins liés entre eux : la source de rayons X (taille, type et nature des rayons), l'échantillon (forme et taille), le détecteur (dimensions et résolution), le temps d'acquisition et la reconstruction des images (adaptation des méthodes et minimisation des artéfacts). Ils vont intervenir de manières différentes ou non suivant la configuration matérielle du système. Les figures 3.8 illustrent le rôle de chaque paramètre dans les deux configurations matérielles les plus courantes à savoir, configuration de troisième génération dans un scanner classique (figure 3.8.a) et dans un synchrotron (figure 3.8.b). La mesure permet de mesurer plusieurs coupes en même temps et la figure se situe dans un plan de coupe. La figure 3.8.a montre l'utilisation d'une source en cône délivrant des rayons divergents (scanners classiques) et la figure 3.8.b une source délivrant un faisceau de rayons parallèles (synchrotron) sans et avec grossissement.

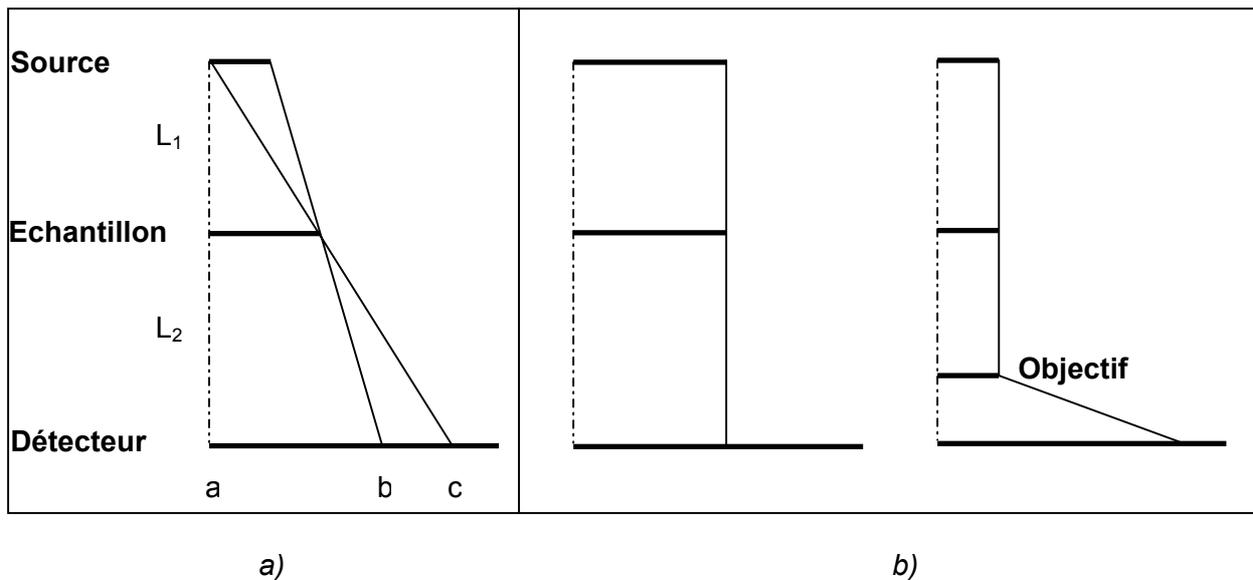


Figure 3.8 : Influence des paramètres suivant la configuration matérielle. a) configuration avec source divergente et b) configuration avec source convergente sans grossissement (à gauche) et avec grâce à un objectif (à droite)

- La source de rayons X (type, taille, nature des rayons)

Le type de la source intervient à la fois sur la qualité et la résolution. Dans le cas a), les rayons sont divergents et représentent la condition la plus défavorable pour la reconstruction des images. A l'inverse, le cas b) présente les conditions idéales.

Dans le cas b), les rayons étant parallèles, la résolution est directement déterminée par la résolution du détecteur. Le détecteur est composé la plupart du temps d'un scintillateur qui transforme les rayons X en lumière visible et d'une caméra CCD qui assure la numérisation. Il est alors possible d'ajouter un objectif pouvant effectuer un grossissement. Dans le cas a),

le grossissement dépend du rapport des distances  $L_1$  et  $L_2$ . Plus l'échantillon est proche de la source, plus le grossissement est important.

Dans le cas a), la taille de la source est le paramètre sur lequel on peut jouer le plus en pratique. Les rayons qui sont atténués par l'objet sont enregistrés sur le détecteur entre les points a et b et ceux qui ne le sont pas, à droite de c. La zone entre b et c appelée zone de pénombre, correspond à un mélange des deux et constitue une zone de transition entre la mesure avec et sans atténuation. Cela crée à l'extrémité de l'objet une zone de flou dans les images qui est pénalisante d'un point de vue qualité d'image. Une réduction de la taille de la source permet de réduire celle de la zone pénombre. De plus, cela permet de rapprocher l'échantillon de la source et ainsi d'augmenter la résolution (augmentation du grossissement) sans avoir une zone de pénombre importante.

Dans les deux cas, la taille de la source intervient sur le temps de mesure. Si elle n'est pas assez importante pour couvrir l'échantillon, cela nécessitera de scanner l'échantillon en plusieurs fois et ainsi augmenter le temps de mesure.

L'énergie caractérise la capacité des rayons à traverser un objet. Plus l'énergie est importante, plus le rayon est capable de traverser un objet. La qualité d'image étant directement liée au nombre de photons mesurés, il faut choisir une énergie qui sera assez grande pour traverser l'objet étudié et transmettre un nombre suffisant de photons. L'énergie va déterminer aussi les phénomènes physiques d'interaction avec la matière. Un bon contraste entre les différents composants de la matière se situe dans les basses énergies lorsque le phénomène d'absorption photoélectrique est prédominant (voir paragraphe 3.1.2). Le choix de l'énergie consiste donc généralement, en un compromis entre une énergie assez importante pour traverser l'échantillon et dans le même temps assez basse pour garder un contraste intéressant.

L'intensité correspond au flux de photons. Plus le flux est important, plus le détecteur mesurera de photons en un temps donné. L'intensité va donc déterminer le temps d'acquisition.

- L'échantillon (taille et forme)

La taille de l'échantillon influence le temps de mesure et la résolution spatiale. D'une part, la taille de l'échantillon doit permettre que la source le couvre entièrement afin d'être scanné en une seule fois et ainsi réduire le temps de mesure. D'autre part, une taille réduite dans le cas où la source produit un faisceau de rayons divergents (figure 3.8.a), permet de réduire la taille de la source et ainsi améliorer la résolution et la qualité des images. Dans le cas où les rayons sont convergents (figure 3.8.b), cela permet d'avoir des grossissements plus importants (dans la limite des dimensions du détecteurs).

La forme a un rôle majeur dans la qualité des images. Le principe de la méthode fait qu'elle mesure un cylindre. Par conséquent, la forme idéale pour l'échantillon est un cylindre. De plus, l'existence d'arêtes crée des phénomènes de diffraction des rayons qui génèrent des artefacts dans les images.

- Le détecteur

Le détecteur est l'élément principal dans la mesure ainsi sa résolution, son temps d'acquisition et ses dimensions sont les paramètres principaux qui vont définir respectivement les capacités en résolution de mesure, temps d'acquisition et grossissement du système.

- Le temps d'acquisition

Le temps d'acquisition correspond au temps nécessaire au détecteur pour acquérir assez d'informations i.e. mesurer un nombre suffisant de photons. Il est généralement donné en secondes (temps nécessaire à chaque angle de mesure). Le temps d'acquisition est principalement lié à l'intensité du faisceau. En effet, à même rapport signal/bruit, le nombre total nécessaire de photons pour imager une coupe est inversement proportionnel au cube de la résolution (taille du voxel). Afin d'améliorer la résolution par un facteur  $k$ , il est nécessaire de multiplier le nombre de photons mesurés par  $k^3$ . Si le faisceau ne présente pas une grande intensité, il est nécessaire d'augmenter le temps d'exposition ce qui est souvent une limite pour obtenir des résolutions inférieures à 10  $\mu\text{m}$  avec des scanners utilisant des tubes à rayons X (Grangeat et al. 2002). La taille de l'échantillon va aussi influencer le temps d'acquisition car les sources rayons X ont des tailles limitées et si la taille de l'échantillon est plus grande que celle de la source, il faudra plusieurs passages pour couvrir la totalité de l'échantillon. Enfin, le temps d'acquisition est réduit lorsqu'un faisceau en cône (ou faisceau synchrotron) est utilisé avec un détecteur 2D car cela permet de scanner plusieurs coupes en même temps.

- Artéfacts

La reconstruction des images est une phase cruciale qui conditionnera la qualité des images. La méthode étant basée sur des conditions de mesure difficilement réalisables, un soin tout particulier doit être apporté à l'adaptation des méthodes pour corriger les erreurs engendrées par les différences entre les conditions réelles de mesure et les conditions théoriques de la reconstruction. De plus, La tomographie RX génère des artéfacts dans les images produites. Ils se manifestent par la création de figure supplémentaire sous forme de cercle ou de droite, ou de changement de valeur de pixel (effet de tasse). Leur réduction (ou leur suppression dans le meilleur des cas) constitue une étape très importante. En effet, les artéfacts peuvent masquer des zones d'intérêt ce qui est gênant dans l'analyse qualitative, ou faire qu'un matériau de même densité se retrouve représenté dans l'image finale avec différentes valeurs dans différents endroits de l'objet ce qui provoquent des erreurs dans les analyses quantitatives.

L'artéfact le plus courant est le durcissement du faisceau ou *beam hardening*. Ils interviennent lorsque le faisceau est polychromatique. Il correspond à une variation du spectre en énergie du faisceau en traversant l'échantillon. Les photons de basses énergies sont absorbés en pénétrant dans l'objet ce qui provoque une augmentation de l'énergie moyenne du faisceau (durcissement) au cours de son parcours à travers l'échantillon. L'algorithme de reconstruction est basé sur la loi de Beer-Lambert qui considère le faisceau monochromatique, ce qui crée des artéfacts lors de la reconstruction des images. Il se manifeste de deux façons. La plus courante est que les bords de l'échantillon apparaissent beaucoup plus denses qu'à l'intérieur (effet de tasse) (figure 3.9). Cela correspond à une mesure fautive du coefficient linéique d'atténuation. Une première solution lors de l'analyse des images, est de retirer la partie externe de l'échantillon afin d'analyser seulement le centre qui est moins touché par le phénomène. Seulement, ce type d'artéfact est continu et les erreurs sont toujours présentes. De plus, si l'échantillon n'est pas homogène (ce qui est le cas dans les géomatériaux), l'artéfact est différent entre chaque coupe. Il est alors impossible de le calibrer pour le soustraire. La deuxième manifestation est l'apparition de droite (ou strie) qui correspondent à une valeur anormale le long d'un rayon, due à un point de forte atténuation (figure 3.9).

La solution la plus simple pour corriger le *beam hardening*, est d'utiliser des faisceaux d'assez haute énergie pour que le durcissement du faisceau soit négligeable. Malheureusement, les géomatériaux sont assez absorbants pour que l'artéfact soit toujours visible et surtout, en utilisant des hautes énergies, le contraste dans les images est moins

important (voir paragraphe 3.1.2). La solution la meilleure et la plus courante est de placer un filtre mécanique (un ou plusieurs morceaux de matériau absorbant, la plupart du temps en métal) devant la source afin d'absorber les photons de basses énergies. Le filtre ne doit évidemment pas être trop absorbant afin que le faisceau émergent soit assez important pour traverser l'échantillon et fournir suffisamment d'informations au détecteur.

Un autre artefact courant et survenant dans les configurations de troisième génération est l'artefact de cercle (*ring artefact*). Il se manifeste dans les images sous la forme de cercle (complet ou une partie) centré sur l'image et proviennent d'un saut dans le signal fourni par une ou plusieurs cellules du détecteur, qui correspond à une valeur anormale. Cette erreur dans le signal peut venir tout simplement d'une cellule défectueuse ou d'une sensibilité trop importante aux changements de conditions de mesure comme par exemple des différences d'énergie du faisceau. Ils peuvent être réduits en contrôlant au mieux les conditions de mesure ou en filtrant le faisceau comme pour le *beam hardening* pour les changements d'énergie du faisceau. De plus, ils peuvent dans certains cas être détectés (droite dans les sinogrammes) et soustraits lors des reconstructions. Néanmoins la plupart du temps, plusieurs rings demeurent dans les images (figure 3.9).

Plusieurs autres artefacts peuvent apparaître. La présence de zone anguleuse (dans la forme de l'échantillon ou localement), provoque une diffraction locale des rayons source d'erreur dans la mesure autour de la zone ou d'une multitude de stries (*star artefact*). Ce phénomène apparaît principalement avec les photons de basses énergies. Un filtrage type *beam hardening* permet de les réduire. Un autre exemple est la saturation du capteur. Le signal donné par une cellule doit être proportionnel au flux de photons. En cas de saturation, la mesure est erronée et crée un artefact sous la forme de strie. Un mauvais calibrage du signal ou une erreur dans la référence du centre de rotation peuvent être aussi à l'origine d'artefacts.

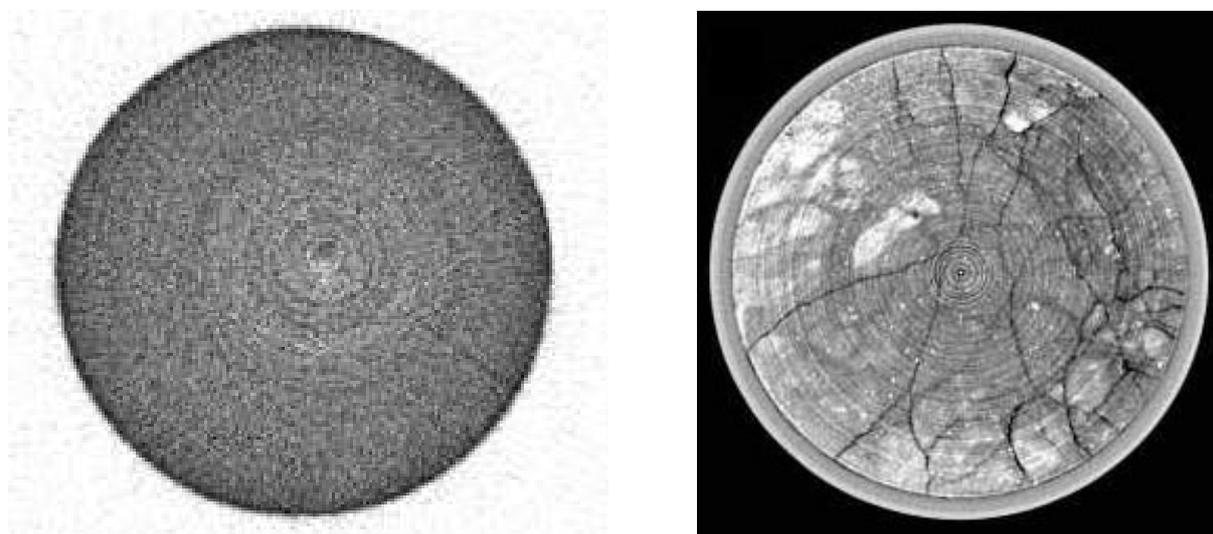


Figure 3.9 : Exemples d'artefacts (effet de tasse, strie et ring). A gauche, tomographie d'un échantillon homogène de verre où sont visibles l'effet de tasse (bord de l'échantillon plus sombre dans ce cas), des stries et quelques rings (Van Geet 2001). A droite, tomographie d'un échantillon de sapolite sont visibles l'effet de tasse (bord de l'échantillon plus clair dans ce cas) et des rings importants (Ketcham et Carlson 2001).

### 3.1.5 Avantages du synchrotron pour la tomographie

Le rayonnement synchrotron présente des avantages importants pour la tomographie. Le premier est qu'un faisceau de lumière synchrotron n'est que très faiblement divergent et sous la forme d'une nappe continue dans le plan horizontal avec une très faible ouverture angulaire verticale. Le faisceau peut alors être considéré comme un faisceau à section rectangulaire et formés de rayons parallèles qui est une des deux hypothèse à la base des méthodes de reconstruction.

Le deuxième avantage est que la lumière synchrotron est d'une grande intensité sur un très large spectre d'énergie. D'une part, le flux de photons est si important qu'il permet d'obtenir même pour de hautes résolutions, des temps d'acquisition très courts. D'autre part, il est possible à partir d'un faisceau blanc (polychromatique) de générer des rayons X (quasi) monochromatiques avec un large choix d'énergies possibles et tout en conservant une grande intensité. Dans ce cas, on se retrouve dans les conditions idéales pour la reconstruction des images et cela permet d'éviter les phénomènes de durcissement du faisceau.

La propriété regroupant l'intensité, la taille et la divergence du faisceau est la brillance, grandeur exprimée en  $\text{photon/s/mm}^2/\text{mrad}^2/0.1\%BF$  (0.1% BF indique que la largeur de la bande d'énergie utilisée pour le calcul correspond à 0.1% de l'énergie considérée). Plus le faisceau est brillant, plus il présente les meilleures conditions pour la microtomographie. La brillance d'un faisceau synchrotron est  $10^6$  fois supérieur à celle d'un faisceau produit par des tubes à rayons X.

L'avantage majeur d'un synchrotron par rapport à des scanners médicaux ou industriels est qu'il permet d'obtenir des hautes résolutions avec des temps d'acquisition très courts. De plus, les images sont moins sensibles aux artefacts. Il représente donc l'appareil idéal pour la microtomographie quantitative d'un objet qui se déforme sous chargement. Le synchrotron semble présenter que des avantages par rapport à des scanners classiques. Néanmoins, il présente un inconvénient majeur qui n'est pas technique : la disponibilité. En effet, il est très difficile d'obtenir du temps pour effectuer des expériences dans un synchrotron et la majorité du temps, le temps alloué est court. De nombreuses études ne nécessitant pas un temps rapide de scan, peuvent être faites avec des scanners industriels qui permettent d'obtenir des hautes résolutions avec une très bonne qualité d'image.

## 3.2 LA TOMOGRAPHIE RX DANS L'ETUDE LA LOCALISATION

La tomographie RX est un formidable outil pour étudier le comportement mécanique des matériaux. Les progrès technologiques et l'accessibilité croissante à des scanners font que cette technique expérimentale est de plus en plus utilisée. Son utilisation dans l'étude des géomatériaux est récente (années 80) et ses applications sont nombreuses : par exemple, étude de la texture dans les roches métamorphiques (Denison et al. 1997), caractérisation géométrique de réseau poral et de fissures dans un grès (Beall et al. 1996), étude des propriétés de transport dans un sol (Anderson et al. 1992), détermination de la porosité dans un grès (Coles et al. 1996), étude du processus de dessiccation dans un grès (Rousset-Tournier et al. 2003), etc.

Le but de ce paragraphe n'est pas de dresser une liste exhaustive des différentes études possibles et menées ces 20 dernières années. Nous conseillons au lecteur désirant obtenir un panel complet des possibilités de la technique, les ouvrages « Applications of X-ray Computed Tomography in Geosciences » (Mees et al. 2003) et « X-ray CT for

geomaterials » (Otani et Obara 2004) qui regroupent un nombre important d'études sur différentes applications et différents types de géomatériaux. Nous voulons dans ce paragraphe souligner l'importance de la résolution spatiale puis montrer l'intérêt de la technique dans l'étude de la localisation avec notamment le développement d'installations pour les études combinant essais mécaniques et mesures tomographiques (généralement appelées études in situ ). Les différents types d'études in situ (i.e. sous chargement isotrope ou déviatoire) sont présentés à l'aide de quelques exemples. Nous terminons le paragraphe en citant les seuls travaux à notre connaissance, ayant utilisés la tomographie RX pour caractériser les deux matériaux étudiés dans ce travail de thèse (l'argilite de l'Est et la marne de Beaucaire).

### 3.2.1 La résolution spatiale

La tomographie est une technique d'imagerie. Le paramètre central est la résolution spatiale. Elle doit être adaptée aux objectifs de l'étude. En effet, la valeur d'un voxel représente la moyenne des propriétés d'atténuation des différents matériaux présents dans l'échantillon à l'emplacement du voxel. C'est ce que l'on appelle le *partial volume effect*. Ainsi pour illustrer un phénomène (par exemple, des bandes de cisaillement dans les sables (e.g. Desrues et al. 1996) ou des fissures dans les roches (e.g. Walters et al. 1998)), il est évident que le phénomène étudié doit être composé de plusieurs voxels pour être distinctement visible.

Pour interpréter les valeurs des voxels, l'influence de la résolution spatiale peut se résumer en trois cas. Ketcham et Carlson (2001) les exposent de la manière suivante. Le premier cas est lorsque la taille du phénomène étudié est bien plus grande que la résolution spatiale i.e. plusieurs voxels dans les trois dimensions. Les phénomènes sont distincts et peuvent ainsi être facilement séparés par simple seuillage (i.e. une valeur de voxel dans l'image originale est choisie pour rendre l'image binaire). Nous nous trouvons dans le meilleur cas où le *partial volume effect* peut être ignoré. Le deuxième cas est lorsque la taille du phénomène étudié est beaucoup plus petite que la résolution spatiale. Sa présence bien sûr affecte les valeurs des données tomographiques. Leur interprétation n'est pas facile mais peut être possible en connaissant la répartition volumique des composants du matériau (par exemple pour des calculs d'ouverture de fissure (e.g. Johns et al. 1993) ou de porosité (e.g. Wong et Alfaro 2000)). Le troisième cas est lorsque la taille du phénomène étudié est proche de la résolution spatiale (typiquement au moins une des trois dimensions fait 1 ou 2 voxels). Ce cas est le cas le pire où le *partial volume effect* influence le plus les résultats. Les méthodes basées sur la répartition volumique ne sont pas ou difficilement applicables.

Une illustration des trois cas d'interprétation de la valeur du voxel est donnée par Otani et al. (2002a). Les auteurs considèrent le matériau comme granulaire (avec une granulométrie homogène) et raisonnent en nombre de grains présents dans le voxel (figure 3.10). Dans le premier cas, la taille des grains est plus grande qu'un voxel. La valeur tomographique du voxel peut être considérée comme celle des grains. Dans les deux autres cas (la taille des grains est plus petite qu'un voxel), la valeur tomographique est une moyenne des densités des grains et des vides. Dans le deuxième cas où les grains sont beaucoup plus petits, les vides affectent la valeur du voxel de manière relativement homogène sur l'ensemble des voxels de l'image. Cela permet d'utiliser des analyses basées sur la répartition volumique contrairement au troisième cas (la taille des grains est plus petite mais proche de la taille du voxel) qui est le pire pour interpréter quantitativement les valeurs des voxels.

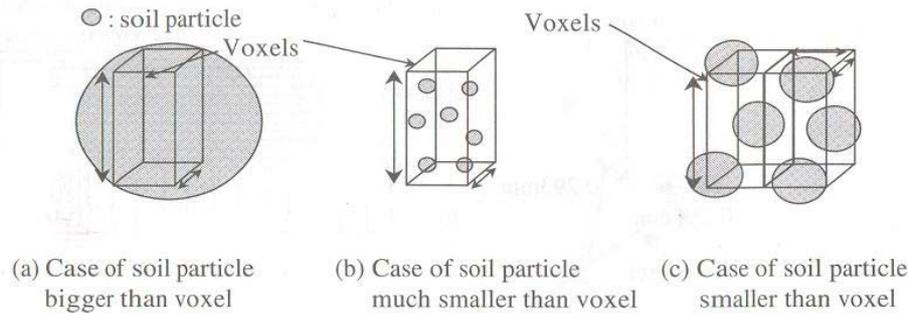


Figure 3.10 : Relation entre la taille des grains et celle du voxel (Otani et al. 2002a).

Pour étudier la localisation de la déformation, plus les matériaux sont à grains fins, plus les zones localisées sont petites. Il est donc nécessaire d'avoir une « bonne » résolution pour les études dans les matériaux argileux comme le montre la figure 3.11. Les tomographies présentées ont été prises avec le même scanner (résolution de  $0.7 \times 0.7 \times 2 \text{ mm}^3$ ) en fin d'essai triaxial. La tomographie à gauche est issue d'un essai sur un sable (sable d'Hostun) et à droite sur une argile (marne de Beaucaire). Les bandes sont nettement visibles dans le sable alors qu'elles ne le sont que « grossièrement » dans la marne. L'exemple de ces tomographies prises dans les mêmes conditions tomographiques (scanner et résolution identiques) montre parfaitement le besoin d'avoir des hautes résolutions pour étudier les matériaux argileux. Les premiers scanners ne proposaient pas de hautes résolutions donc la plupart des géomatériaux testés ont d'abord été des matériaux à grains gros comme les sables et les grès. Grâce aux avancées technologiques, l'amélioration des résolutions disponibles a permis ensuite de pouvoir étudier aussi la localisation dans les argiles. Néanmoins, peu d'études existent sur ce type de matériau (principalement sur des argiles limoneuses (Otani et al. 2000, Sun et al. 2004)).

Enfin, la conséquence pratique de l'importance de la résolution spatiale est qu'elle va déterminer en partie l'ensemble des autres paramètres expérimentaux. Le « jeu » consiste en un compromis entre un nombre important de paramètres (énergie et intensité des rayons, taille de la source et du détecteur, taille d'échantillon, ...). Il faut d'abord bien définir les objectifs de l'étude pour choisir la résolution spatiale la plus appropriée, qui ensuite déterminera une grande partie de l'ensemble des caractéristiques du dispositif expérimental (Ketcham et Carlson 2001).

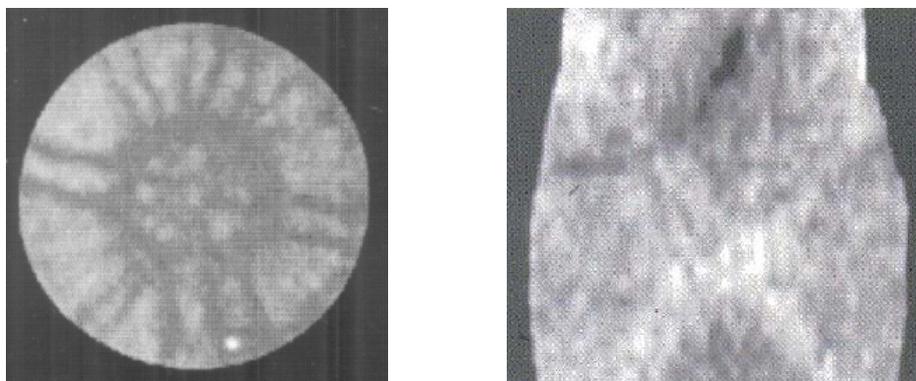


Figure 3.11 : Influence de la résolution spatiale dans l'étude de la localisation de la déformation. Tomographies en fin d'essai triaxial sur un sable (Desrues et al. 1996) (à gauche) et sur une argile (Tillard 1992) (à droite).

### 3.2.2 Etudes *in situ* de la localisation de la déformation

Les études expérimentales en laboratoire sur le comportement mécanique des géomatériaux (roches, sols et bétons) ont montré que la localisation de la déformation apparaît dans la plupart des essais (pour une synthèse, voir l'ouvrage de Vardoulakis et Sulem 1995). La déformation de l'échantillon est d'abord homogène puis se concentre dans une ou plusieurs zones étroites d'intenses déformations à l'approche de la rupture. Etudier ce phénomène nécessite des mesures de champ car une fois que la déformation est localisée, les grandeurs ne peuvent plus être dérivées des mesures globales (par exemple, les contraintes et déformations ne peuvent plus être déduites respectivement des mesures de force et de déplacement). Par exemple, la stéréophotogrammétrie (mesure de champ de déplacements) a été utilisée pour analyser des essais en conditions planes (Desrues (1984), Desrues (1985), Viggiani et Desrues (2004)). L'observation directe de la surface de l'échantillon lors de ce type d'essais s'avère suffisante car le phénomène est plan. Par contre lors d'essais triaxiaux, le phénomène est tridimensionnel ainsi l'observation de l'échantillon ne permet pas de caractériser les figures de localisation. Il est alors nécessaire d'observer en trois dimensions (tomographie). La question devient : quelle type de tomographie est appropriée pour étudier la localisation de la déformation dans les géomatériaux?

Les premières études utilisant les rayons X sont apparues dans les années 60 avec Roscoe (1970). Leur but était d'étudier la déformation d'un sable en conditions planes. Pour cela, l'auteur a eu l'idée de suivre à l'aide de radiographies RX, les déplacements de balles de plomb dispersées dans l'échantillon de sable. Le résultat majeur et en quelque sorte inattendu, a été qu'il a observé des bandes dilatantes devenant les surfaces de rupture de l'échantillon (bandes sombres sur la figure 3.12). La preuve était faite que les rayons X peuvent être un formidable outil pour observer les zones localisées. En effet lors du processus de localisation, aussi bien les déformations de cisaillement que volumiques s'intensifient localement (Desrues et al.1996). Les déformations volumiques étant liées aux variations de densité (et vice versa), une mesure de densité permet alors d'observer les zones localisées. Les mêmes observations que Roscoe (1970) ont été faites lors de différents types d'essai de laboratoire (par exemple, lors d'essais triaxiaux (Kirkpatrick et Belshaw 1968) ou lors d'essais de cisaillement direct (Scarpelli et Wood 1982) ou lors d'essais de compression en conditions de déformation plane (Vardoulakis et Graf 1982). Cependant, toutes ces études ont utilisé la technique de radiographie RX. Les observations sont donc des projections de la densité (carte de densité en deux dimensions). Afin d'obtenir de meilleures informations quantitatives de l'intérieur des échantillons, la tomographie RX (carte de densité en trois dimensions) s'impose alors comme un outil adapté à l'étude de la localisation de la déformation lors d'essais triaxiaux.

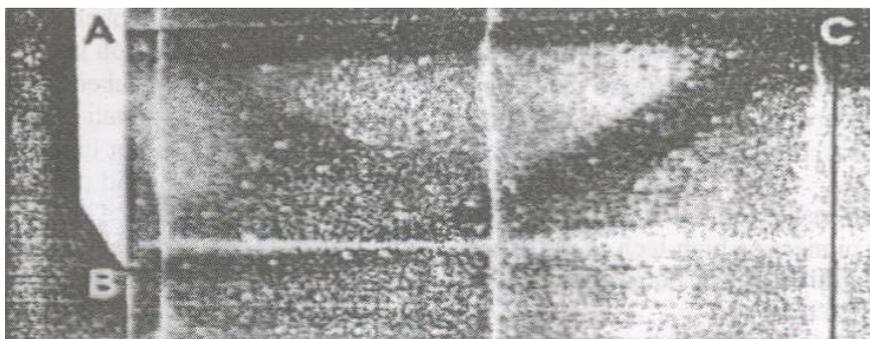


Figure 3.12 : Radiographie RX d'un sable lors d'un essai en conditions planes. Les bandes sombres représentent des bandes de cisaillement dilatantes (Roscoe 1970).

La première possibilité (et la plus simple) pour étudier avec la tomographie RX, la localisation de la déformation lors d'essais triaxiaux, est de scanner l'échantillon après essai. C'est ce qu'on appelle étude *post-mortem*. Les mesures permettent dans ce cas de caractériser la (les) zone(s) localisée(s) mais pas de suivre leur propagation. De plus, les observations ne sont pas effectuées sous chargement et le déchargement complet de l'échantillon modifie probablement les figures de localisation ce qui limite l'analyse des résultats.

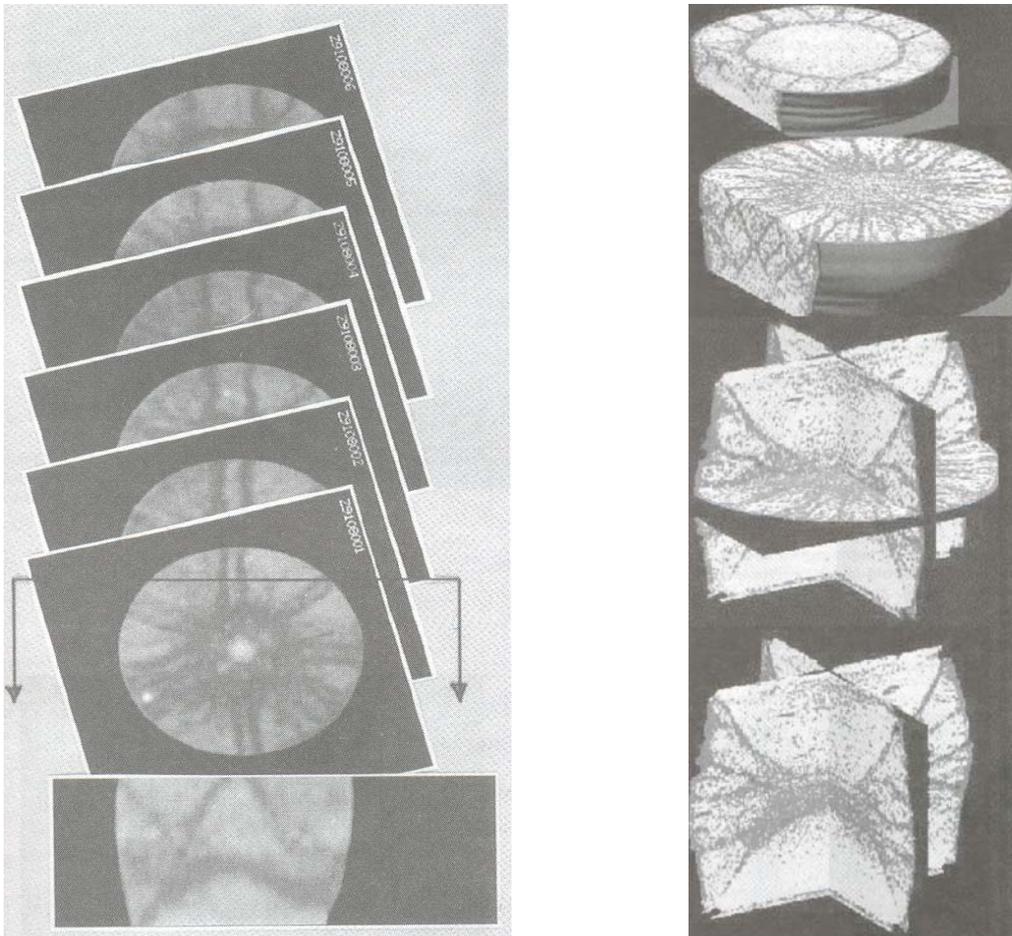
La deuxième possibilité est de scanner l'échantillon à différents moments de l'essai i.e. l'essai est stoppé à différents moments puis l'échantillon est déchargé et retiré de la cellule pour être scanné (par exemple, Otani et al. (2000)). Ce type d'étude permet de caractériser la zone localisée ainsi que son évolution (i.e. initiation et progression de bandes de cisaillement ou de fissures) mais les conclusions sont toujours limitées par le fait que les observations ne sont pas effectuées sous chargement. Ainsi, des cellules triaxiales adaptées aux mesures tomographiques ont été développées afin de scanner les échantillons en cours d'essai et sous chargement.

Les études utilisant ces cellules spécifiques sont assez récentes (années 90) et peu nombreuses. La plupart du temps, le chargement axial (mais pas le confinement) est retiré afin d'éviter des problèmes de qualité d'images. En effet, le mouvement induit par l'application du déviateur ou par la relaxation de la contrainte axiale si le chargement axial est stoppé, pourraient causer des problèmes de qualité d'images. Les mesures ne sont donc pas effectuées sous chargement déviatoire mais isotrope. Plusieurs études sur les sables ont été effectuées dans ces conditions.

Desrues et al. (1996) ont utilisé un scanner médical (résolution de  $0.7 \times 0.7 \times 2 \text{ mm}^3$ ) pour effectuer un ensemble d'essais triaxiaux à même contrainte moyenne effective initiale (60 kPa) et avec plusieurs valeurs de la densité initiale. Ils ont montré que les zones localisées peuvent s'organiser suivant des structures plus ou moins complexes suivant la densité initiale et les conditions d'essais (élançement de l'échantillon et conditions d'anti-fretage ou non aux extrémités de l'échantillon). La figure 3.13 montre un exemple de structure complexe observée. Alshibili et al. (2000) ont retrouvé des structures similaires (figure 3.13) lors d'essais triaxiaux *in situ* dans un scanner industriel (résolution spatiale de  $0.2 \times 0.2 \times 1 \text{ mm}^3$ ). Les mesures étaient aussi effectuées après retrait complet du chargement déviatoire. De plus, Desrues et al. (1996) ont mesuré la densité locale moyenne (indice des vides) en divers endroits des bandes de cisaillement. Ils ont montré que l'indice des vides dans les zones de cisaillement atteint une limite. Par comparaison avec l'indice des vides moyen dans l'échantillon, ils ont constaté que cette limite est sensiblement différente de celle qu'on pourrait déduire des mesures globales, si l'on ignorait l'existence de déformations localisées dans l'échantillon. Ces résultats ont également été retrouvés par Alshibili et al. (2000). Cela confirme la nécessité de mesures locales. En d'autres termes, les mesures globales sont généralement insuffisantes pour caractériser l'indice des vides en grandes déformation dans les échantillons triaxiaux sur les matériaux denses.

Enfin, les mesures tomographiques effectuées à différents moments de l'essai, ont permis de suivre l'initiation et la progression des bandes de cisaillement. Par exemple, Otani et al. (2002b) ont aussi effectué des essais triaxiaux *in situ* sur un sable selon le même protocole pour les mesures tomographiques (i.e. sous chargement isotrope après retrait du déviateur). Le scanner utilisé est un scanner industriel avec une résolution spatiale de  $0.2 \times 0.2 \times 1 \text{ mm}^3$ . La figure 3.14 montre la réponse mécanique (contrainte déviatoire et déformation volumique en fonction de la déformation axiale) d'un essai en condition drainée (contrainte effective initiale : 49 kPa) et les moments des mesures tomographiques. La courbe contrainte-déformation présente un pic à 7 % et le comportement volumique est contractant jusqu'à 3 % de déformation puis dilatant. La figure 3.14.bis présente les coupes tomographiques de 5 hauteurs différentes de l'échantillon au cours de l'essai. La zone localisée (zone sombre sur

les tomographies i.e. bande de cisaillement dilatante) apparaît peu avant le pic (étape B sur la figure 3.14) dans la hauteur 10 mm (la zone est indiquée par une flèche sur la figure 3.14.bis). Elle se propage ensuite dans le reste de l'échantillon i.e. elle est visible dans les hauteurs 10 et 25 mm à l'étape après le pic (étape C) puis dans l'ensemble des hauteurs aux étapes suivantes. Cette étude montre clairement que les essais in situ permettent de suivre la propagation de la zone localisée en cours d'essais. Dans cette essai, elle apparaît peu avant le pic puis se développe complètement en phase post-pic. Desrues et al. (1996) et Alshibili et al. (2000) observent la même chose sauf lors d'un essai pour Alshibili et al. (2000) où la bande de cisaillement n'est visible que peu après le pic. Nous pouvons raisonnablement penser que pour cette dernière observation, les déformations volumiques induites localement par la bande n'étaient pas assez importantes pour être mesurées avec la résolution spatiale utilisée.



*Figure 3.13 : Structures complexes de bandes de cisaillement (zones sombres) observées sur des sables en fin d'essai triaxial. A gauche, Desrues et al. 1996 et à droite, Alshibili et al. (2000).*

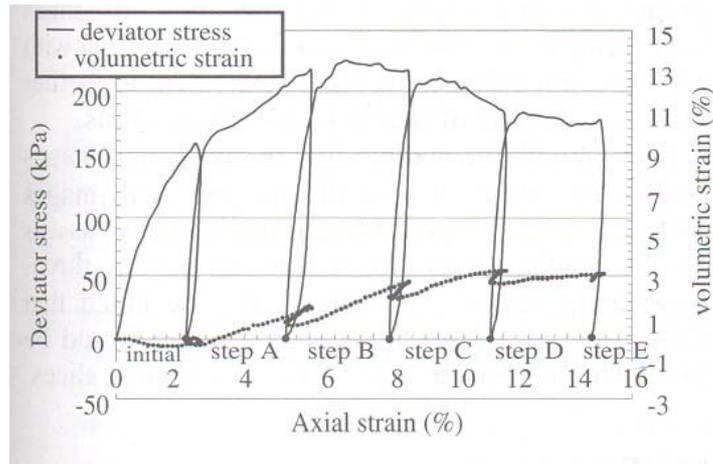


Figure 3.14 : Réponse mécanique (contrainte déviatoire et déformation volumique en fonction de la déformation axiale) d'un sable lors d'un essai triaxial (contrainte effective : 49 kPa). Les étapes tomographiques sont indiquées sur la courbe (initial et step A à E). (Otani et al. 2000b)

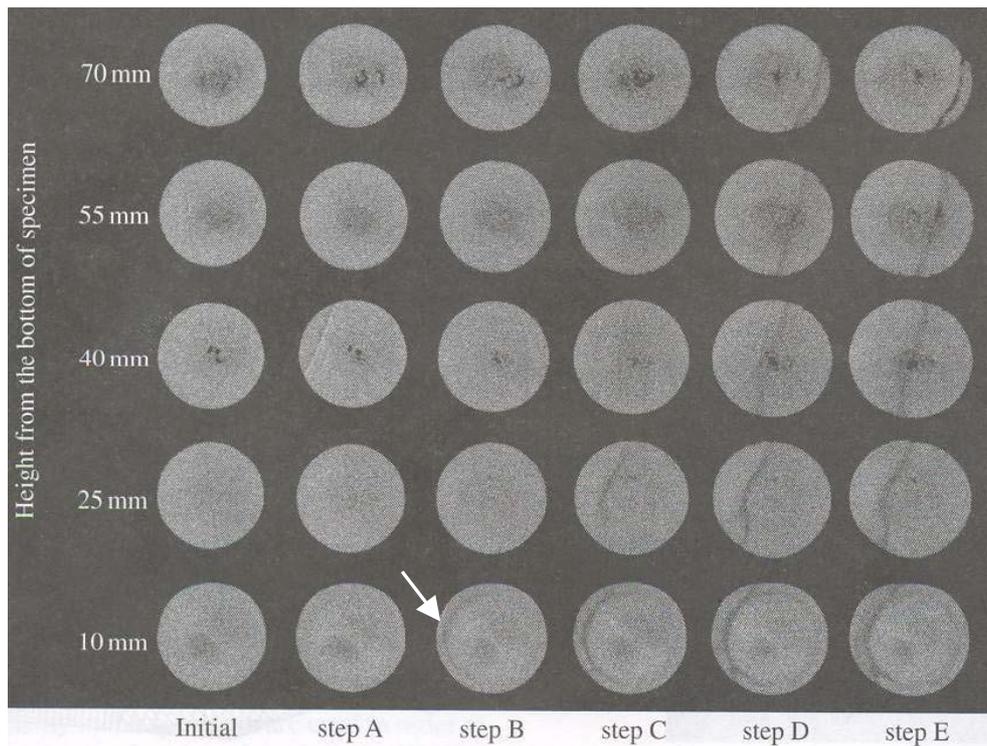


Figure 3.14.bis : Coupes tomographiques de 5 hauteurs différentes de l'échantillon au cours de l'essai présenté figure 3.14. (Otani et al. 2000b)

Les études in situ avec mesures sous chargement isotrope, ont prouvé leur intérêt pour étudier l'initiation et le développement des zones localisées. Néanmoins, les mesures tomographiques sont effectuées après retrait de la contrainte déviatoire. Afin de pouvoir caractériser complètement la localisation en cours d'essai triaxial, il est nécessaire de pouvoir scanner l'échantillon sous chargement déviatoire. A notre connaissance, seulement quatre études de ce type ont été menées dont une étude sur la marne de Beaucaire (matériau d'étude dans le cadre de ce travail de thèse) que nous présentons ultérieurement (Tillard 1992).

Géraud et al. (1998) ont étudié les effets de la température sur la fracturation d'un granite soumis à un chargement déviatoire à l'aide d'un scanner médical (résolution  $0.78 \times 0.78 \times 2 \text{ mm}^3$ ). Les échantillons ont été scannés sur une hauteur uniquement car la fracturation était trop soudaine pour pouvoir la suivre sur plusieurs hauteurs de l'échantillon. Les fissures étant généralement d'une ouverture plus faible que la résolution spatiale utilisée, les données ont été analysées en terme de variation de porosité.

Ren et al. (2002) et Sun et al. (2004) ont étudié la localisation de la déformation sous chargement déviatoire sur respectivement, un grès et une argile limoneuse. Ils ont utilisé un scanner médical dont la résolution spatiale est de  $0.35 \times 0.35 \times 1 \text{ mm}^3$ . Les échantillons sont scannés sur 4 hauteurs et les auteurs précisent qu'un nombre plus important de hauteurs scannées seraient nécessaire pour pouvoir obtenir des images en trois dimensions des fissures. Ren et al. (2002) présentent un essai mené avec 10 MPa de confinement sur un grès. La figure 3.15 montre la réponse mécanique de l'essai (contrainte axiale en fonction de la déformation axiale) et l'évolution de la valeur moyenne des voxels (*CT number*) de l'image en fonction de la déformation axiale. Les étapes tomographiques indiquées sur les 2 courbes sont numérotées de 1 à 8. La figure 3.15.bis montre les coupes tomographiques (images binaires après seuillage) d'une hauteur de l'échantillon de l'étape 3 à l'étape 8 (le blanc représente les vides et le noir la partie solide). La valeur moyenne des voxels augmentent en début d'essai (étape 1 à 3) puis stagne et diminue, signe d'endommagement. Les auteurs interprètent l'augmentation en début d'essai comme une fermeture des microfissures et des vides préexistants. Les auteurs indiquent que les fissures apparaissent à l'étape 3 (fissure indiquée par la flèche). Notons que l'échantillon semble initialement endommagé dans sa partie centrale malgré les précautions prises (évoquées mais non précisées par les auteurs) lors de la préparation de l'échantillon. Au cours des étapes suivantes, la création et la progression de plusieurs fissures sont visibles.

Sun et al. (2004) présentent 3 essais menés sur une argile limoneuse avec 3 pressions de confinement différentes (100, 300 et 500 kPa). Aucune contre-pression n'est appliquée donc seules les contraintes totales sont mesurées. La figure 3.16 montre la réponse mécanique de l'essai (contrainte axiale en fonction de la déformation axiale) et l'évolution de la valeur moyenne des voxels de l'image en fonction de la déformation axiale. Les étapes tomographiques sont numérotées de 1 à 6. La figure 3.16.bis montre les coupes tomographiques des 4 hauteurs scannées de l'étape 3 à 6 (les bandes blanches représentent des bandes de cisaillement). A partir des observations tomographiques et des valeurs moyennes des voxels, les auteurs divisent l'essai en 4 étapes : une première étape (indiquée OA sur la figure 3.16) où les microfissures se ferment, puis de nouvelles microfissures se créent et se développent (indiquée AB). A l'étape notée BC, l'endommagement se localise en bandes de cisaillement qui se développent rapidement puis complètement lors de l'étape CD menant l'échantillon à la rupture. Notons que l'échantillon est endommagé en début d'essai (exemple d'endommagement initial indiqué par une flèche sur la figure 3.16.bis).

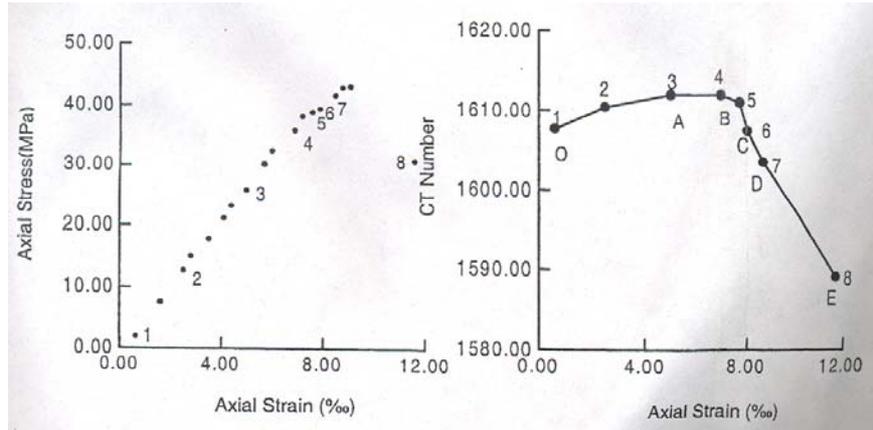


Figure 3.15 : Etude in situ sur un grès (Ren et al. 2002). A gauche, réponse mécanique d'un essai triaxial avec 10 MPa de confinement (contrainte axiale en fonction de la déformation axiale) et à droite, valeurs tomographiques moyennes au cours de l'essai. Les chiffres sur les courbes indiquent les étapes de mesures tomographiques.

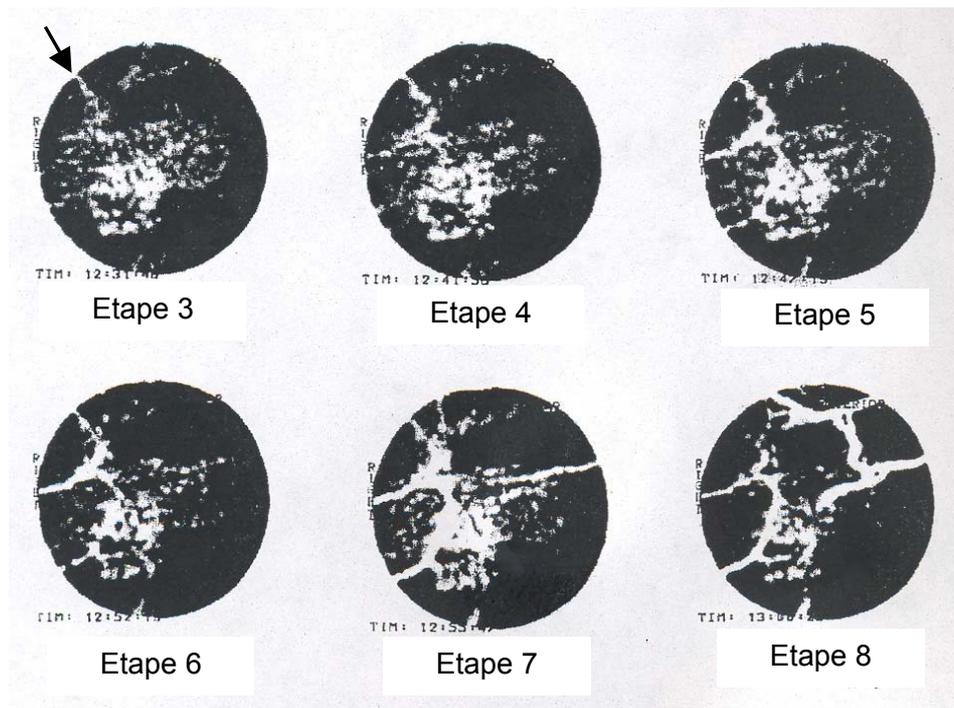


Figure 3.15.bis : Coupes tomographiques (images binaires) d'une hauteur de l'échantillon en cours d'essai (de l'étape 3 à l'étape 8 selon la figure 3.15). Le blanc représente les vides et le noir la partie solide. (Ren et al. 2002)

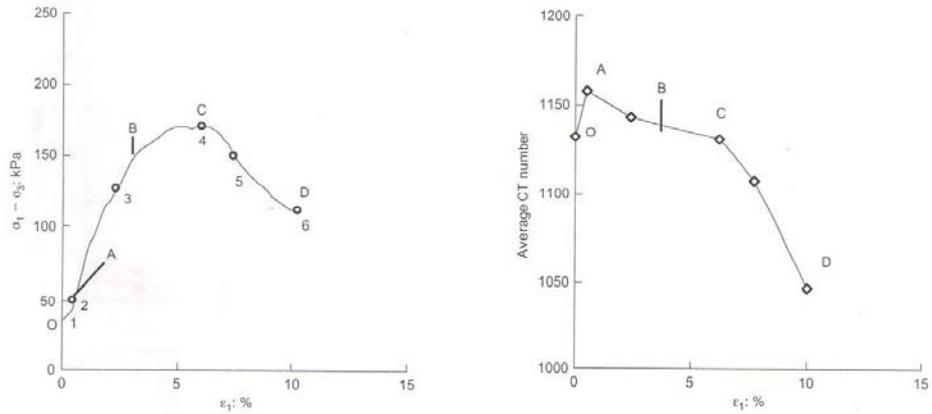


Figure 3.16 : Etude in situ sur un sable (Sun et al. 2002). A gauche, réponse mécanique d'un essai triaxial avec 300 kPa de confinement (déviateur de la contrainte axiale en fonction de la déformation axiale) et à droite, valeurs tomographiques moyennes au cours de l'essai. Les chiffres sur la courbe de gauche indiquent les étapes de mesures tomographiques.

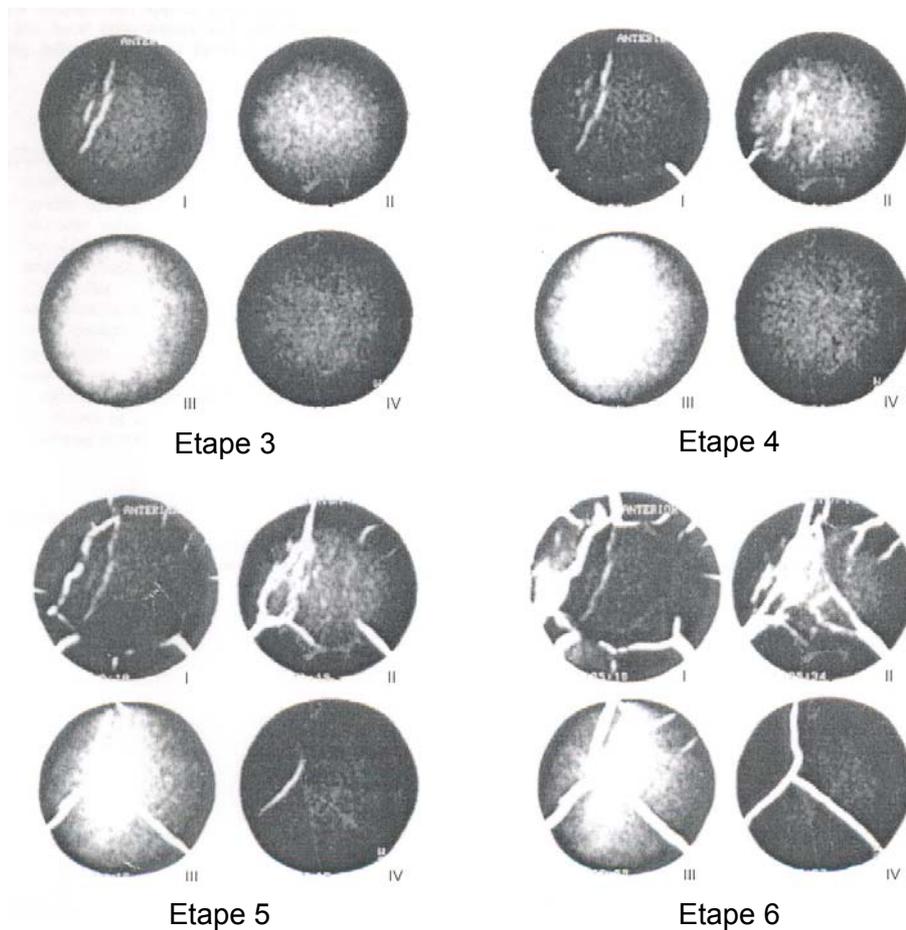


Figure 3.16.bis : Coupes tomographiques de 4 hauteurs de l'échantillon (notées I, II, III et IV) en cours d'essai (de l'étape 3 à l'étape 6 selon la figure 3.16). (Sun et al. 2002)

Dans l'ensemble des études que nous venons d'évoquer, les scanners utilisés sont des scanners médicaux ou industriels. Depuis une dizaine d'années, l'utilisation de synchrotron s'est développée. Ce type de scanner permet d'obtenir de hautes résolutions (jusqu'au dixième de micron). La plupart du temps, les études sur les géomatériaux avec le rayonnement synchrotron ont pour but de caractériser le matériau vis à vis d'une propriété géométrique du matériau i.e. dans un état non sollicité (par exemple, description tridimensionnel du réseau poral (e.g. Spanne et al. (1994), Sammartino et Buschaert (2005)). Les études (peu nombreuses) sur l'endommagement sont menées généralement après essai (par exemple, évolution de la perméabilité après essai de fluage sous pression de solution sur des agrégats de halite (Renard et al. 2004)).

A notre connaissance, une seule étude *in situ* sous rayonnement synchrotron a été menée pour étudier l'endommagement d'un géomatériau (Landis et Nagy (2000) et Landis et al. (2003)). Le but de cette étude est de caractériser la fissuration (initiation et développement) dans un mortier lors d'un essai de compression simple donc sans confinement. Les mesures tomographiques sont effectuées sous chargement. La résolution spatiale utilisée est de  $9.6 \mu\text{m}^3$ . Les auteurs soulignent que pour obtenir une telle résolution, leur échantillon (de forme cylindrique) avait un diamètre de 4 mm avec un élargissement de 1. L'échantillon a été scanné sur toute sa hauteur dans le but de déterminer la connectivité des fissures. La figure 3.17 montre la réponse mécanique de l'échantillon (force axiale appliquée en fonction de la déformation axiale). Les numéros (1 à 6) présents sur la courbe indiquent les étapes de mesure tomographique. La figure 3.17.bis présente des tomographies prises à mi-hauteur d'échantillon au cours de l'essai. Les tomographies ont permis d'observer la progression de la fracturation au cours de l'essai au niveau de la microstructure. Les auteurs indiquent que la fracturation est assez uniforme dans l'échantillon, que les interactions entre les fissures et les inclusions ont pu être observées mais que le lieu exact de l'initiation des fissures n'a pas pu être déterminé. Les auteurs ont ensuite mesuré la surface et le volume des fissures. Pour cela, les images ont été rendues binaires (par simple seuillage) afin de dissocier le matériau et les fissures puis la connectivité des fissures a été déterminée entre l'ensemble des coupes tomographiques, grâce à un algorithme développée par les auteurs. Cette étude montre clairement que les études *in situ* dans un synchrotron permettent d'obtenir des images de qualité et précises (grâce aux hautes résolutions disponibles) afin d'étudier l'endommagement en cours d'essai.

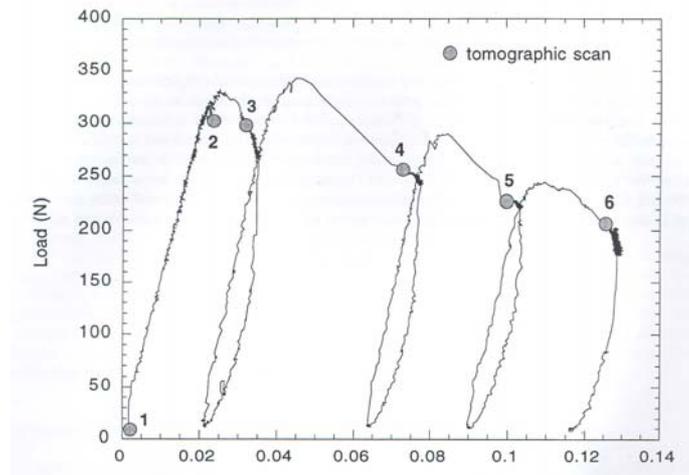


Figure 3.17 : Réponse mécanique d'un échantillon de mortier au cours d'un essai de compression simple (force axiale appliquée en fonction de la déformation axiale). Les chiffres sur la courbe indiquent les étapes de mesures tomographiques. (Landis et Nagy 2000)

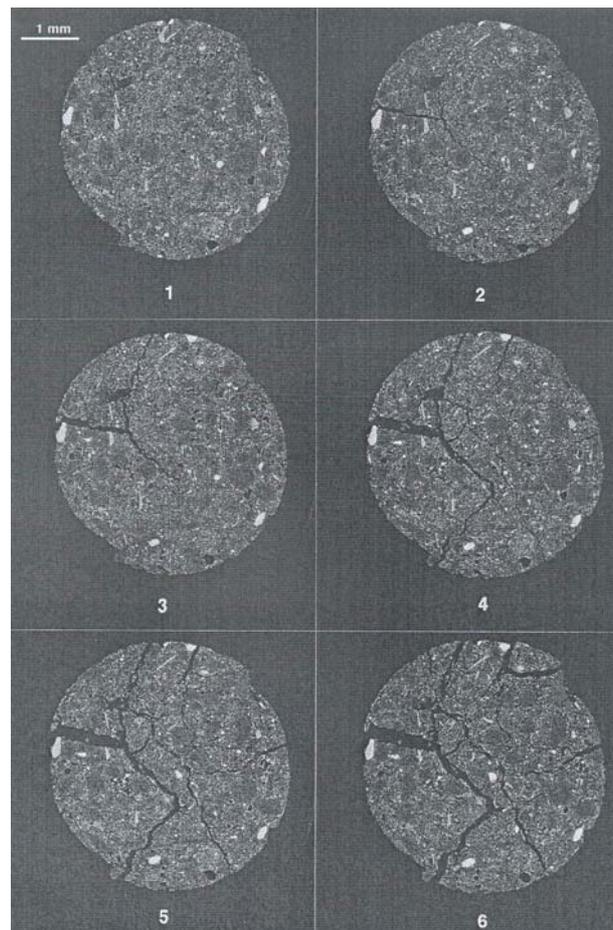


Figure 3.17.bis : Coupes tomographiques à mi-hauteur d'échantillon de mortier en cours d'essai de compression simple. Les numéros correspondent aux étapes tomographiques indiquées sur la figure 3.17. (Landis et Nagy 2000)

### 3.2.3 Etudes sur l'argilite de l'Est et la marne de Beaucaire

Etudier les argiles à l'aide de la tomographie RX nécessite comme on l'a déjà vu, des résolutions spatiales très fines. De ce fait, peu d'études ont été menées sur ce type de matériaux. Nous pouvons citer par exemple une étude sur les bandes de cisaillement dans des échantillons de kaolinite et de bentonite (Hicher et al. 1994). Les échantillons ont été scannés après essai triaxial à l'aide d'un scanner industriel. Les auteurs ont pu mesurer l'orientation des bandes et constater que les bandes sont contractantes quand les échantillons étaient surconsolidés, et dilatantes quand les échantillons étaient normalement consolidés. Intéressons nous maintenant aux études effectuées sur les deux matériaux étudiés dans le cadre de ce travail de thèse.

- Etudes sur l'argilite de l'Est

A notre connaissance, seulement deux études ont été menées sur l'argilite de l'Est à l'aide de la tomographie RX. La première est une étude sur la caractérisation de la microstructure et du réseau microporal (Sammartino et Buschaert 2005). L'objectif de l'étude (qui est en cours) consiste à développer des outils pour caractériser les morphologies à l'échelle de la microstructure à l'aide de caractérisations tomographiques hautes résolutions et d'outils pétrophysiques. Des échantillons ont été scannés sur la ligne ID19 de l'ESRF (synchrotron de Grenoble) avec une résolution de quelques microns. Même avec de telles résolutions, la porosité n'est pas directement visible. Afin d'obtenir des informations plus précises, l'objectif est d'utiliser la tomographie RX pour étudier la connectivité du réseau poral et déterminer les tailles de pores par porosimétrie mercure.

La deuxième étude est une thèse sur l'influence de l'eau sur la microfissuration de l'argilite de l'Est (Freissmuth 2002). Le but est d'une part, de mettre des échantillons dans des atmosphères plus ou moins humides et d'autre part, en contact avec des solutions salines de différentes compositions. Les échantillons sont ensuite observés à l'aide de la radiographie RX afin de caractériser la microfissuration induite et son développement. En début de thèse, l'auteur a effectué une étude « test » sur un échantillon afin d'étudier l'intérêt d'utiliser les techniques de radiographie et tomographie RX pour étudier ce matériau. Un échantillon a été scanné à l'aide d'un scanner industriel (résolution  $20 \mu\text{m}^3$ ). Les figures 3.18 et 3.19 montrent des exemples de radiographie et de tomographies (coupes horizontale et verticale) obtenues. La radiographie permet d'observer des structures allongées et des microfissures dans le plan de litage probablement créées par dessiccation. Les tomographies permettent d'observer les grosses inclusions (en blanc) et des microfissures dans le plan de litage (en sombre) sur les coupes verticales. Ce test a permis de confirmer l'intérêt d'observer les argilites avec les rayons X et des résolutions de plusieurs microns. Ainsi, les auteurs ont développé une cellule adaptée aux rayons X, permettant d'appliquer un chargement axial (2 à 20 MPa) à l'aide d'un système de vis et de mettre l'échantillon dans des atmosphères humides. Les auteurs précisent dans Freissmuth et al. (2003) que la cellule permet d'effectuer des mesures à  $360^\circ$  (mesures tomographiques). Cependant, la présence de tirants dans le champ des rayons X nous paraît être néfaste pour de telles mesures. D'ailleurs, aucune tomographie à l'aide de cette cellule n'est présentée. Une étude complète a été menée à l'aide des radiographies RX et a montré qu'un fort gradient de saturation au sein de l'échantillon constitue l'une des principales origines de la fissuration. Ils ont notamment montré qu'un échantillon préalablement resaturé à l'air à 99 % d'humidité relative peut rester inactif dans l'eau pure alors que sans cette étape de resaturation, l'échantillon se désintègre en 10 min (Su et al. 2003).

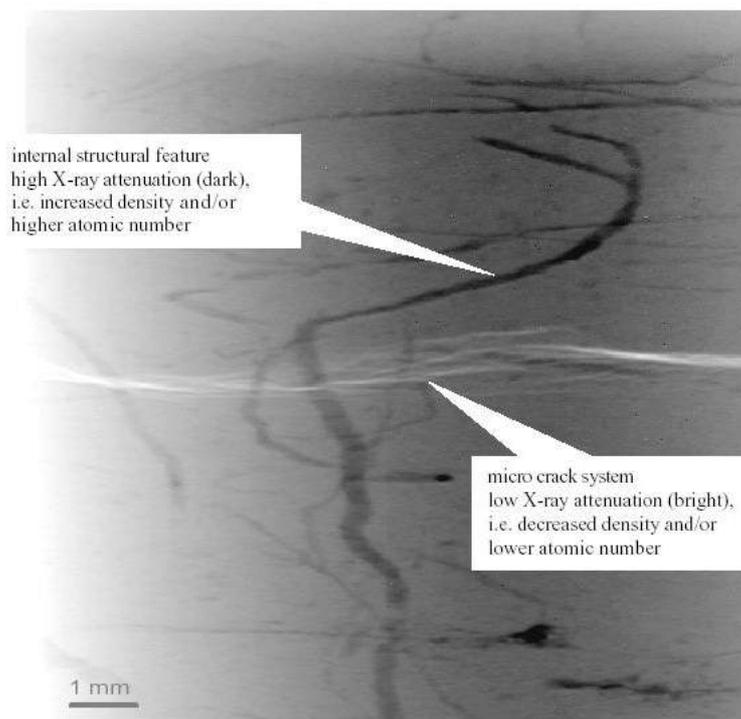


Figure 3.18 : Radiographie RX d'un échantillon d'argilite de l'Est (Freissmuth 2002).

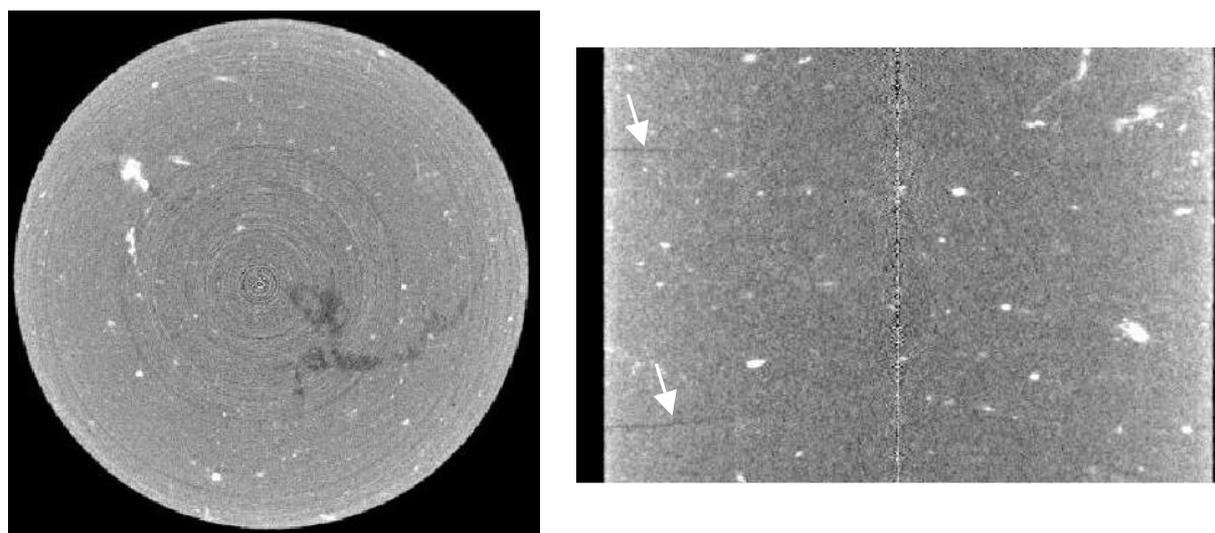


Figure 3.19 : Coupes tomographiques de l'argilite de l'Est (résolution  $20 \mu\text{m}^3$ ). A gauche coupe horizontale et à droite, coupe verticale. Les flèches indiquent des microfissures dans les plan de stratification (Freissmuth 2002).

- Etude sur la marne de Beaucaire

Une seule étude a été menée à l'aide de la tomographie RX sur la marne de Beaucaire (Tillard 1992). C'est une étude *in situ* avec mesures tomographiques sous chargement déviatoire lors d'essais triaxiaux. Le scanner utilisé est un scanner médical avec une résolution spatiale de  $0.7 \times 0.7 \times 2 \text{ mm}^3$ .

Un ensemble de 6 essais triaxiaux en conditions drainées (i.e. circuit de drainage ouvert sans application de contre-pression et sans mesure de la pression interstitielle) a été mené à différentes pressions de confinement, classées en trois catégories par l'auteur : compression simple et pression de confinement très faible (i.e. 50 kPa), pression de confinement moyenne (i.e. 250 kPa), et pression de confinement élevée (i.e. 1 MPa). Le but était d'étudier respectivement la rupture fragile, la transition rupture fragile/ductile et la rupture ductile. Les échantillons ont été scannés en cours d'essai sous chargement déviatoire à trois hauteurs différentes puis sur toute la hauteur en fin d'essai avant déchargement.

Pour les essais de compression simple et avec des pressions de confinement très faibles, le matériau a eu un comportement fortement surconsolidé. Il a été globalement contractant en début d'essai puis dilatant avant le pic de contrainte déviatoire et fortement dilatant après le pic. Mis à part dans la zone localisée, la déformation volumique globale entre les trois hauteurs a été homogène.

Lors des essais de compression simple, la rupture de l'échantillon a été soudaine sous la forme d'une macrofissure inclinée. Aucune coalescence de microfissures à l'origine de la macrofissure (i.e. concentration de microfissures lors de fissuration diffuse dans la zone de la macrofissure) n'a été mise en évidence. Cela ne nous surprend pas vu la résolution utilisée qui ne permet pas à notre avis, de voir des microfissures dans ce matériau. L'auteur indique que la macrofissure semble passer dans des « zones de faiblesse » présentes dans l'échantillon non déformé comme le montre la figure 3.20 (coupes tomographiques d'une même hauteur en début et en fin d'essai avec indication d'une « zone de faiblesse » dans la tomographie en début d'essai). L'auteur précise qu'il est difficile de conclure sur cette dernière observation car la géométrie des « zones de faiblesse » n'est pas connue vu que l'échantillon n'a pas été scanné dans sa globalité en début d'essai.

Pour des pressions de confinement très faibles (i.e. 50 kPa), la rupture s'est concentrée dans une série de 2 à 3 plans inclinés à  $30^\circ$  par rapport à l'axe de chargement. Aucune zone de dilatance ou de contractance particulière n'a été observée avant les plans de rupture.

Pour des pressions de confinement moyennes (i.e. 250 kPa), le matériau a eu un comportement légèrement contractant en début d'essai puis dilatant peu avant le pic. La déformation volumique n'a pas été homogène (deux hauteurs globalement dilatantes et une hauteur contractantes pour un comportement global dilatant) et l'échantillon s'est déformé en tonneau.

La rupture localisée s'est concentrée dans deux zones planes de cisaillement fortement contractantes, qui se croisent et sont inclinées à environ  $35^\circ$  et  $45^\circ$  par rapport à la direction de chargement. La figure 3.21 montrent deux coupes verticales de l'échantillon en fin d'essai. Les zones localisées sont visibles sur la tomographie de gauche mais beaucoup moins sur celle de droite.

Pour des pressions de fort confinement (i.e. 1 MPa), le matériau a eu un comportement normalement consolidé avec une forte tendance à contracter tout au long de l'essai. La déformation volumique a été homogène et l'échantillon est resté cylindrique ce qui a été confirmé par les tomographies (contraction homogène de l'échantillon) comme le montre la figure 3.22 (tomographies d'une même hauteur en début et en fin d'essai). La tomographie en fin d'essai montre que la densité moyenne est plus importante (gris plus clair qu'en début d'essai).

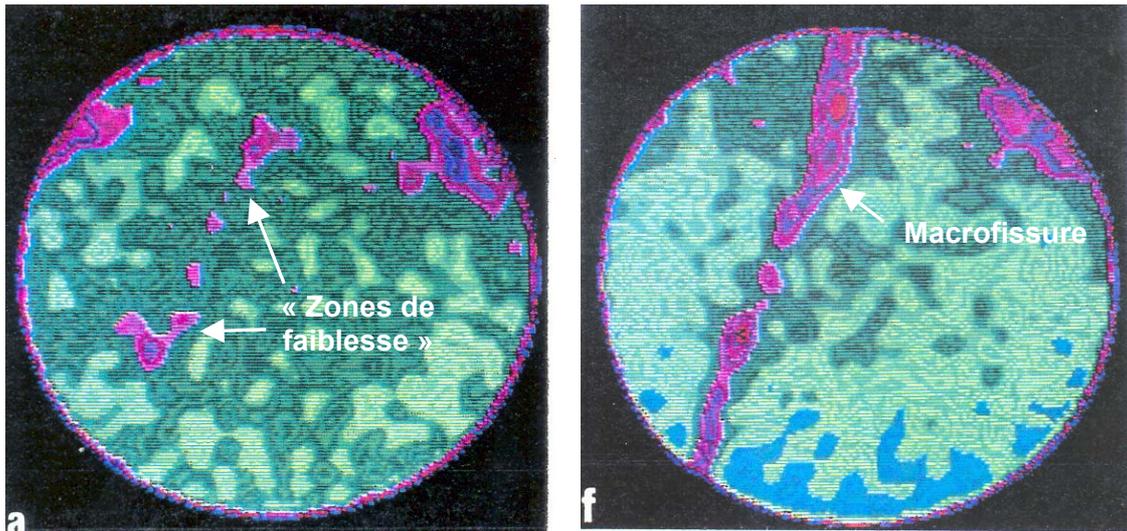


Figure 3.20 : Coupes tomographiques de la marne de Beaucaire en début (à gauche) et en fin (à droite) d'essai de compression simple. Les zones en violet indiquent des zones de faibles densités (Tillard 1992).

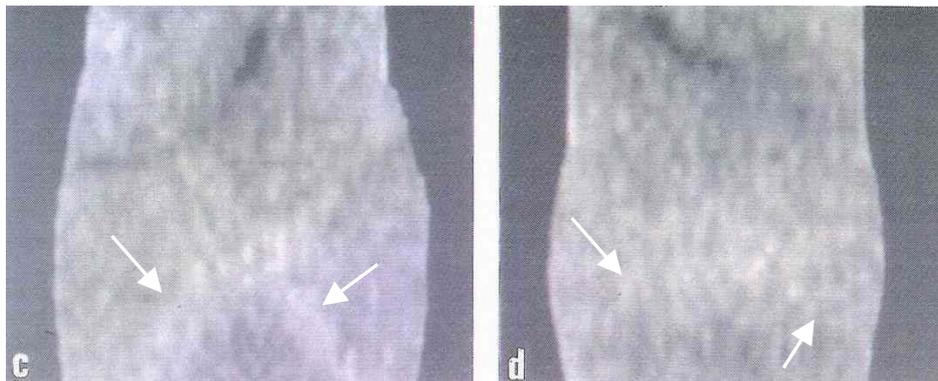


Figure 3.21 : Coupes tomographiques verticales de l'échantillon en fin d'essai (confinement de 250 kPa). La rupture localisée s'est concentrée dans deux zones planes de cisaillement fortement contractantes (zones gris clair indiquées par les flèches) (Tillard 1992).

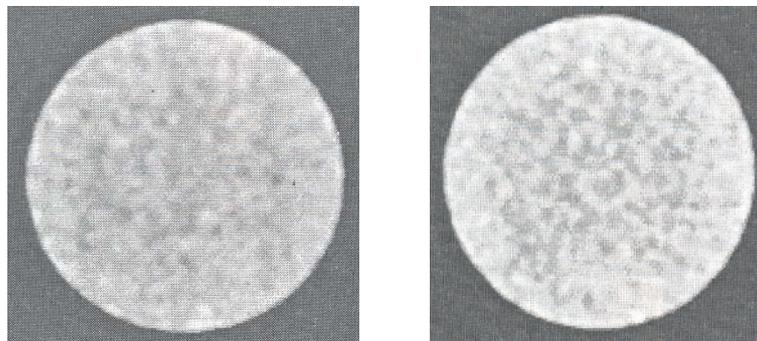


Figure 3.22 : Coupes tomographiques horizontales de l'échantillon en début (à gauche) et en fin d'essai (à droite). Essai à fort confinement (i.e. 1 MPa). La tomographie en fin d'essai montre que la densité moyenne est plus importante (gris plus clair qu'en début d'essai), indice d'un comportement globalement contractant (Tillard 1992).

L'auteur conclue cette étude en remarquant que les comportements mécaniques sont cohérents avec les précédentes études de la marne de Beaucaire sur des essais triaxiaux classiques (Bescond et Serratrice 1986) et que les tomographies ont illustrées les différences entre mesure volumique globale et locale. La rupture localisée est principalement observée sous la forme de plans de cisaillement inclinés. Entre le comportement surconsolidé et normalement consolidé, les zones localisées ont été observées sous la forme de bandes contractantes et pour un état normalement consolidé, la technique a confirmé que l'échantillon a un comportement contractant et que la déformation volumique est homogène. Les dernières conclusions concernent la technique. La résolution spatiale fournie par le scanner médical « lisse » les variations volumiques dues à localisation de la déformation. Elle ne permet pas entre autre d'étudier une éventuelle concentration de microfissuration à l'origine d'une macro fissure. Plus généralement, la résolution spatiale a montré ses limites dans l'étude de l'initiation et du développement de la localisation de la déformation dans la marne de Beaucaire.

### 3.2.4 Conclusions

La tomographie RX est un formidable outil pour étudier la localisation de la déformation dans les géomatériaux. Elle permet entre autres de pouvoir caractériser le matériau sous chargement à l'aide d'installations expérimentales spécifiques (études *in situ*). La plupart de ces études permettent de scanner l'échantillon sous chargement isotrope après retrait complet du déviateur. Un nombre réduit d'études ont été menées avec des mesures tomographiques sans enlever le chargement déviatoire.

Les matériaux à grains fins nécessitent de hautes résolutions ainsi, peu d'études existent sur les matériaux argileux et à notre connaissance, aucune étude n'a été menée sur l'endommagement de l'argilite de l'Est à l'aide de la tomographie RX.

Cette étude bibliographique nous a confirmé l'intérêt de développer des outils pour pouvoir étudier les roches argileuses sous chargement déviatoire à l'aide de la tomographie RX haute résolution.

# **Chapitre 4 :**

# **DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX**



La combinaison d'essais mécaniques et de la tomographie RX sur une ligne synchrotron nécessite de développer des dispositifs et des protocoles expérimentaux spécifiques. De plus, la nature des matériaux étudiés (sols indurés et roches argileuses) impliquent des difficultés supplémentaires comme l'application de contraintes et de pressions interstitielles relativement élevées ainsi qu'une faible vitesse de chargement déviatoire. Après une description des caractéristiques de tomographie RX de la ligne synchrotron utilisée, nous présentons les trois dispositifs expérimentaux développés dans le cadre de cette thèse en soulignant les spécificités prises en compte dans le développement de chacune des trois cellules triaxiales. Nous terminons avec un descriptif des protocoles utilisés pour le stockage et la préparation des échantillons.

## **4.1 DISPOSITIF DE TOMOGRAPHIE RX**

### **4.1.1 Choix du scanner**

Les objectifs de notre étude expérimentale (essais in situ sur une roche argileuse i.e. mesures tomographiques sous chargement déviatoire) impliquent de réunir une haute résolution spatiale (microtomographie) et un temps de mesure très court. D'une part, les roches argileuses sont des matériaux à grains fins. L'utilisation de la tomographie RX pour étudier de tels matériaux nécessite de hautes résolutions. Cependant, le cadre de l'étude se situe dans la mécanique des milieux continus et non dans la micromécanique. En d'autres termes, le but n'est pas de voir les grains mais d'avoir comme résolution spatiale, un volume représentatif en terme de nombre de grains contenus dans le voxel. Nous considérons qu'un voxel dont le côté correspond à une dizaine de particules est représentatif. Ainsi, la taille d'un agrégat d'argile dans les argilites de l'Est étant de l'ordre du micron, la résolution spatiale choisie est d'une dizaine de microns. D'autre part, les essais sont in situ (au sens de la tomographie) ce qui nécessite dans notre cas, un temps de mesure faible. En effet, l'objectif est de scanner l'échantillon en cours d'essai triaxial et sous chargement déviatoire. Pour obtenir une bonne qualité d'images, cela nécessite de stopper le chargement axial car le déplacement de l'échantillon au niveau de la coupe mesurée, provoquerait un phénomène de flou dans les images. L'arrêt du chargement axial induit un phénomène de relaxation de la contrainte axiale. Un temps d'acquisition trop long occasionnerait aussi des problèmes de qualité d'image et de plus, ferait que l'échantillon ne serait plus dans le même état de contrainte entre le début et la fin de la mesure tomographique. Le seul appareil permettant d'effectuer de la microtomographie avec un temps d'exposition faible est le synchrotron grâce à une brillance très importante et l'utilisation de faisceau et de détecteur en deux dimensions (voir paragraphe 3.1.5).

### **4.1.2 Ligne ID15 à l'ESRF**

Les campagnes d'essais ont été menées au synchrotron situé à Grenoble, l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility), sur la ligne ID15 nommée High Energy Scattering Beamline. L'énergie généralement utilisée sur les lignes synchrotron est de l'ordre de 10-20 keV ce qui ne permet pas d'étudier des matériaux très absorbants. L'équipe de l'ID15 s'est spécialisée dans l'utilisation de plus hautes énergies. La ligne fournit un faisceau très faiblement divergent (pouvant être considéré comme convergent), à haut flux de photons et ayant des énergies allant de 20 à 1000 keV. De plus, l'équipe a développé des outils permettant de réduire considérablement les temps d'acquisition pour la microtomographie grâce notamment à des efforts sur les détecteurs et l'architecture du système d'acquisition

(Di Michiel et al. 2005). De plus amples détails sur la ligne ID15 de l'ESRF, sont disponibles à l'adresse internet suivante : <http://www.esrf.fr/UsersAndScience/Experiments/MaterialsScience/ID15/>.

La principe de la mesure sur la ligne ID15 est illustrée dans la figure 4.1. Le faisceau de rayons peut être considéré comme convergent et possède une section rectangulaire. Le détecteur est une caméra CCD 2D couplé à un scintillateur qui transforme les rayons X en lumière visible. Un système d'optique permet de choisir le grandissement. La résolution spatiale est déterminée par la résolution du détecteur et la valeur du grandissement. L'utilisation d'un faisceau à section rectangulaire et d'une caméra 2D permet de mesurer simultanément un ensemble de coupes tomographiques (une section) ce qui réduit considérablement le temps de mesure. Le nombre de coupes mesurées à chaque étape est déterminée par l'épaisseur du faisceau. L'épaisseur d'une coupe correspond à la résolution de mesure.

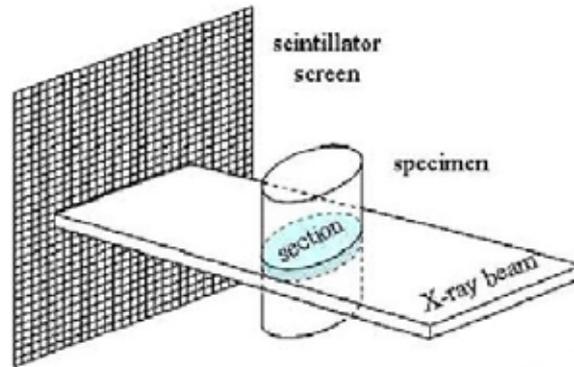


Figure 4.1 : Principe de la mesure sur la ligne ID15.

La configuration du système tomographique est de troisième génération (voir paragraphe 3.1.3) : l'ensemble source/détecteur est fixe et l'échantillon tourne (dans notre l'ensemble installation triaxiale/échantillon). La figure 4.2 montre l'ensemble du dispositif avec à gauche la source de rayons X et à droite, le système d'acquisition des images, composé d'un miroir, d'un objectif et du détecteur. Les rayons traversent l'échantillon à travers la cellule triaxiale qui réside sur un ensemble de moteurs permettant de tourner et translater l'ensemble du dispositif dans les trois directions. La rotation permet de mesurer les projections radiographiques à différents angles et la translation verticale de scanner l'échantillon à différentes hauteurs. Notons que la cellule triaxiale est autonome i.e. elle possède son propre système de chargement. Le faisceau est délivré en continu. L'élément nommé *fast shutter* sur la ligne, est un obturateur de faisceau qui permet de générer les mesures aux différents angles avec un temps d'exposition très faible. L'évolution rapide des techniques a permis de retirer cette élément pour la dernière campagne d'essais sur l'argilite de l'Est et ainsi réduire d'avantage le temps d'acquisition (Di Michiel et al. 2005).

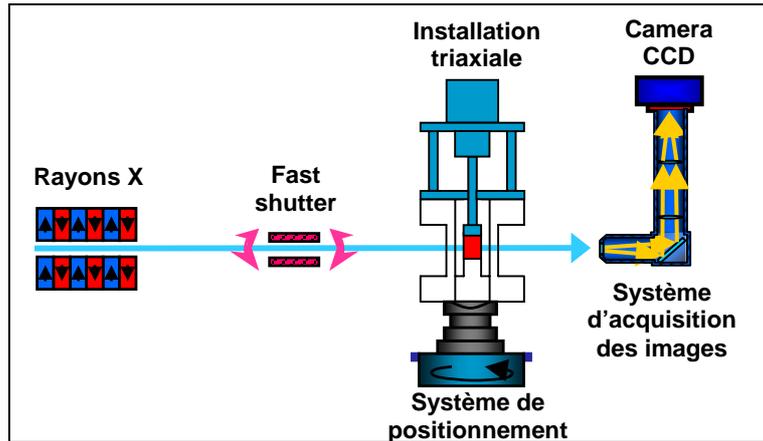


Figure 4.2 : Schéma de principe de l'ensemble du système sur la ligne synchrotron.

### 4.1.3 Caractéristiques de tomographie RX

Le faisceau utilisé est un faisceau de lumière « blanche » (i.e. polychromatique) afin de disposer du flux maximal disponible de photons et ainsi réduire le plus possible le temps d'acquisition. Pour éviter le phénomène de *beam hardening* inhérent à l'utilisation d'un faisceau polychromatique (voir paragraphe 3.1.4), le faisceau est filtré en amont avec un ou plusieurs morceaux de polymère afin d'absorber les photons de basses énergies. Le faisceau est généré par un *wiggler* à 11 pôles. L'énergie est comprise entre 50 et 70 keV afin de posséder une énergie assez haute pour traverser la cellule triaxiale, le fluide de confinement et l'échantillon, et assez basse pour conserver un bon contraste dans les images.

Les détecteurs sont des caméras CCD 2D qui permettent de combiner haute résolution et temps d'acquisition court avec un excellent rapport signal/bruit. Elles ont une résolution de 14  $\mu\text{m}$ . Le grandissement étant de 1, la résolution de mesure est directement la résolution du détecteur. Ainsi, un voxel dans notre étude est un cube de dimensions 14 x 14 x 14  $\mu\text{m}^3$ .

Les différences entre les campagnes sur la marne de Beaucaire et sur l'argilite de l'Est concernent les caméras, le temps d'acquisition et la taille du faisceau. Pour la marne, le détecteur utilisée est une caméra CCD FRELON (Fast REad Out Low Noise) développée à l'ESRF, qui possèdent une fenêtre de 2048 X 2048 pixels. Les avancées technologiques en l'espace d'un an ont fait que nous avons pu utiliser pour l'argilite de l'Est, une caméra dont le temps d'acquisition est plus court (caméra CCD DALSTAR, fenêtre de 1024 X 1024 pixels). Combinée à des améliorations dans l'architecture du système d'acquisition, cette caméra a permis d'obtenir des temps d'acquisition deux fois plus rapide. Pour obtenir une section complète, 1200 radiographies étaient réparties sur 180°. Le temps d'exposition (temps d'acquisition à chaque angle de mesure) était respectivement pour la marne de Beaucaire et pour l'argilite de l'Est, de 0.08 s et de 0.04 s. De plus, les moteurs utilisés pour l'argilite sont plus rapides et permettent notamment de réduire les temps de translation entre chaque section. En pratique avec l'ensemble des mouvements nécessaires, la mesure d'une section a pris 5 min pour la marne et 2.5 min pour l'argilite. Le faisceau est très faiblement divergent. Néanmoins, plus son ouverture angulaire verticale est grande, moins on se retrouve dans les conditions idéales pour les reconstructions d'images. L'amélioration des méthodes de reconstruction sur la ligne ID15 combinée aux enseignements des campagnes sur la marne, ont permis d'utiliser un faisceau d'épaisseur plus importante pour l'argilite. L'épaisseur est de

1.79 mm pour la marne et de 3.65 mm pour l'argilite ainsi une section est composée respectivement de 128 et 261 coupes. Le faisceau a respectivement une largeur de 28 mm et de 14 mm afin de couvrir entièrement la largeur de l'échantillon. Pour l'argilite de l'Est, la combinaison d'un temps d'acquisition plus court, d'un nombre plus important de coupes par section et de dimensions d'échantillons plus petites, a permis à chaque étape de mesure, de scanner l'échantillon dans son intégralité et en seulement 15 minutes. Le tableau 4.1 est un récapitulatif des différentes caractéristiques des campagnes sur la marne de Beaucaire et sur l'argilite de l'Est.

	<b>Marne de Beaucaire</b>	<b>Argilite de l'Est</b>
<b>Résolution spatiale</b>	14 $\mu\text{m}^3$	14 $\mu\text{m}^3$
<b>Energie moyenne du faisceau</b>	50 à 60 keV	50 à 60 keV
<b>Taille du faisceau</b>	28 x 1.79 mm <sup>2</sup>	14 x 3.65 mm <sup>2</sup>
<b>Type de caméra</b>	Frelon (2048x2048 pixels)	Dalstar (1024x1024 pixels)
<b>Nombre de coupes par section</b>	128	261
<b>Temps de mesure pour une section</b>	5 min	2.5 min

Tableau 4.1 : Récapitulatif des caractéristiques de tomographie RX.

#### 4.1.4 Caractéristiques des images

Le paramètre mesuré est le coefficient d'atténuation massique ( $\mu/\rho$  en  $\text{cm}^2/\text{g}$ ) i.e. un pixel dans les images reconstruites représente la moyenne du coefficient d'atténuation massique de la matière contenue dans le voxel. Les valeurs des coefficient d'atténuation massique en fonction de l'énergie sont disponibles sur internet (voir paragraphe 3.1.2). Dans notre cas, le faisceau utilisé a une énergie de 50-70 keV. Le spectre en énergie est généralement donné en terme de pic. En fait, le spectre est continu et l'énergie où l'intensité est maximale correspond typiquement à moins de la moitié de la valeur du pic (Ketcham et al 2001). Dans notre cas, les valeurs de coefficient d'atténuation massique mesuré correspondent à une énergie de l'ordre de 30 keV. Ainsi, nous avons récupéré les valeurs de coefficient d'atténuation massique correspondant aux différentes inclusions afin de pouvoir les différencier. Pour une énergie de 30 keV, la valeur du coefficient d'atténuation massique de la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ) est  $1.85 \text{ cm}^2/\text{g}$ , du quartz ( $\text{SiO}_2$ )  $0.87 \text{ cm}^2/\text{g}$  et de la pyrite ( $\text{FeS}_2$ )  $4.94 \text{ cm}^2/\text{g}$ .

La reconstruction des images a été effectuée à l'aide d'algorithmes développés par Di Michiel (chercheur sur la ligne ID15 de l'ESRF) et basés sur la méthode de *Filtered Back Projection* (voir paragraphe 3.1.2). Elles ont été effectuée à l'ESRF car la reconstruction nécessite d'importants moyens informatiques. De plus, elles demandent beaucoup de temps. Dans le cas de l'argilite de l'Est, il a fallu en moyenne 2-3 jours pour reconstruire une étape de mesure de la globalité de l'échantillon (sans compter les temps très longs de transfert dus à la taille importante des données et les divers problèmes informatiques). Les images brutes sont des images 32 bit Real, sous format .edf (*European Data Format*), format d'échange et de stockage créé dans le domaine de l'imagerie médicale à la fin des années 80. Leur taille est importante : 3.3 Mo par coupe. Dans le cas de l'argilite de l'Est, l'échantillon en entier représente 4.5 Go de données. Les moyens informatiques sont limités ainsi pour pouvoir traiter les images, il est nécessaire de réduire leur taille. Elles ont été transformées en image 8 bit i.e. images en 256 niveaux de gris et enregistrées sous format .raw (format de photo

sans perte d'informations et permettant de réunir plusieurs coupes en un seul fichier). Pour cela, il est nécessaire de choisir des valeurs dans les images 32 bit qui correspondront aux bornes de l'échelle de niveaux de gris. Tous les pixels ayant une valeur inférieure à la borne inférieure auront 0 comme valeur dans les images 8-bit et ceux ayant une valeur supérieure à la borne supérieure auront 255 comme nouvelle valeur. Les pixels dont les valeurs sont comprises entre les deux bornes auront des nouvelles réparties entre les 254 niveaux de gris restants. Le choix est important car il peut masquer des informations en donnant une valeur identique dans les images 8 bit à des éléments différents ou en moyennant les valeurs (diminution du contraste) si les bornes sont trop éloignées. L'ensemble des sections sont ensuite « collées » entre elles afin d'obtenir la globalité de l'échantillon. L'ensemble des traitements et des analyses d'images a été effectué à l'aide de ImageJ, logiciel développé par le National Institutes of Health (USA) dans le cadre de la tomographie médicale. Il est disponible gratuitement sur internet à l'adresse suivante : <http://rsb.info.nih.gov/ij/>. Son principal avantage excepté qu'il soit gratuit et développé pour la tomographie RX, est qu'il est en *open source* (écriture en JAVA). Ainsi, de nombreux programmes (*plugin*) ont été développés par l'ensemble des utilisateurs. Les limites du logiciel concerne la taille des données prises en compte (limité à 1.5 Go de données) ce qui peut parfois être limitant avec la manipulation de fichiers de taille importante. Il est adapté pour les images 2D mais pas pour les reconstructions en 3D. Les images en trois dimensions ont été reconstruites à l'aide du logiciel Amira (logiciel commercial, [www.amiravis.com](http://www.amiravis.com)) au sein du laboratoire de Génie Physique et Mécanique des Matériaux de Grenoble avec L. Salvo et A. Vagnon. L'ensemble des traitements d'images est illustré dans l'annexe 4.1.

## 4.2 DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX

Dans le cadre de cette thèse, nous avons conçus et réalisés trois dispositifs originaux permettant de combiner les spécificités des mesures tomographiques sur une ligne synchrotron et des essais sur les roches argileuses. Afin d'adapter au mieux les dispositifs aux spécificités requises, nous avons travaillé en collaboration avec M. Kretzschmer responsable technique de la ligne ID15 de l'ESRF, F. Brogi technicien au Dipartimento di Ingegneria Strutturale e Geotecnica de l'Université de Rome « La Sapienza » et la société Composants Systèmes et Précisions (CSP) basée à Compiègne.

Les deux premiers dispositifs ont été développés pour étudier la marne de Beaucaire. Le premier appelé *microtomotriax1*, comporte un chargement manuel et permet d'effectuer des essais non consolidés, non drainés. Le deuxième (*microtomotriax2*) a permis d'apporter de nettes améliorations notamment, il comporte un dispositif de chargement automatique. Il permet d'effectuer des essais de compression drainés ou non drainés, précédés d'une phase de consolidation. Le troisième (*microtomotriax3*) a été conçu pour étudier l'argilite de l'Est. Comme pour *microtomotriax2*, il possède un dispositif de chargement automatique et permet d'effectuer uniquement des essais non consolidés et non drainés car la faible perméabilité du matériau implique des temps d'essais (plusieurs semaines) incompatibles avec le temps alloué dans un synchrotron (quelques jours). Les capacités des dispositifs permettent d'appliquer des sollicitations assez importantes pour pouvoir étudier différents comportements des matériaux (i.e. fragile et transition fragile/ductile pour les deux matériaux et ductile pour la marne de Beaucaire). Les cellules ont des capacités de 1 MPa de confinement pour la marne et de 10 MPa pour l'argilite (proche des conditions in situ, à savoir 11 MPa de contraintes moyennes totales). Les échantillons sont des cylindres de 20 mm de diamètre pour la marne et 10 mm pour l'argilite, et d'élancement 2 (élancement standard pour les essais triaxiaux).

### 4.2.1 Spécificités d'une installation triaxiale sur une ligne synchrotron

Les principales différences avec une installation triaxiale classique sont que la cellule de confinement doit être transparente aux rayons X et supporter les efforts de confinement et de chargement axial. Les rayons X vont traverser les parois de la cellule, le fluide de confinement, la membrane et l'échantillon. La cellule tout comme le fluide de confinement et la membrane, doit atténuer le moins possible les rayons X afin de fournir assez d'informations au détecteur. De plus, la méthode de mesure est axisymétrique (voir paragraphe 3.1.2), la meilleure forme pour la cellule est un cylindre. Enfin, une installation classique possède une série de tirants afin de reprendre les efforts de chargement déviatoire. Leur présence est particulièrement néfaste car ils se trouveraient dans le champ de mesure tomographique. La figure 4.3 illustre l'effet néfaste de tirants sur les images tomographiques. La cellule doit donc être de forme cylindrique et réalisée dans un matériau transparent aux rayons X ayant une résistance mécanique suffisante pour supporter l'ensemble des sollicitations mécaniques (pression de confinement et efforts de traction dus à la nécessité de reprendre le chargement déviatoire). Notons que les dimensions des parois de la cellule, sont un compromis entre la capacité à supporter l'ensemble des efforts et la minimisation de l'atténuation des rayons par la cellule.

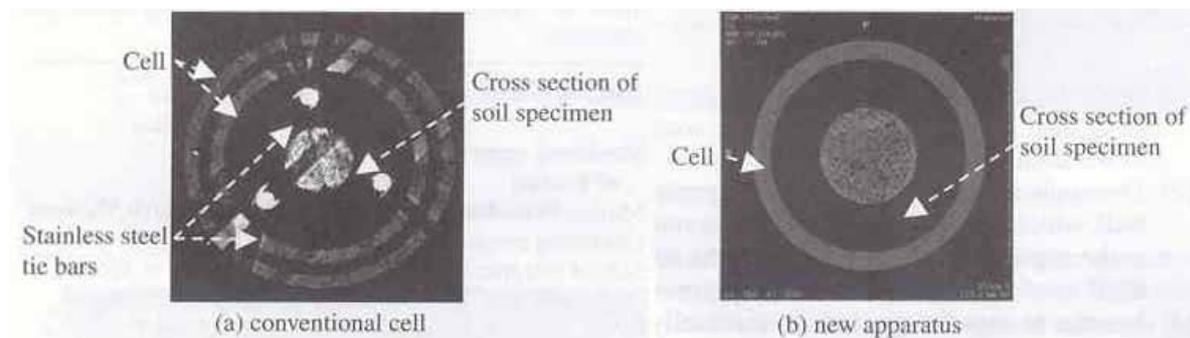


Figure 4.3 : Effet néfaste des tirants dans les images tomographiques. Avec tirants à gauche et sans à droite (Otani et al. 2002a).

D'autres spécificités ont dû être prises en compte au niveau de la rotation de l'ensemble. Les conditions de mesure doivent être les plus stables possibles sous peine d'artéfact. Dans notre cas, la stabilité concerne les vibrations générées lors de la rotation de l'échantillon. Les déplacements induits par les vibrations doivent être inférieures à la résolution de mesure. Une bonne compacité du dispositif est alors nécessaire et les moteurs du système de positionnement doivent être stables et extrêmement précis. Ce type de moteur est limité en capacité de poids ce qui implique de concevoir une installation (cellule et système de chargement) la plus légère possible. Dans notre cas, les moteurs pouvaient supporter une charge maximale de 35 kg. Enfin, l'exposition aux rayons X étant dangereuse pour l'utilisateur, l'ensemble du dispositif réside dans une pièce (dont les murs sont en plomb), ce qui nécessite de pouvoir le contrôler à distance.

De plus, il a fallu prendre en compte les spécificités dues aux essais triaxiaux sur des matériaux saturés : mise en place des différentes mesures notamment la mesure de pression de pore au plus près de l'échantillon, pierre poreuse à l'interface drainage/échantillon, étanchéité assurée au niveau de la membrane entre le fluide de confinement et l'échantillon, etc. Le problème principal de conception est survenu pour le

système automatique de chargement axial (*tomotriax2* et *tomotriax3*). En effet, les essais sur des matériaux à faible perméabilité tels que les argilites, nécessitent une vitesse de chargement déviatoire très lente afin de permettre de dissiper au mieux les surpressions interstitielles engendrées par le chargement. Les différents essais effectués sur ce type de matériau au sein de l'équipe (par exemple Charrier et al. (2004), Marelllo (2004) et Coll (2005)) nous ont prouvé grâce à des mesures d'excès de pression de pores lors d'essais drainés, que les vitesses de cisaillement devaient être très basses et que même de l'ordre de quelques microns par minute, un essai drainé (notamment sur des échantillons de plus petites tailles) n'était en fait que pseudo drainé. De plus, les argilites du fait de leur résistance, nécessitent l'application d'importantes valeurs de contraintes déviatoires. Le problème a donc été de combiner forte capacité de chargement en terme de contrainte, et une vitesse de chargement relativement lente. Les valeurs de vitesse choisies ont été de l'ordre du micron par minute et 10 kN de capacité en force appliquée. La vitesse et la capacité ont été choisies d'après la littérature (Chiarelli (2000), Escoffier (2002) et Fabre (2005)). En plus, le système devait être le plus léger possible et compact afin de limiter les vibrations de l'ensemble lors de la rotation nécessaire aux mesures. Finalement, il a été développé en partenariat avec Composants Systèmes et Précisions (CSP), entreprise basée à Compiègne. Basé sur le principe de vis/écrou, il est composé d'une vis à rouleaux satellites (permettant d'allier précision et capacité de chargement), de deux réducteurs de vitesses x1000, d'un moteur à courant continu et d'un compteur électronique de tour pour l'asservissement (figure 4.4). Il permet d'obtenir une vitesse minimale de chargement de 0.1  $\mu\text{m}/\text{min}$  (100  $\mu\text{m}/\text{min}$  en vitesse maximale), d'appliquer une force de 7.5 kN (soit en contrainte, 95 MPa sur un échantillon de 10 mm de diamètre) et ne pèse qu'une vingtaine de kilos. Il est asservi en vitesse ou en force. Notons que le dispositif servira à la fois pour le volet d'étude avec la microtomographie et pour le dispositif de mesure de perméabilité sur des échantillons de taille millimétrique.

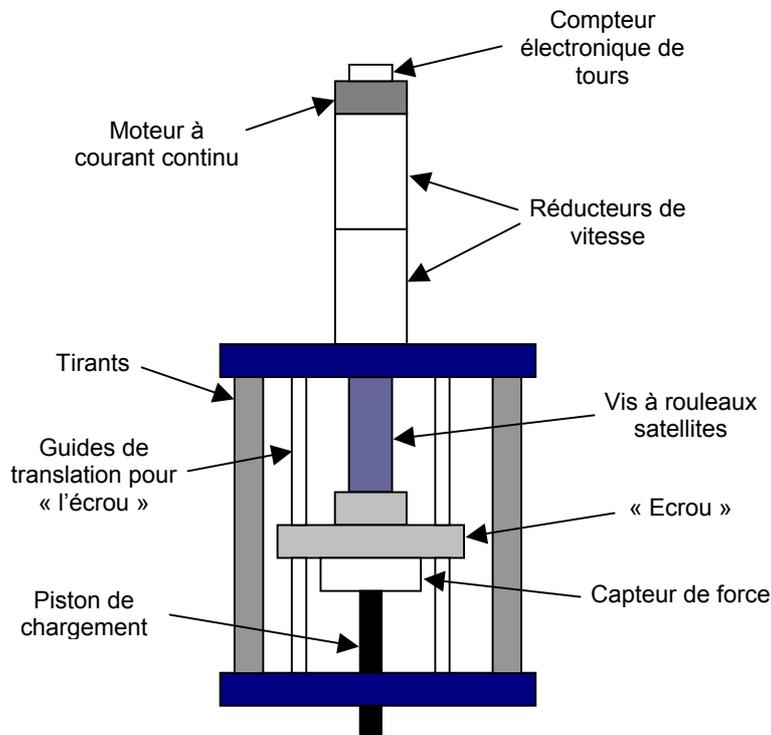


Figure 4.4 : Schéma de principe du dispositif de chargement axial.

#### 4.2.2 La cellule *microtomotriax1*

La cellule *microtomotriax1* est la première installation créée et permet d'effectuer des essais triaxiaux non consolidés, non drainés sur la marne de Beaucaire. Elle est assez rudimentaire au niveau du dispositif de chargement et de l'ensemble des mesures car nous avons eu seulement un mois pour la concevoir et la réaliser. Elle a été particulièrement utile pour découvrir et appréhender l'ensemble des spécificités à prendre en compte dans l'élaboration de tels dispositifs expérimentaux.

La figure 4.5 montre l'ensemble du dispositif en place sur la ligne synchrotron. L'ensemble des pièces sont en aluminium dans un souci de gain de poids, exceptée la cellule de confinement (6). Elle est faite en plexiglas, matériau possédant d'excellentes qualités optiques pour la tomographie. Elle a une capacité de 1MPa et les parois font 5 mm d'épaisseur. La pression de confinement est appliquée par pression de gaz sur le fluide de confinement, grâce à une bouteille d'air comprimé. L'arrivée de pression est placée dans la partie supérieure de la cellule (8). Notons qu'un usinage classique ne permet pas d'obtenir une qualité de surface suffisante pour les images tomographiques. Afin de polir au mieux la surface, la cellule a été recouverte d'une huile spécifique et subi un dernier passage au tour. Cette étape a été effectuée à l'atelier de l'ESRF. La membrane entourant l'échantillon est en latex et a une épaisseur de deux dixièmes de millimètres afin de ne pas d'atténuer au minimum les rayons. Deux O-ring placés sur la membrane au niveau des têtes d'échantillon, permettent d'assurer l'étanchéité entre le fluide de confinement et l'échantillon (7). Le fluide de confinement est de l'eau distillée. Une huile hydraulique fut essayée en premier lieu car elle est moins absorbante que de l'eau pour les rayons X. Néanmoins, elle endommage au fur et à mesure de l'essai la membrane en latex qui alors ne peut plus assurer l'étanchéité entre le fluide de confinement et l'échantillon. Notons qu'une attention particulière est nécessaire lors du remplissage de la cellule afin de minimiser la formation de bulles d'air sources d'artéfacts dans les images finales.

Le dispositif de chargement axial est un système vis/écrou manœuvré à la main (5). Il permet d'appliquer le chargement par l'intermédiaire d'un piston en contact avec un disque d'aluminium placé sur le haut de l'échantillon. A son extrémité du côté échantillon, le piston possède une boule afin d'avoir des conditions de libres rotations en tête d'échantillon. Le chargement est effectué par palier. Des conditions d'antifrettage aux extrémités de l'échantillon sont assurées grâce à l'utilisation d'une graisse entre les faces de l'échantillon et les embases.

L'acquisition des mesures est manuelle. La mesure de la force axiale appliquée est mesurée à l'aide d'un anneau dynamométrique couplé à un comparateur, qui est intercalé entre le piston et la vis de chargement (4). Le déplacement axial est mesuré à l'aide d'un comparateur solidaire du piston (3) et la pression de confinement, à l'aide du manomètre de la bouteille d'air comprimé.

L'utilisation de *microtomotriax1* a permis de valider la combinaison d'essais triaxiaux et de mesures tomographiques sur des matériaux argileux et ainsi, de confirmer l'utilité de développer un dispositif plus sophistiqué à savoir : application d'un chargement automatique continu et asservi en déplacement, acquisition informatique de l'ensemble des mesures et mise en place d'un système de drainage afin d'effectuer des essais drainés ou non drainés, précédés d'une phase de consolidation.

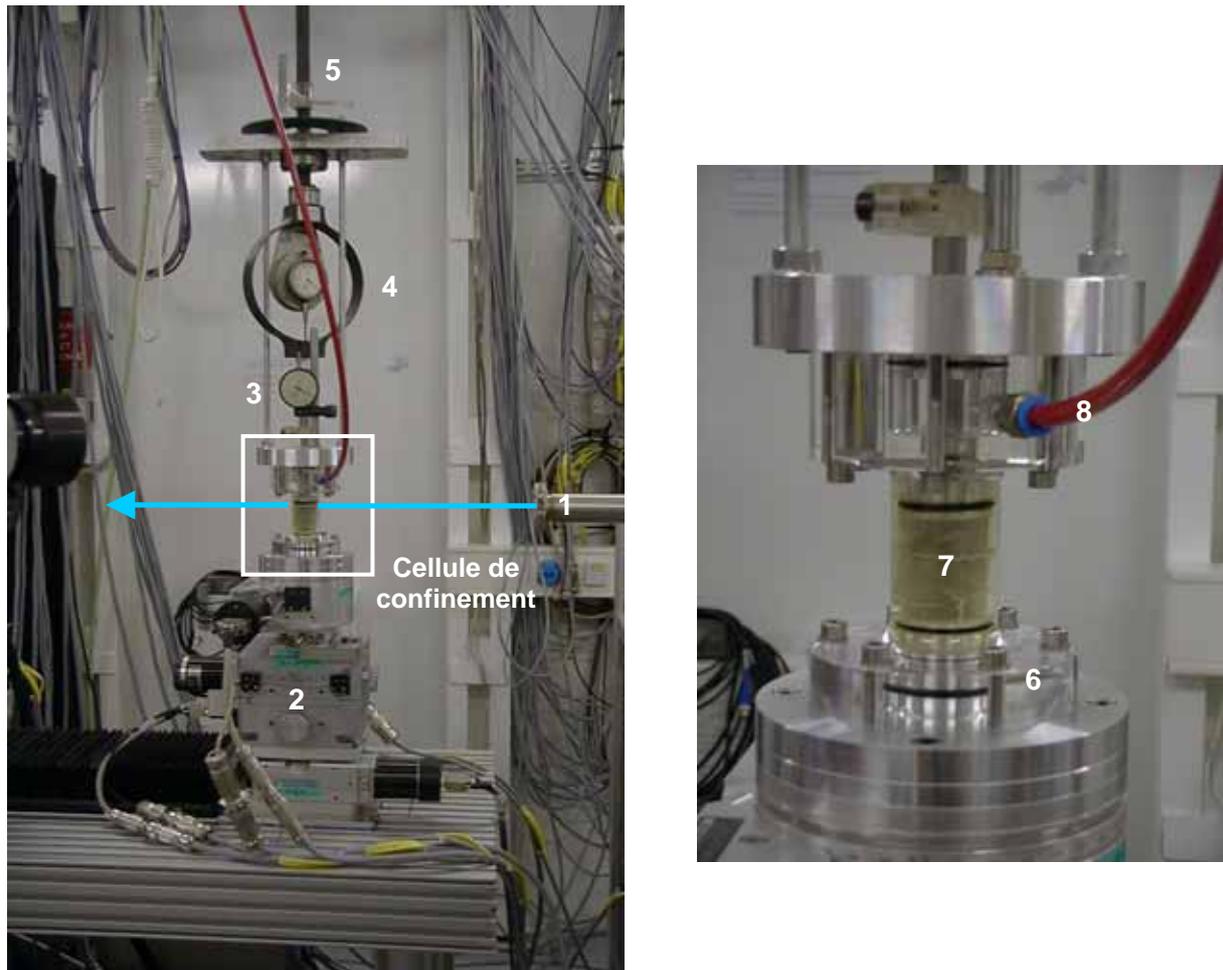


Figure 4.5 : Dispositif microtomotriax1 en place sur la ligne synchrotron (à gauche). Zoom sur la cellule de confinement (à droite). (1) source rayons X, (2) système de positionnement, (3) comparateur pour la mesure de déplacement axial, (4) anneau dynamométrique pour la mesure de la force axiale appliquée, (5) vis de chargement, (6) cellule en plexiglas, (7) échantillon dans une membrane en latex et (8) arrivée de la pression de confinement. La flèche représente les rayons X.

#### 4.2.3 La cellule *microtomotriax2*

La cellule *microtomotriax2* est le dispositif le plus complet des trois. Elle possède un système de chargement automatique et l'acquisition informatique des mesures. De plus, elle permet d'effectuer des essais consolidés drainés ou non drainés grâce à un circuit de drainage avec mesures de pression interstitielle et de variation volumique. Le drainage ne s'effectue que d'un côté de l'échantillon (en bas) car un drainage par les deux faces de l'échantillon aurait nécessité la présence d'un capillaire dans le champ des rayons X, source d'artefacts importants dans les images. Une pierre poreuse en céramique est placée au contact de l'échantillon. La figure 4.6 présente le schéma de principe de l'installation et la figure 4.8 montre le système en place sur la ligne synchrotron.

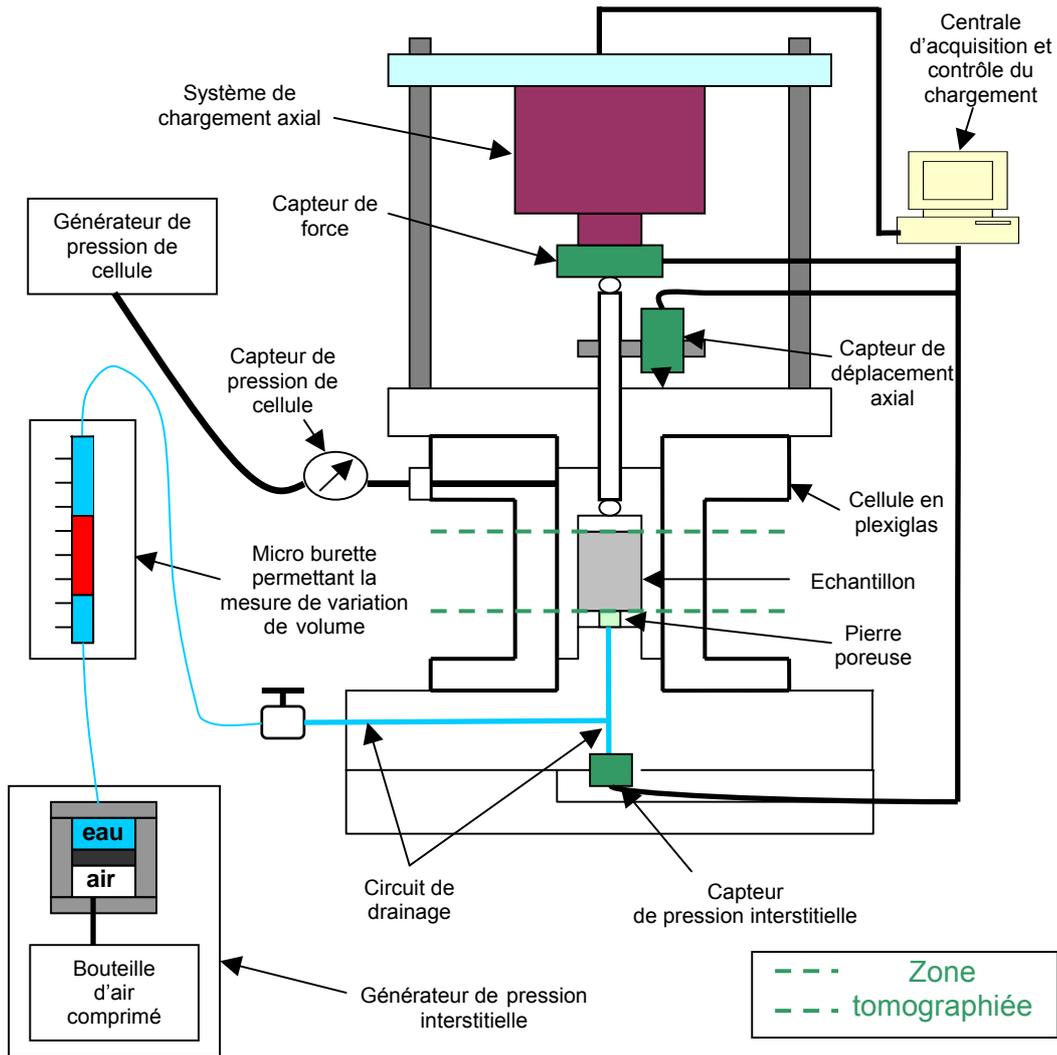


Figure 4.6 : Schéma de principe de microtomotriax2.

Les points communs avec *microtomotriax1* sont l'utilisation de la même cellule de confinement en Plexiglas, de l'eau distillée comme fluide de confinement, d'une membrane en latex avec deux O-rings en pied et en tête d'échantillon, le système d'application de la pression de confinement, les conditions d'antifrettage et dans un souci de gain de poids, l'utilisation d'aluminium pour l'ensemble des pièces (exceptée la cellule de confinement et l'embase inférieure qui sont en Plexiglas). L'embase inférieure est en Plexiglas afin de détecter visuellement d'éventuelles bulles d'air dans le circuit de drainage et ainsi s'assurer de la saturation du circuit.

Le fluide interstitiel est de l'eau distillée préalablement désaérée. La pression interstitielle est générée grâce à une bouteille d'air comprimé via une interface air/eau en néoprène (pression maximale : 1MPa). Une vanne est placée dans le circuit de drainage (sur la cellule) afin de fermer le circuit pour les essais non-drainés. La vanne utilisée est de type B-41S2 (Swagelock) car elle n'engendre que des variations minimales de volume lors de la fermeture.

L'ensemble des mesures est enregistré via un conditionneur, par une carte d'acquisition externe branchée directement sur le port USB d'un ordinateur portable qui assure en même temps le contrôle du dispositif de chargement. Le logiciel de gestion est LabView (National Instrument). Les différentes mesures effectuées sont :

- force axiale appliquée, grâce à un capteur HBM (type C2) de capacité 1 kN, intercalé entre le piston et le système de chargement.
- déplacement axial, grâce à un LVDT RDP (type D5/100AG) solidaire du piston.
- pression de confinement grâce à un capteur ENTRAN (type EPXN-N01) de capacité 1MPa, placé à l'entrée de la cellule.
- pression interstitielle grâce à un capteur ENTRAN (type EPXN-N03) de capacité 1MPa, placé dans l'embase au plus près de l'échantillon afin de réduire le volume mort, ce qui nécessita un capteur miniature pour des problèmes d'encombrement.

Les variations de volume de l'échantillon sont mesurées grâce à un système développé par F. Brogi (Rome) et placé dans le circuit de drainage. Il est composé de plusieurs vannes et d'une microburette où réside un volume de pétrole (non miscible avec l'eau) (figure 4.7). La mesure consiste à mesurer le volume de fluide interstitiel absorbé ou expulsé par l'échantillon en mesurant les mouvements du pétrole dans la burette. Notons que ces mesures ne sont pas très précises car elles proviennent d'une lecture directe du ménisque de pétrole. Néanmoins, elles le sont assez pour avoir une bonne idée du comportement volumique global et notamment pour suivre les phases de consolidation.

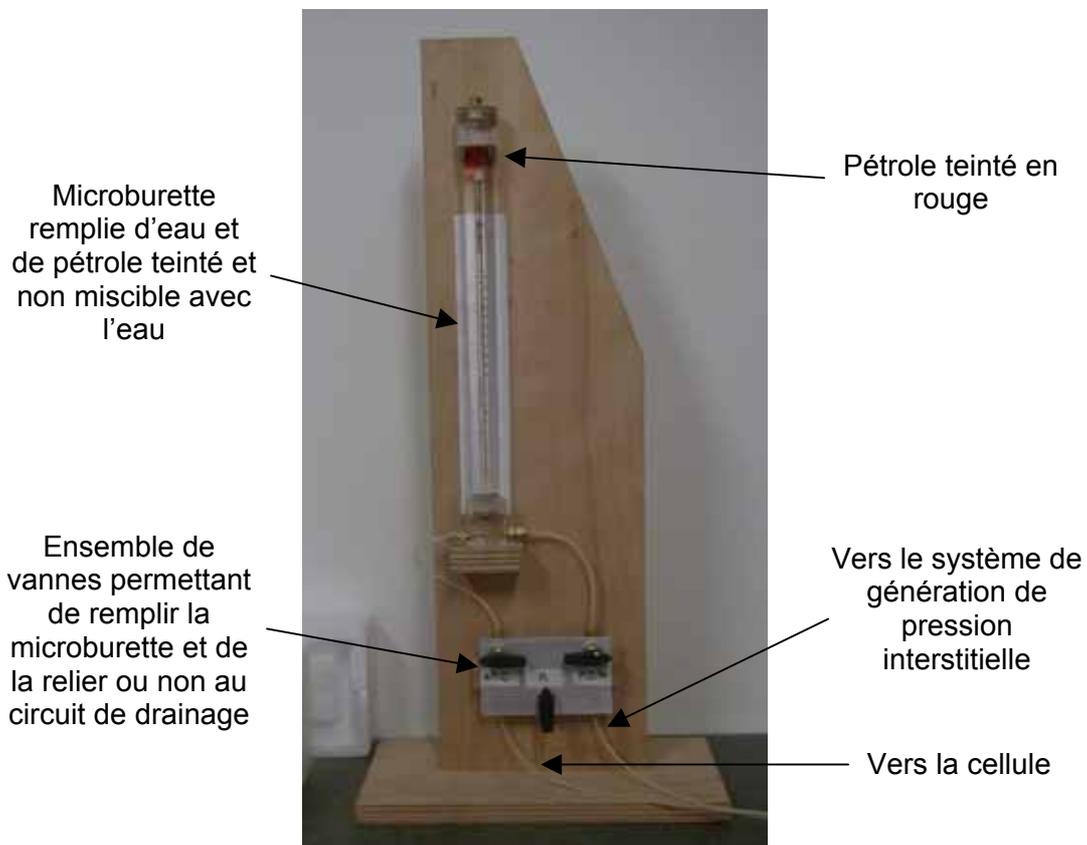


Figure 4.7 : Système de mesure de la variation volumique à l'aide d'une microburette.

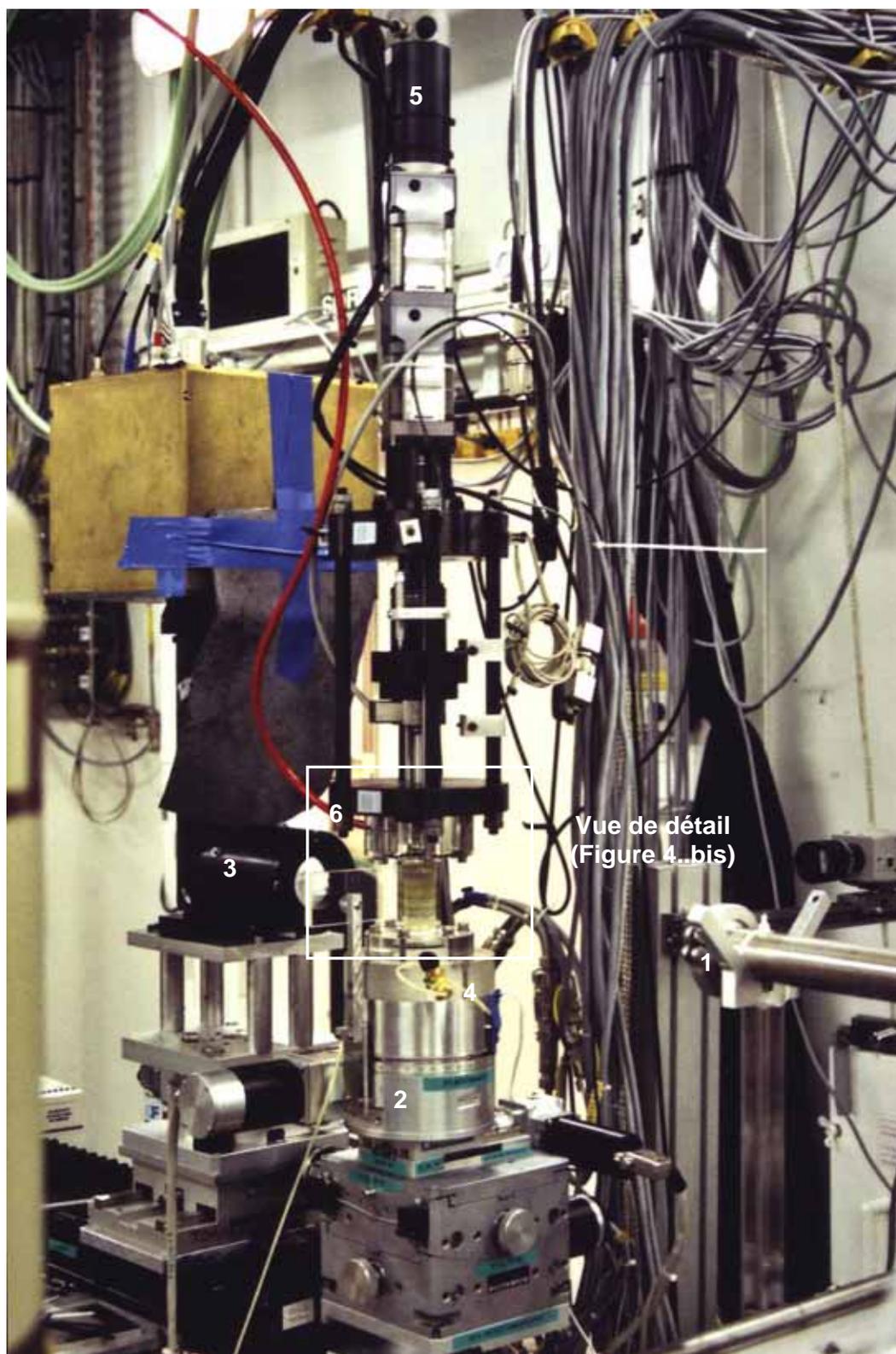


Figure 4.8 : Dispositif microtomotriax2 en place sur la ligne synchrotron. (1) source de rayons X, (2) système de positionnement, (3) système d'acquisition des images, (4) circuit de drainage avec vanne pour permettre des conditions non drainés, (5) système de chargement et (6) arrivée de la pression de confinement.

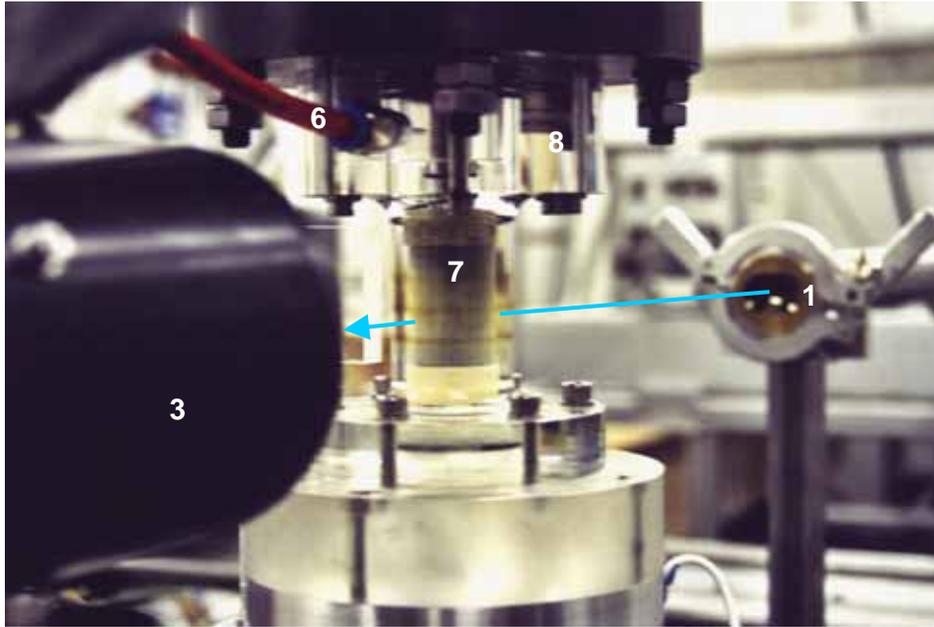


Figure 4.8.bis : Vue de détail de la figure 4.8. (3) système d'acquisition des images, (6) arrivée de la pression de confinement, (7) échantillon dans une membrane en latex et (8) cellule en plexiglas. La flèche représente les rayons X.

#### 4.2.4 La cellule *microtomotriax3*

La cellule *microtomotriax3* (figure 4.9) est prévue pour effectuer des essais non drainés (et sans phase de consolidation) sur l'argilite de l'Est ce qui nécessite un confinement plus important que pour la marne. La pression de confinement choisie étant de 10 MPa, la cellule (7) n'est pas en plexiglas mais en polycarbonate, matériau possédant de bonnes qualités optiques pour les rayons X et plus résistant que le plexiglas. Une étape de polissage de la surface, identique à celle menée sur la cellule en Plexiglas (huile et passage au tour) a été effectuée à l'atelier de l'ESRF. La cellule est plus compacte grâce à une hauteur d'échantillon moins haute (10 mm au lieu de 20), ses parois sont plus épaisses (10 mm au lieu de 5) et l'arrivée de fluide de confinement est placée dans l'embase inférieure (5) (et non dans la partie supérieure de la cellule pour ne pas créer de zone de faiblesse). La pression de confinement est appliquée à l'aide d'une pompe Gilson (Type 305). Notons que la pompe a été choisie afin de servir de générateur de pression de confinement pour la cellule triaxiale avec mesure de perméabilité (voir chapitre 7). Ainsi, elle permet d'appliquer des pressions supérieures à 10 MPa (capacité de 60MPa).

Une autre modification par rapport à *microtomotriax1 et 2*, est la nature de la membrane (6). Elle est en néoprène (épaisseur 0.5 mm) et ce pour deux raisons. D'une part, le latex devient poreux à plus hautes pressions et d'autre part, pour des raisons de sécurité, le fluide de confinement est de l'huile hydraulique (fluide moins compressible que l'eau) qui endommagerait une membrane en latex. Enfin, l'ensemble des pièces est en aluminium sauf la cellule et les disques en pied et en tête d'échantillon, qui sont en acier afin d'éviter l'enfoncement éventuel de l'échantillon dans les embases en aluminium.

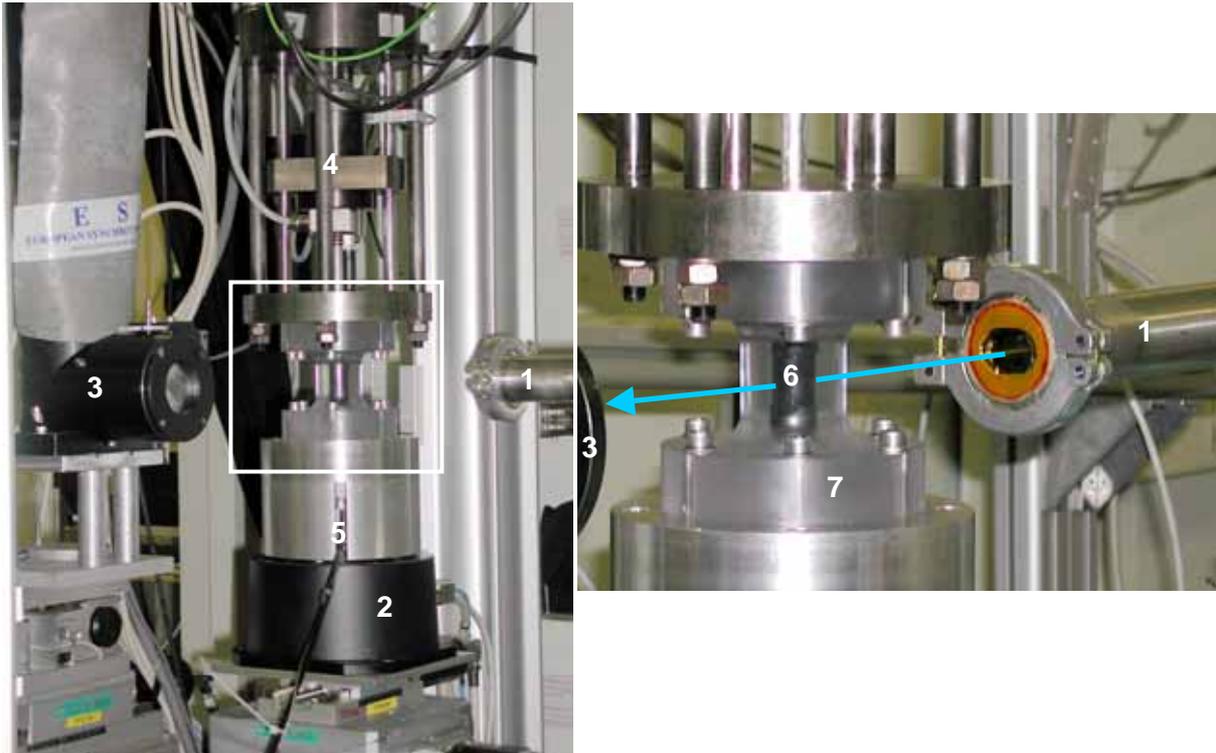


Figure 4.9 : Dispositif *microtomotriax3* en place sur la ligne synchrotron (à gauche). Zoom sur la cellule de confinement (à droite). (1) source rayons X, (2) système de positionnement, (3) système d'acquisition des images, (4) système de chargement, (5) arrivée de la pression de confinement, (6) échantillon dans une membrane en néoprène et (7) cellule en polycarbonate. La flèche représente les rayons X.

L'acquisition des mesures et le contrôle de l'essai sont identiques à *microtomotriax2*. Seuls les capteurs (excepté pour la mesure de déplacement axial) ont été changés en raison des plus grandes valeurs des grandeurs mesurées. La force axiale appliquée est mesurée par un capteur de force HBM (type C2) de capacité 10 kN et la pression de confinement, en enregistrant directement le signal donné par le capteur interne de la pompe (capteur servant à l'asservissement de la pompe).

Notons que la cellule *microtomotriax3* est un dispositif de chargement adapté à la microtomographie sur une ligne synchrotron, unique d'un point de vue capacités et vitesse de chargement. Ainsi, elle fut utilisée lors d'une campagne synchrotron menée par Ersan Ustundag, chercheur à l'Iowa State University (USA), afin d'effectuer des essais de compression simple avec mesures microtomographiques, sur des matériaux composés de verre et d'acier (Demetriou et al. 2006).

### 4.2.5 Bilan

Trois installations triaxiales complètes ont été réalisées dans le cadre de ce travail de thèse afin d'étudier la marne de Beaucaire et l'argilite de l'Est sur une ligne synchrotron. Elles permettent de combiner essais triaxiaux et mesures microtomographiques sur des roches argileuses saturées sous chargement déviatoire. La tableau 4.2 résume les principales caractéristiques des différents dispositifs.

	<b>Microtomotriax1</b>	<b>Microtomotriax2</b>	<b>Microtomotriax3</b>
<b>Matériau d'étude</b>	marne	marne	argilite
<b>Conditions d'essai</b>	UU	CD et CU	UU
<b>Capacité confinement</b>	1 MPa	1 MPa	10 MPa
<b>Taille d'échantillon (<math>\varnothing</math> et h)</b>	20 et 40 mm	20 et 40 mm	10 et 20 mm
<b>Matériau de cellule</b>	plexiglas	plexiglas	polycarbonate
<b>Fluide de confinement</b>	eau distillée	eau distillée	huile hydraulique
<b>Nature de la membrane</b>	latex	latex	néoprène
<b>Système de chargement axial</b>	manuel	automatique	automatique
<b>Acquisition de mesures</b>	manuelle	automatique	automatique

*Tableau 4.2 : Principales caractéristiques des cellules microtomotriax. Dans les conditions d'essai, la première lettre indique si l'essai est consolidé (C) ou non consolidé (U) et la deuxième lettre si l'essai est drainé (D) ou non drainé (U).*

### 4.3 STOCKAGE ET PREPARATION DES ECHANTILLONS

Le point commun entre la tomographie RX et l'installation triaxiale avec mesure de perméabilité développée dans le cadre cette thèse est la « petite » taille des échantillons par rapport à la taille standard. Les échantillons d'argilites de l'Est que nous avons utilisés sont des cylindres de 10 mm avec un élanement 2 (la taille standard est 40 mm de diamètre, élanement 2). Le but étant d'étudier l'endommagement et l'évolution de la perméabilité en cours d'essai triaxial, il est impératif que les échantillons soient « intacts » en début d'essai i.e. le moins perturbés possible par le mode de préparation. Les techniques habituelles de découpe comme le carottage ou le tour sont alors trop brutales pour des échantillons d'une telle taille. Le risque est de créer une fissuration non représentative du matériau dans son état naturel. Nous avons utilisé une scie à fil diamantée au CEA à Grenoble (Equipe Service d'Application des Traceurs). Cette technique sur le principe du « fil à couper le beurre » permet de couper une grande variété de matériaux sans les perturber. Le fil diamanté est tendu entre deux tambours. Il est alternativement enroulé sur un des tambours. Le mouvement du fil entre les deux tambours permet de couper la matière. Un dispositif spécifique a été développé à notre demande par l'entreprise Salodini (Suisse), permettant de générer des cylindres de petites tailles. Le principe consiste à faire tourner la matière autour du fil. La figure 4.10 montre le système de générations de cylindre en place sur la scie à fil. Le fil diamanté est tendu entre deux tambours et guidé par deux guides-fil placés au plus près de la matière. La matière est solidaire d'un plateau dont la rotation permet de faire tourner la matière autour du fil en mouvement et ainsi générer les cylindres.

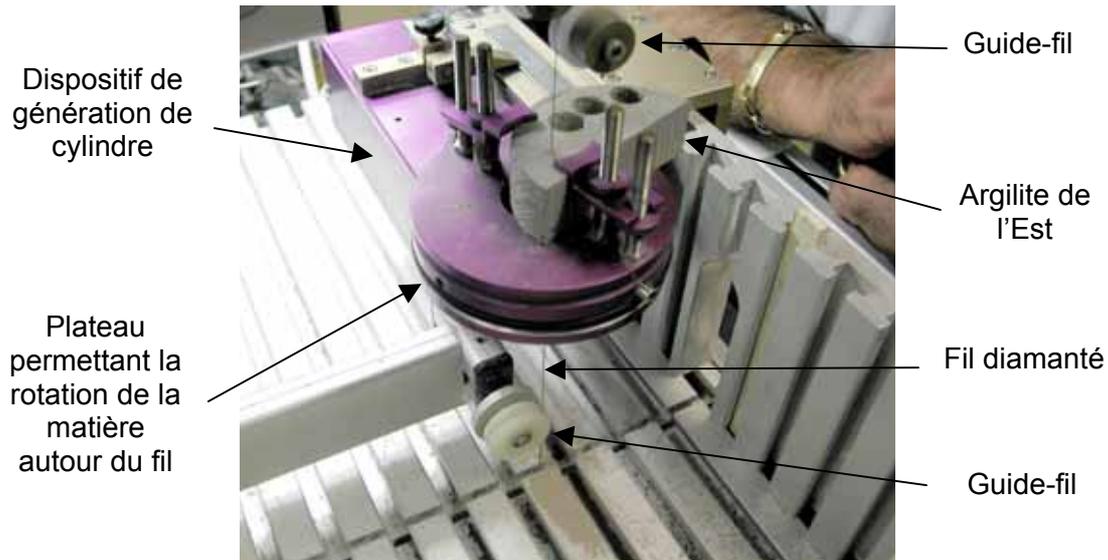


Figure 4.10 : Dispositif de générations de cylindres en place sur la scie à fil.

Une grande attention a été apportée à la minimisation de la perte de saturation lors de l'ouverture des cellules de conditionnement et de la découpe des échantillons. La découpe à la scie à fil a été faite à sec. Entre les différentes phases, le matériau est protégé de l'air ambiant par plusieurs couches de film cellophane et placé dans une boîte remplie de sable « très légèrement » humidifié. Les échantillons une fois découpés sont conditionnés selon la même procédure. Les échantillons utilisés lors des essais avec tomographie RX ont été coupés la semaine précédant les différentes campagnes au synchrotron. Chaque échantillon a été mesuré et pesé afin de déterminer la densité humide et suivre sa saturation pendant son conditionnement. Les pesées avant essai au synchrotron ont montré que la teneur en eau n'avait pas été modifiée durant le stockage. Le matériau restant a été protégé par un triple emballage (film cellophane + papier aluminium + paraffine) puis placé dans une pièce climatisée à 25°C avec les autres cellules de conditionnement. Lors de l'ouverture des cellules et des phases de découpe, des échantillons ont été prélevés pour les mesures de teneur en eau, la granulométrie laser, la porosimétrie mercure et la diffraction X (voir chapitre2).

Les échantillons d'argilite de l'Est ont été prélevés dans le sens de l'axe du forage (i.e. perpendiculaire à la stratification). Les échantillons de marne sont issus de blocs prélevés dans une carrière, ce qui ne permet pas de se repérer dans l'espace. Ils ont donc été prélevés suivant la même orientation afin de garder une cohérence sur l'ensemble des échantillons.

Pour l'argilite de l'Est, le matériau utilisé dans cette étude est issu de deux forages différents (EST212 et EST261) dans la couche répertoriée C par l'Andra (Andra 1999). Les cellules de conditionnement utilisées sont répertoriées EST12250 (forage EST212, profondeur 479 m) et EST18482 (forage EST361, profondeur 476 m).

**Chapitre 5 :**  
**ETUDE SUR LA MARNE DE**  
**BEAUCAIRE**



L'utilisation des techniques de microtomographie RX et la combinaison de cette méthode avec des essais triaxiaux sur une ligne synchrotron est nouvelle au sein de notre équipe et originale à notre connaissance sur des matériaux saturés. De plus, les argilites présentent des difficultés expérimentales de par leur résistance et surtout leur faible perméabilité. Ainsi, nous avons décidé de procéder à une étude méthodologique avec une campagne d'essais sur un matériau dont le comportement à de faibles niveaux de contraintes et le lithotype présentent des similitudes avec ceux des argilites de l'Est, et impliquant moins de difficultés d'expérimentation grâce notamment une perméabilité beaucoup moins faible. La marne de Beaucaire a été choisie comme matériau d'étude car elle correspond aux caractéristiques demandées et est un matériau référence au sein de notre équipe.

Ce chapitre présente deux études distinctes menées sur la marne de Beaucaire : l'une dite *post-mortem* (i.e. caractérisation de l'échantillon après essai) et l'autre dite *in situ* (i.e. caractérisation de l'échantillon en cours d'essai). Une première campagne d'essais fut menée en juillet 2002. L'objectif principal était de scanner des échantillons issus d'essais biaxiaux effectués préalablement au laboratoire (étude *post mortem*). Parallèlement, nous avons pu découvrir les contraintes des études *in situ* grâce à quelques essais sur une installation triaxiale de conception rudimentaire (*microtomotriax1*). Les conclusions de cette campagne « test » ont permis le développement d'une installation triaxiale complète et automatisée (*microtomotriax2*). C'est avec cette installation qu'a été menée la campagne d'essais *in situ* en mai 2003 (Viggiani et al. 2004). Les études *post-mortem* et *in situ* ont été complétées par des observations à l'échelle de la microstructure.

Après une brève présentation du matériau, nous allons exposer les résultats des études *post mortem* puis les quelques observations issues des premiers essais *in situ*. La deuxième partie du chapitre présente l'ensemble des résultats de la deuxième campagne *in situ*. Nous terminons par une discussion sur l'ensemble des résultats et sur les limites de la méthode.

Nous rappelons que les coupes tomographiques sont des images en niveaux de gris. Les pixels blancs correspondant à des zones de haute densité et les noirs à des zones de matériau non solide. Dans le cas des études *post-mortem*, le matériau est sec donc les pixels noirs représentent de l'air. Pour les études *in situ*, le matériau étant saturé, ils représentent de l'eau (ou de l'air s'il y a des phénomènes de cavitation). La résolution spatiale i.e. la longueur d'un côté de pixel, est de 14  $\mu\text{m}$ .

## 5.1 LA MARNE DE BEUCAIRE

La marne de Beaucaire est un matériau provenant du sud de la France dans le département du Gard. Elle est issue d'un dépôt marin au cours de l'âge du Pliocène (3 à 5 millions d'années). Ce matériau peut être considéré comme un sol argileux induré ou une roche argileuse. Ses principaux avantages pour une étude fondamentale sont qu'il est relativement homogène, qu'il ne présente pas de macrostructure évidente et qu'il est facilement accessible. Il est directement prélevé dans une carrière sur une paroi de 10-20 m de hauteur ce qui permet de l'extraire d'une manière moins perturbatrice qu'avec une méthode classique de forage (figure 5.1).



Figure 5.1 : Prélèvement de blocs de marne de Beaucaire directement en paroi d'une carrière.

### 5.1.1 Classement

Quelques caractéristiques issues de la détermination des limites d'Atterberg sont regroupées dans le tableau 5.1. Sur le diagramme de Casagrande, la marne de Beaucaire est classée en tant que limon et argile organique. Les analyses granulométriques donnent une proportion en limon de 70 % et de 30 % en argile. Ces caractéristiques ont été déterminées dans le cadre des travaux de thèse de S. Marelllo (2004).

Caractéristiques	Valeurs
Poids spécifique	2.74 g/cm <sup>3</sup>
Teneur en eau	21 %
Limite de liquidité	38.04 %
Limite de plasticité	25.2 %
Indice de plasticité	12.84
Indice de liquidité	-0.05
Indice d'activité	0.4

Tableau 5.1 : Quelques caractéristiques de la marne de Beaucaire (Marelllo 2004)

### 5.1.2 Minéralogie

Une étude minéralogique par la méthode de diffraction X a été menée par S. Raynaud au Laboratoire de Tectonophysique à Montpellier ainsi qu'une analyse de la texture à l'aide de lames minces observées au MEB (figures 5.2 et 5.3).

La marne de Beaucaire est composée d'éléments détritiques non cimentés disposés dans l'espace de manière aléatoire quant à la nature minéralogique ou à la taille des grains. Les phases minérales détritiques les plus abondantes sont : la calcite, les feldspaths, le quartz et

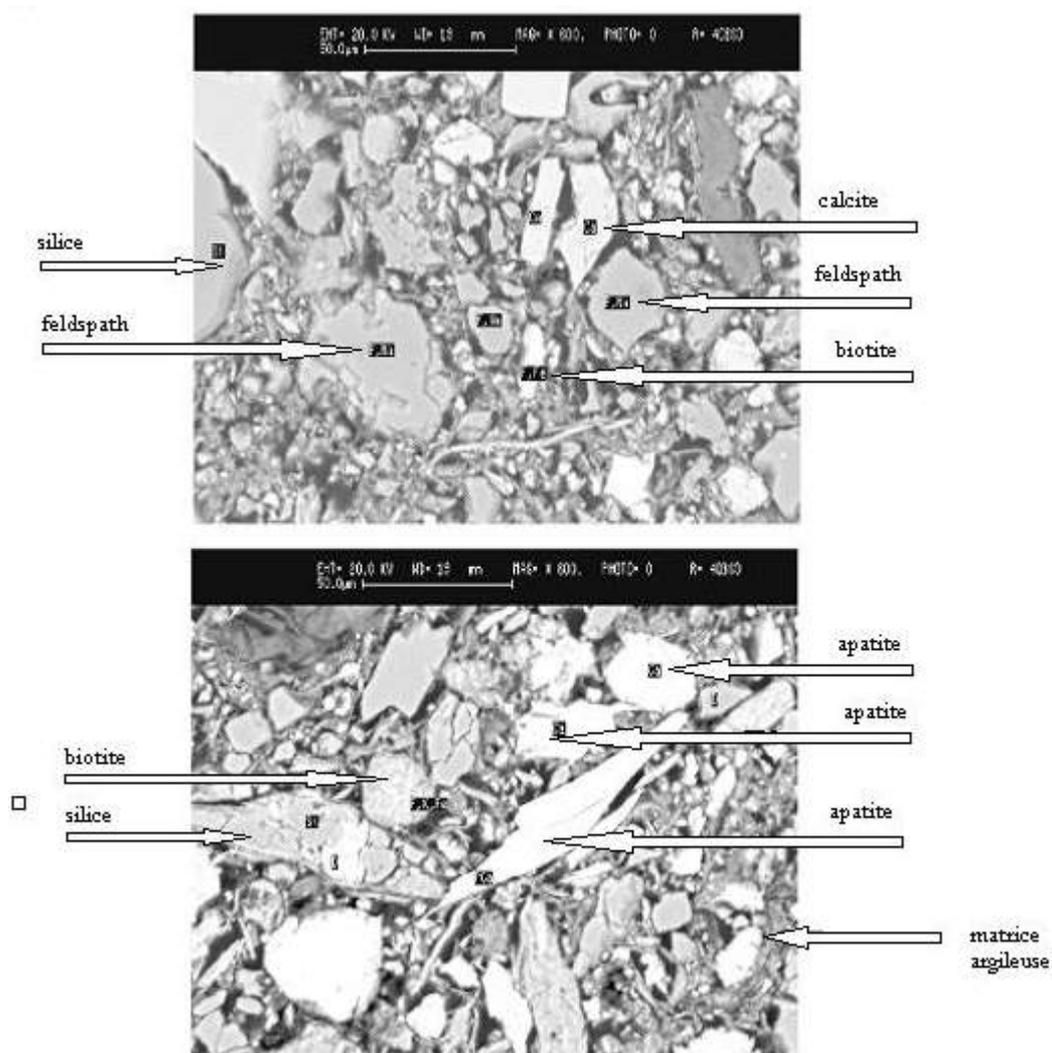


Figure 5.2 : Observations au MEB de la marne de Beaucaire (communication personnelle de S. Raynaud 2005).

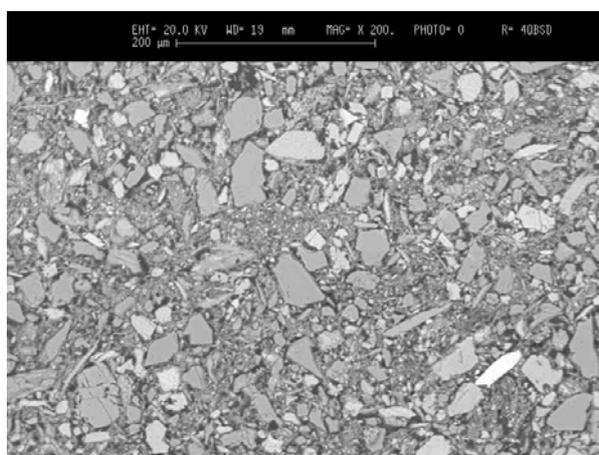


Figure 5.3 : Texture de la marne de Beaucaire (communication personnelle de S. Raynaud 2005).

les micas. La dolomite est faiblement représentée. Au niveau des argiles, la diffraction X montre de l'illite (minéral d'altération de la muscovite) et de la chlorite (résultat de l'altération de la biotite). Les micas eux mêmes sont très présents sous forme d'éléments détritiques de la taille du micron à quelques dizaines de microns : muscovite et biotite. La diffraction X ne permet pas de quantifier la proportion des différents minéraux présents mais une estimation donne : 30% de phyllosilicates (minéraux argileux et micas), 30% de feldspaths et carbonates (calcite et dolomite) et 30% de quartz. Etant donné la composition minéralogique et la taille des grains, ce matériau n'est pas une marne au sens strict mais une marne siliceuse que l'on peut qualifier de gréseuse à silteuse. La texture s'organise sous la forme d'inclusions noyées dans une matrice argileuse (figure 5.3).

### 5.1.3 Caractéristiques mécaniques

La marne de Beaucaire est une roche argileuse surconsolidée et relativement raide (avec une teneur en eau comprise entre 23 et 25 %). Sa résistance en compression simple est de l'ordre de 0.9 MPa et la contrainte de préconsolidation déterminée en compression oedométrique, est de l'ordre de 2 MPa (figure 5.4). Une caractérisation complète du matériau a été effectuée à l'aide d'essais biaxiaux et triaxiaux, en conditions drainées et non drainées, pour des contraintes effectives moyennes initiales comprises entre 50 et 600 kPa. A titre d'exemple, nous présentons quelques résultats d'essais de compression en déformation plane (essais biaxiaux) en conditions drainées et non drainées (figure 5.5) ainsi que quelques résultats d'essais triaxiaux en conditions non drainées (figure 5.6) et non drainées (figure 5.7). Le lecteur désirant plus de détails sur l'ensemble des caractérisations mécaniques menées sur la marne de Beaucaire pourra se référer aux références Charrier et al. (2001) (pour les essais biaxiaux) et Marcher (2002) (pour les essais triaxiaux).

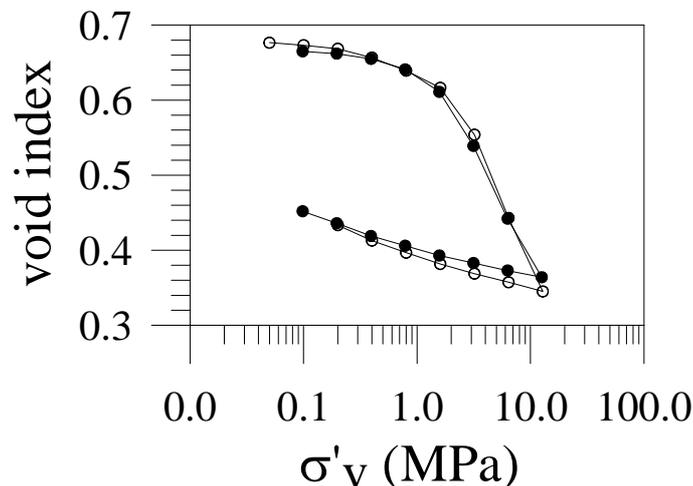


Figure 5.4 : Essai de compression oedométrique sur la marne de Beaucaire (Marello 2004).

### 5.1.4 Comparatif marne de Beaucaire/argilite de l'Est

Le tableau 5.3 regroupe quelques caractéristiques des deux matériaux. Dans notre objectif d'étude méthodologique, la marne était intéressante car elle présentait les mêmes proportions argile/carbonate/quartz que l'argilite ainsi qu'un même type d'argile (illite/smectite et illite pour l'argilite et, illite et muscovite pour la marne). De plus, les textures sont similaires à savoir des clastes noyés dans une matrice argileuse.

	Marne de Beaucaire	Argilite de l'Est
Teneur en eau W [%]	21	6
Poids spécifique [g/cm <sup>3</sup> ]	2.74	2.7
Poids humide [g/cm <sup>3</sup> ]	1.8	2.45
Poids sec [g/cm <sup>3</sup> ]	1.5	2.28
Porosité [%]	35	15
% argile	30	35 à 45
% CaCO <sub>3</sub>	30	25 à 35
% quartz	30	30
Perméabilité [m <sup>2</sup> ]	10 <sup>-15</sup>	10 <sup>-20</sup> à 10 <sup>-22</sup>

Tableau 5.3 : Comparatif de quelques caractéristiques entre la marne de Beaucaire et l'argilite de l'Est.

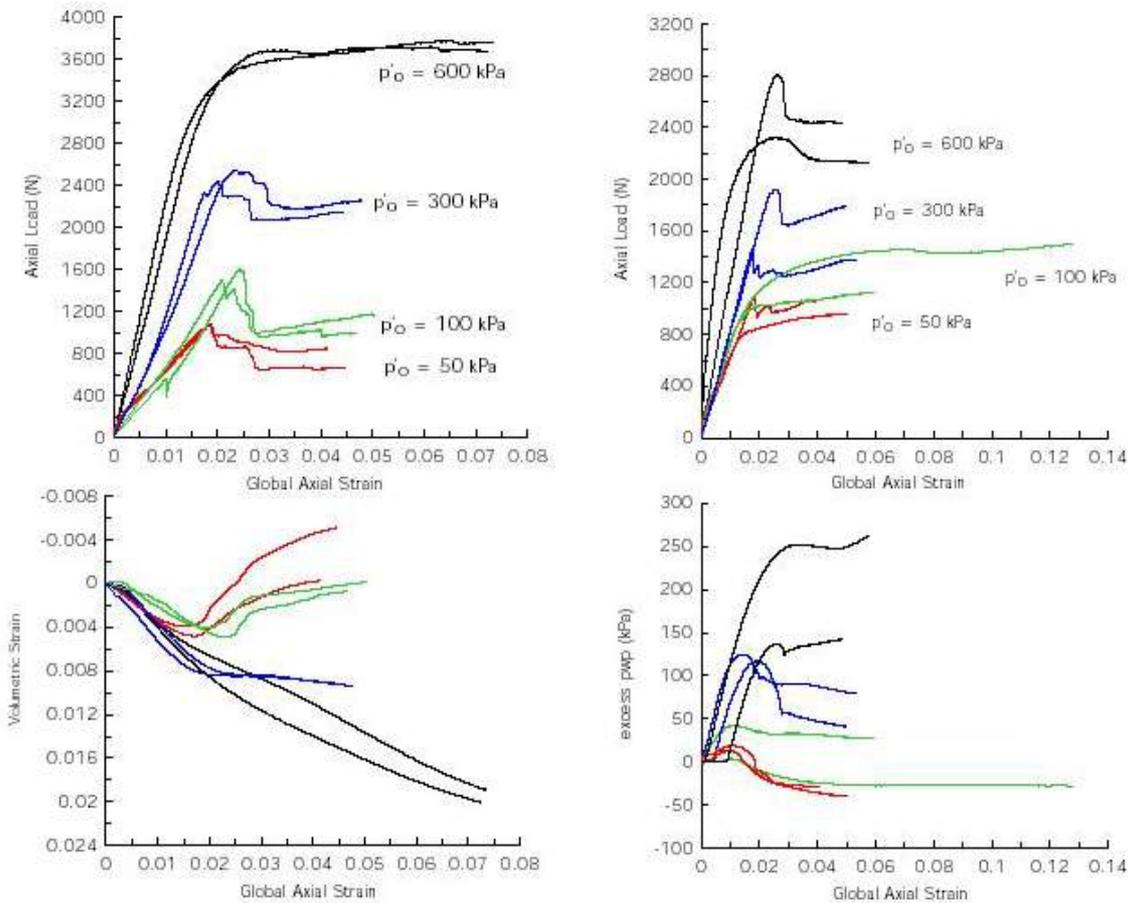


Figure 5.5 : Résultats d'essais biaxiaux en conditions drainées (à gauche) et non drainées (à droite) pour des contraintes effectives moyennes initiales  $p'_0$  comprises entre 20 et 600 kPa (Charrier et al. 2001).

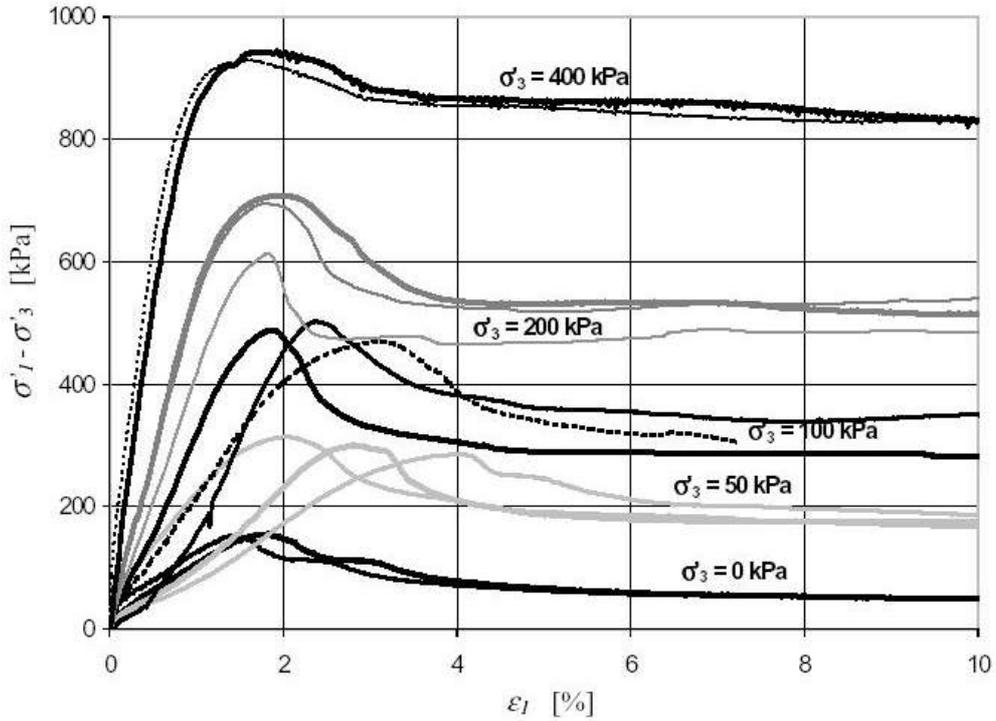


Figure 5.6 : Résultats d'essais triaxiaux en conditions drainées pour des contraintes effectives moyennes initiales  $p'_0$  comprises entre 0 et 400 kPa (Marcher 2002).

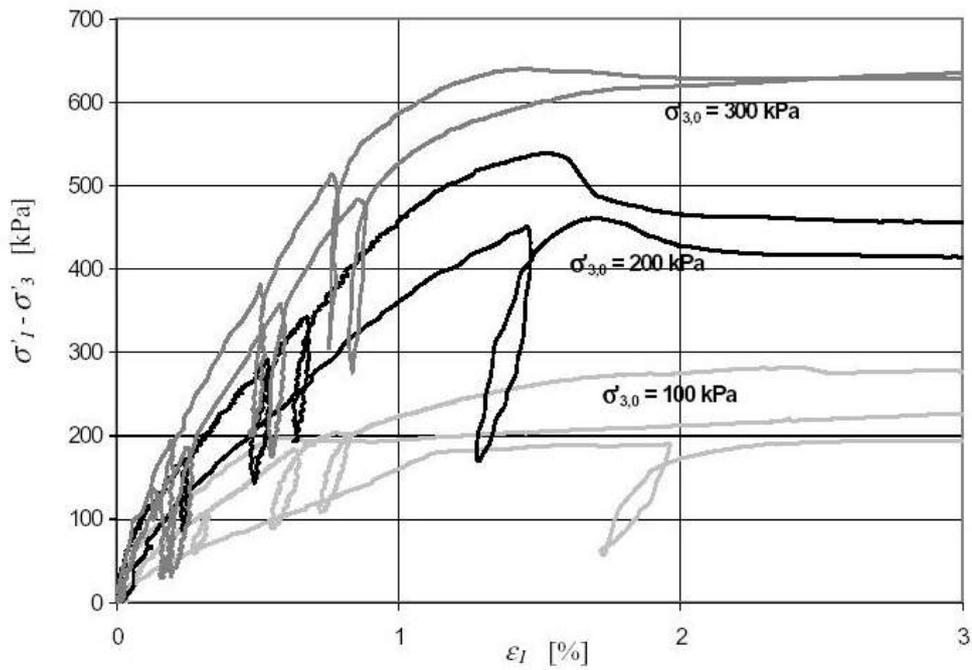


Figure 5.7 : Résultats d'essais triaxiaux en conditions non drainées pour des contraintes effectives moyennes initiales  $p'_0$  comprises entre 0 et 400 kPa (Marcher 2002).

## 5.2 ANALYSE POST-MORTEM

Après une présentation des objectifs et du protocole expérimental, le paragraphe expose les résultats issus des mesures tomographiques puis des observations à l'échelle de la microstructure.

### 5.2.1 Motivations

La rupture localisée dans les matériaux argileux (sols indurés et roches tendres) est étudiée expérimentalement dans notre équipe depuis plusieurs années. Un des moyens expérimentaux utilisés est un appareil de compression en déformation plane (biaxiale) présenté schématiquement dans la figure 5.8. Il permet de cisailier un échantillon en déformation plane, sous confinement et en conditions drainées ou non. L'échantillon est de forme parallélépipédique. Les conditions de déformation plane sont générées grâce à deux plaques rigides placées sur les deux faces principales de l'échantillon. La présence de capteurs de pression de pore sur les faces latérales de l'échantillon, permet de suivre les phases de consolidation et de mesurer les variations de pression interstitielle lors des essais non drainés et drainés. Le confinement est appliqué grâce à une pression d'huile hydraulique et l'échantillon réside dans une membrane en latex. La spécificité de l'appareil est que les deux faces les plus grandes de l'échantillon (correspondant au plan de déformation plane) peuvent être photographiées en cours d'essai. Les méthodes de stéréophotogrammétrie de faux relief ou de corrélation d'images, permettent à partir de deux photos correspondant à deux différents moments de l'essai, de mesurer le champ incrémental de déplacement. Les mesures permettent ensuite de calculer le champ incrémental de déformations correspondant et ainsi, détecter et caractériser les zones de localisation de la déformation.

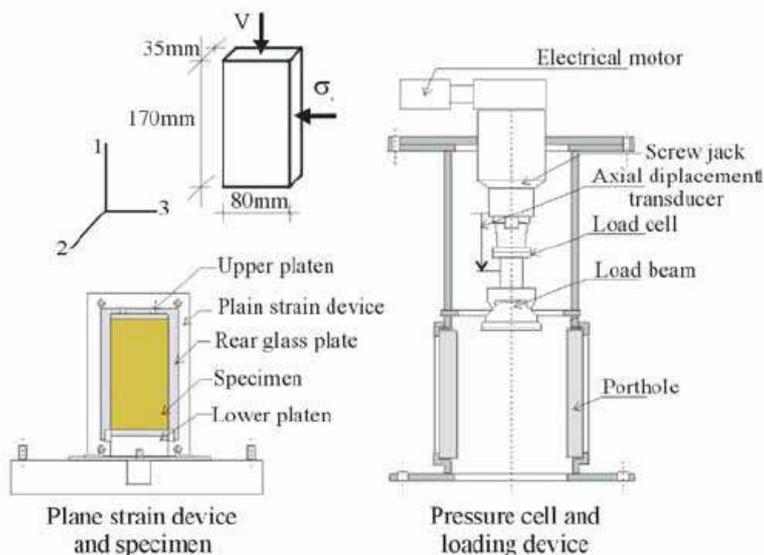


Figure 5.8 : Schéma de principe de l'appareil biaxial

Les résultats des essais biaxiaux sur la marne de Beaucaire montrent qu'il y a formation et propagation de zones localisées où règne un fort cisaillement (Tillard (1992), Charrier et al. (2001), Viggiani et Desrues (2004), Marelllo (2004)). Les zones localisées sont des bandes de cisaillement et/ou des fissures. Dans les essais de laboratoire sur les géomatériaux à grains fins, la largeur de la zone est de l'ordre d'une dizaine de grains (par exemple,

Morgensten et Tchalenko 1967). Les observations se font à partir de la surface de l'échantillon à une échelle macroscopique ce qui ne permet pas de conclure sur la nature de la zone. De plus, l'échantillon est observé en cours d'essai, à travers une membrane en latex, ce qui moyenne (voire masque) les éventuels sauts de déplacements tangentiels dans la zone localisée. Enfin, les conditions d'essais étant en déformation plane, l'interprétation des observations repose sur l'hypothèse que les phénomènes observés en surface sont les mêmes au cœur de l'échantillon.

Les objectifs de l'analyse *post-mortem* sont de caractériser plus finement la zone localisée (nature, forme et éventuelle zone de transition à l'avant et de chaque côté) et de confirmer que les phénomènes générés au cœur de l'échantillon sont identiques à ceux observés en surface.

## 5.2.2 Protocole expérimental

L'analyse *post-mortem* a été effectuée sur des échantillons préalablement soumis à un essai biaxial, puis séchés. Des échantillons cylindriques de 20 mm de diamètre et 35 mm de hauteur (épaisseur de l'échantillon biaxial), ont été prélevés à différents endroits des échantillons biaxiaux : au milieu et en extrémité de bande ainsi que dans le matériau intact, à l'avant et dans des zones éloignées des bandes. Les échantillons biaxiaux sont issus des travaux de L. Lenti (Charrier et al. 2001) et S. Marelllo (2004). Ils proviennent d'essais effectués au moins un an avant la campagne synchrotron, ainsi les échantillons biaxiaux étaient secs (séchage à l'air libre). Les prélèvements ont été effectués à l'aide d'un tour au Politecnico de Turin. Les conditions des essais biaxiaux et l'emplacement des prélèvements scannés, sont récapitulés dans le tableau 5.4. Les cylindres prélevés ont été scannés à mi-hauteur afin d'observer la zone correspondant au cœur des échantillons biaxiaux.

Essais biaxiaux			Microtomographie	
Nom	Type	$p'_0$ (kPa)	n° échantillon	Emplacement
MBLL14	CU	70	1	dans une bande
				en dehors des bandes
				en de ande
MBLL16	CD	313	1	dans une bande
			2	dans une bande
			3	à l'extrémité d'une bande
			4	en dehors et à l'avant d'une bande
			5	en dehors des bandes
MBLL03	CD	110		dans une bande
MBSM03	CD	53	1	dans une bande
			2	dans une bande
			3	en dehors des bandes
MBSM08	CU	112		dans une bande en X

Tableau 5.4 : Récapitulatif des échantillons mesurés au synchrotron avec indication des conditions d'essais et type d'emplacement sur les échantillons biaxiaux. Dans la rubrique emplacement, « dans une bande » signifie que l'échantillon est prélevé au milieu d'une bande, « en dehors des bandes » dans une zone où aucune bande n'est visible.

### 5.2.3 Résultats des mesures tomographiques

Les résultats sont présentés à partir de quelques coupes tomographiques. L'ensemble des tomographies est présenté en annexe du chapitre (annexe 5-1). Les principales conclusions sont exposées à partir de deux coupes tomographiques issues de l'échantillon MBLL14 puis complétées avec des observations issues des échantillons MBLL16, MBLL03 et MBSM03.

La figure 5.9 indique l'emplacement des prélèvements effectués sur une photo de l'échantillon biaxial MBLL14 après essai et sur un schéma de principe représentant les zones localisées. L'échantillon 1 est prélevé au milieu d'une zone localisée et le 4 à l'avant d'une autre zone localisée, dans une partie qui semble intacte à l'échelle macroscopique.

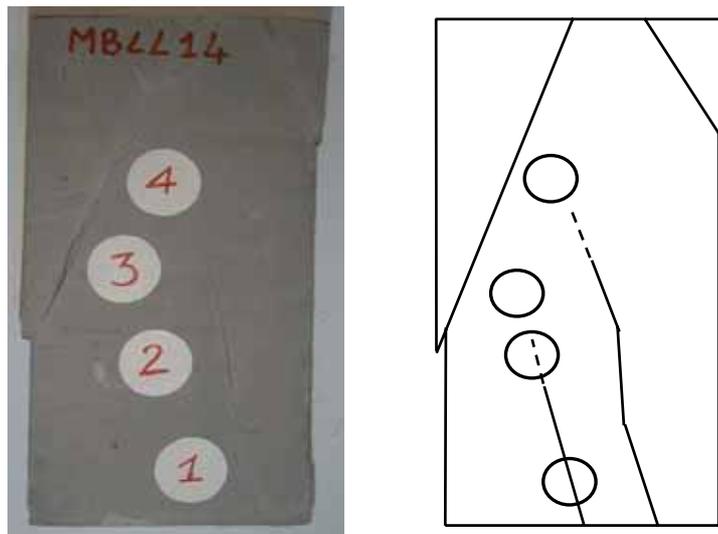


Figure 5.9 : Echantillon MBLL14 avec indication des prélèvements pour l'étude post mortem.

La zone localisée est clairement visible dans la coupe tomographique de MBLL14\_1 (figure 5.10). Elle est sous la forme d'une fissure ouverte et droite qui traverse l'échantillon. Une remarque importante est que l'échantillon à l'échelle macroscopique n'est pas séparé en deux morceaux comme le suggère la coupe tomographique. La zone localisée est extrêmement « localisée » dans l'espace. En d'autres termes, il n'y a pas évidence d'une variation de densité ou autre déformation diffuse en bordure de la zone localisée. Les caractéristiques de la zone localisée (forme, emplacement et inclinaison) à l'échelle des mesures tomographiques sont cohérentes avec les observations à l'échelle macroscopique ce qui confirme que les essais biaxiaux sont réellement en conditions de déformation plane. De plus, les coupes tomographiques d'échantillons issus de zones visiblement non localisées, confirment cette correspondance d'observation en ne présentant aucune figure de localisation (voir par exemple, MBLL16\_5 dans l'annexe 5-1). Néanmoins, la différence d'échelle d'observation fait que la zone est clairement une fissure ouverte alors qu'elle apparaît à l'œil nu comme une bande sur l'échantillon biaxial. Cette différence d'interprétation illustre parfaitement l'importance de l'échelle d'observation dans les conclusions d'une étude utilisant les techniques d'imagerie.

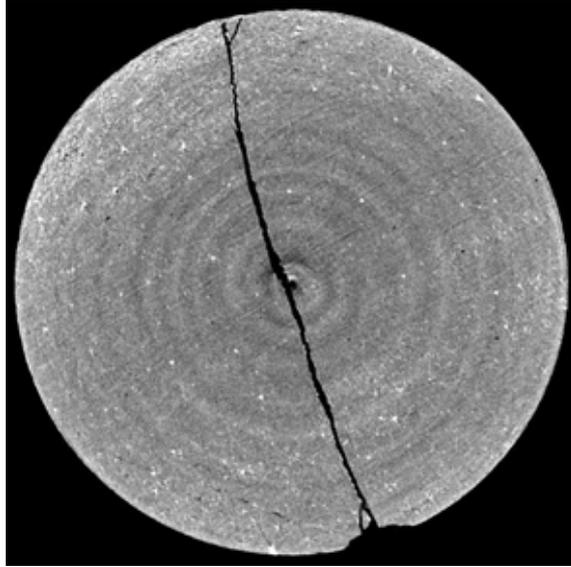


Figure 5.10 : Coupe tomographique de l'échantillon MBL14\_1.

L'échantillon MBL14\_4 est situé dans une région de propagation d'une zone localisée. Sa coupe tomographique montre une figure plus complexe (figure 5.11). La fin de la zone de localisation telle qu'on la voit à l'échelle macroscopique correspond à la fissure en bas à droite de la coupe. Elle est moins ouverte que dans l'échantillon MBL14\_1 puis s'interrompt sur une bifurcation en aile typique (*wing crack*). Elle reprend un peu plus loin avec une autre *wing crack*, puis se prolonge par une multitude d'autres *wing crack* (détail de la figure 5.11). La direction moyenne est remarquablement rectiligne. Ces éléments observés à l'échelle micro montrent l'existence d'une zone de progression de la localisation de la déformation à l'avant de la zone observable à l'échelle macro.

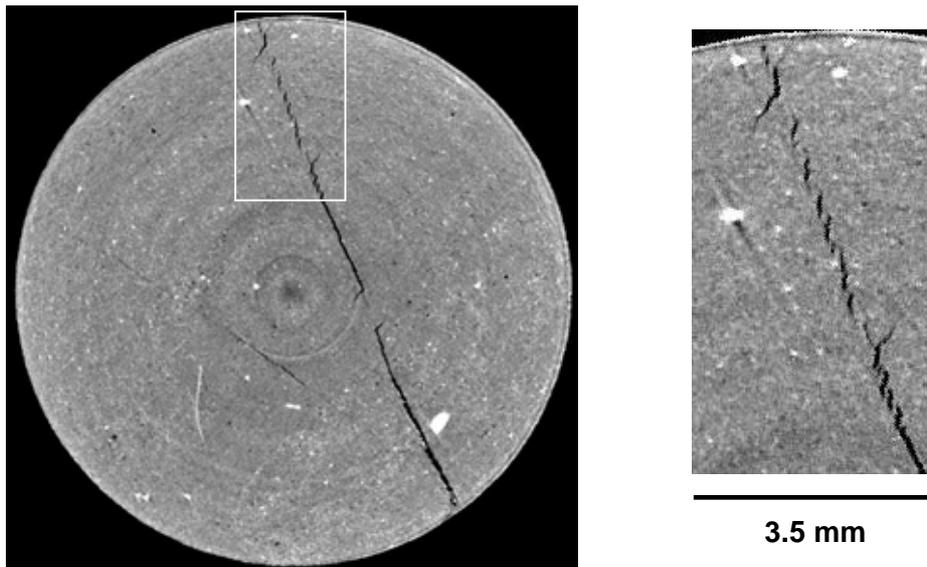


Figure 5.11 : Coupe tomographique de l'échantillon MBL14\_4 (à gauche) avec une vue de détail (à droite).

Les coupes issues de l'échantillon MBLL14 indiquent que la zone localisée est une fissure droite et unique. Les autres coupes nous prouvent que la réalité peut être plus complexe. La figure 5.12 montre la coupe tomographique de l'échantillon MBLL16\_2 avec à droite, un zoom de la partie indiquée par le rectangle blanc sur la coupe tomographique. La figure de localisation est nettement visible et sous la forme d'une bande étroite et linéaire, composée d'une alternance de bandes denses (bandes blanches) et de fissures ouvertes. Dans le cas de l'échantillon MBLL03\_1 (figure 5.13), la zone localisée est composée de deux bandes denses parallèles. Dans MBSM03\_1 (figure 5.14), elle est composée de plusieurs bandes denses et de fissures ouvertes, pas forcément parallèles entre elles. Les bandes denses dans l'ensemble des coupes ont une largeur de l'ordre de 80  $\mu\text{m}$ . La zone localisée apparaissant comme une bande unique à l'échelle macroscopique, peut être en fait composée de plusieurs figures plus ou moins complexes dans leur forme et leur composition. Il est impossible de savoir si les fissures ont été créées lors de la phase de cisaillement car les échantillons ont été scannés dans un état sec (période de séchage à l'air libre pendant plusieurs mois). Les fissures ont pu aussi apparaître lors du retrait du confinement à la fin de l'essai, de la période de séchage ou du carottage des prélèvements.

Dans l'ensemble des tomographies, la stratification est visible grâce à la présence de multiples bandes denses parallèles entre elles. Des fissures ouvertes colinéaires aux bandes peuvent aussi être visibles comme dans le cas de l'échantillon MBLL16\_2 (figure 5.12). La présence de ces bandes (et fissures) confirme que la stratification peut créer des zones plus faibles au sein du matériau.

Les zones localisées apparaissent dans les images tomographiques sous la forme de fissures ou de bandes de hautes densités, organisées de manière plus ou moins complexe. L'origine des zones de plus haute densité par rapport au reste du matériau peut s'expliquer par le fait que la bande de cisaillement est une zone où les particules peuvent s'orienter dans le sens de la bande (e.g Morgensten et Tchalenko 1967). Lors du séchage, l'iso-orientation des particules fait qu'elle crée une zone plus dense.

Dans le cas de l'échantillon de l'échantillon MBLL16\_02 où la zone localisée est composée d'une alternance de bandes denses et de fissures ouvertes (figure 5.12), l'explication est liée au mouvement global de l'échantillon et à la géométrie locale de la zone localisée. En effet, la zone localisée n'est pas parfaitement rectiligne. La figure 5.12.bis montre une géométrie idéalisée de la zone localisée observée dans la coupe tomographique de la figure 5.12, et sa direction globale. Une fois qu'elle est formée, si le glissement l'un sur l'autre des deux blocs délimités par la discontinuité, se fait selon la direction globale de la zone localisée, cela va générer des zones de vides (fissures ouvertes) et des zones de compression du matériau (bandes denses). Notons que nous pouvons formuler cette explication grâce à l'orientation des coupes tomographiques i.e. le vecteur déplacement du mouvement relatif des deux blocs est compris dans le plan des coupes tomographiques (voir orientation des échantillons prélevés figure 5.9).

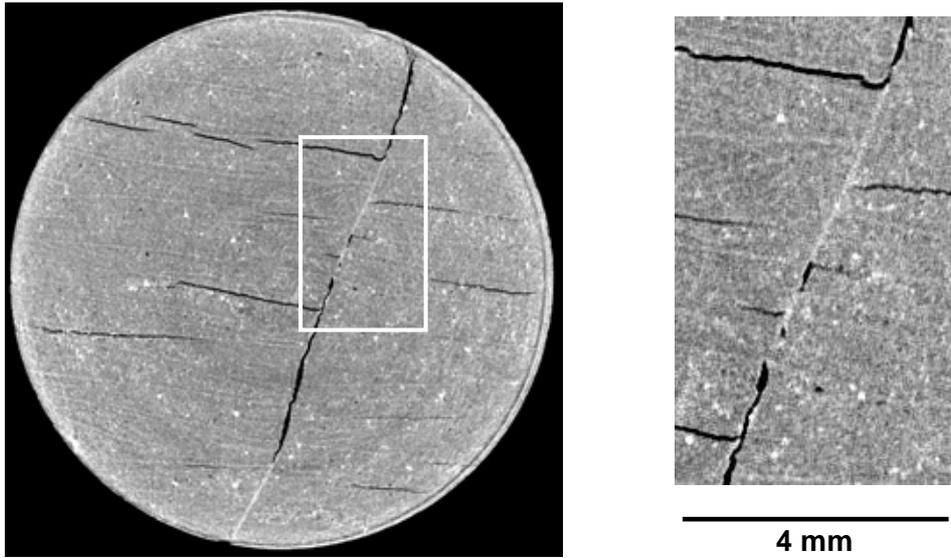


Figure 5.12 : Coupe tomographique de l'échantillon MBL16\_2 (à gauche) avec une vue de détail (à droite).

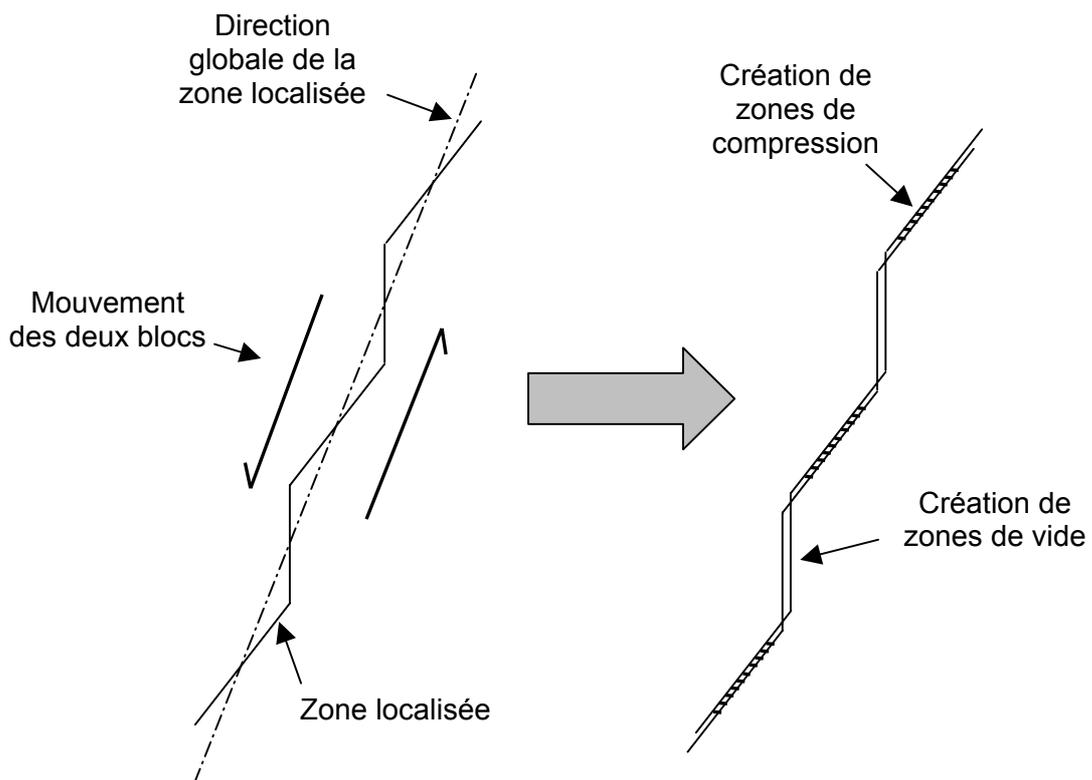


Figure 5.12.bis : Création de zones de vide et de compression due à la combinaison du mouvement global et de à la géométrie locale de la zone localisée.

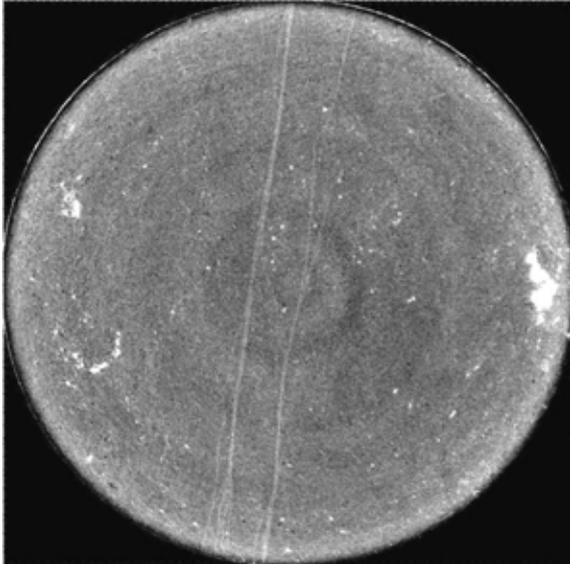


Figure 5.13 : Coupe de MBL03\_1

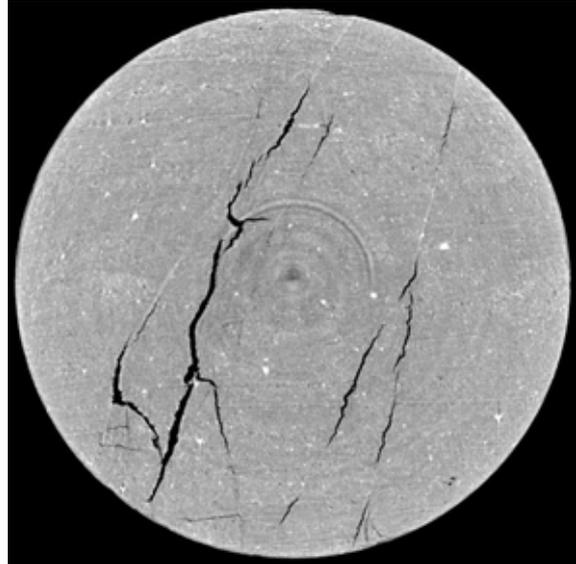


Figure 5.14 : Coupe de MBSM03\_1

#### 5.2.4 Résultats des études à l'échelle de la microstructure

Une analyse au niveau de la microstructure a été menée afin de compléter les analyses tomographiques. Le premier objectif est d'apporter des éléments de réponse sur l'origine de la haute densité des bandes dans les observations tomographiques. Le deuxième concerne le voisinage de la zone localisée afin de mesurer une éventuelle zone de transition. Des lames minces ont été prélevées et observées au MEB dans l'échantillon MBL03 par S. Raynaud au Laboratoire Tectonophysique de Montpellier et dans l'échantillon MBL16\_2 par S. Marelli au Politecnico de Turin. Les lames étaient orientées dans le sens des coupes tomographiques.

La figure 5.15 montre la bande dense de l'échantillon MBL03, visible à droite sur la figure 5.13. La figure de droite est un zoom x4 de celle de gauche. La lame mince confirme la présence d'une bande plus dense que le reste du matériau et le zoom à l'intérieur de la bande suggère une réorientation des particules.

Les observations de la région localisée de MBL16\_2 montrent une organisation différente. La figure 5.16 regroupe deux photos à grossissements différents d'une partie de la zone. La photo à droite est un grossissement x3 de celle de gauche. La figure de droite indique que la bande peut être remplie de petites particules. Sur celle de gauche, nous constatons que des particules plus grosses complètent le remplissage de la bande. De plus, il y a évidence d'une réorientation des particules au voisinage de la zone sur une largeur d'environ 20  $\mu\text{m}$ .

Les observations au MEB montrent que deux scénarios sont possibles pour expliquer la plus haute densité observée dans certaines portions de bande sur les images tomographiques. Néanmoins, le nombre d'observations effectuées est minime. Seules quelques infimes parties des zones localisées ont été étudiées et il serait nécessaire de multiplier les observations pour obtenir des conclusions significatives vu l'hétérogénéité du matériau.

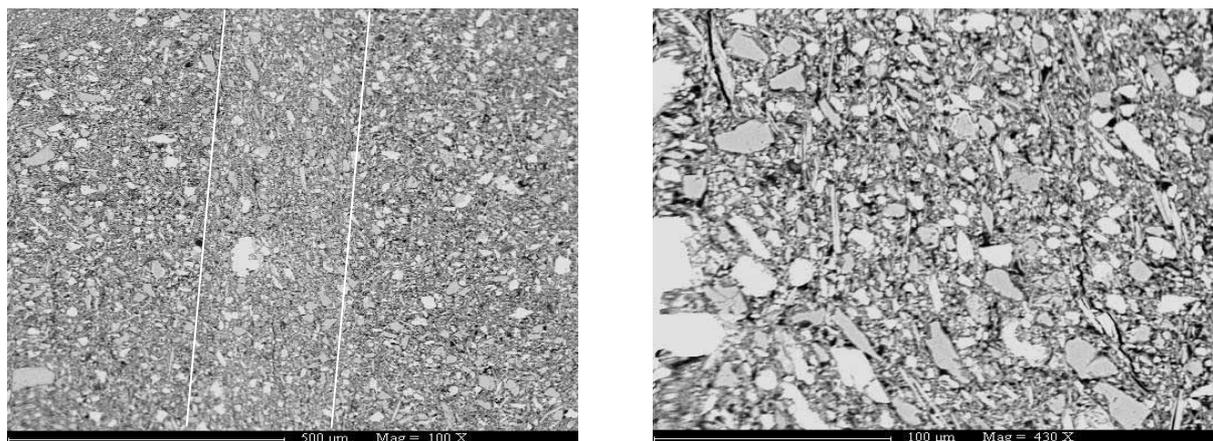


Figure 5.15 : MBL03. Observations au MEB à deux grossissements différents d'une bande dense visible dans les coupes tomographiques (communication personnelle de S. Raynaud 2005).

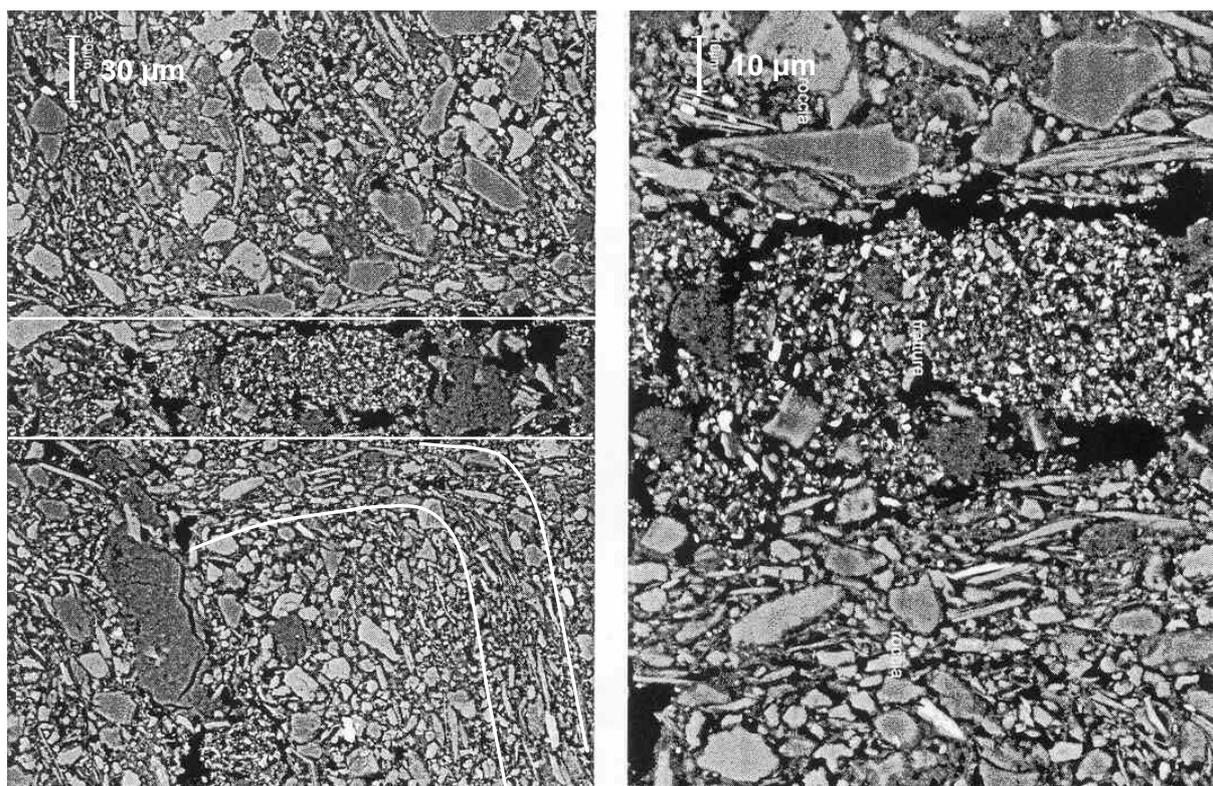


Figure 5.16 : MBL16\_2. Observations au MEB à deux grossissements d'une bande dense visible dans les coupes tomographiques. (communication personnelle de S. Marelli 2005).

### 5.3 ETUDES *IN SITU*

L'étude *post-mortem* a montré clairement le besoin d'observer les phénomènes en cours d'essai pour étudier l'apparition et l'évolution de la localisation de la déformation. Cela permet dans l'interprétation des observations, de s'affranchir des problèmes de déconfinement et de séchage de l'échantillon. Une première campagne d'essais dit *in situ* a permis de découvrir la technique puis une deuxième campagne complète a été menée.

#### 5.3.1 Première étude *in situ*

L'objectif est d'une part, de découvrir la technique de tomographie RX sur une ligne synchrotron et les spécificités liées à sa combinaison avec des essais triaxiaux et d'autre part, de valider son intérêt dans l'étude des roches argileuses. Différents aspects techniques sont testés comme par exemple, la résistance de la cellule en plexiglas ou la nature de fluide de confinement. Les images produites permettront d'apprécier la qualité d'image possible sur ce type de matériau (présence d'artéfacts conséquents ou non), et de découvrir si les figures de localisation (bande de cisaillement ou fissure) sont visibles ou non.

Les échantillons ont été prélevés à l'aide d'un tour au Politechnico à Turin et sont des cylindres de 20 mm de diamètre et d'élanement 2. L'installation expérimentale utilisée est le dispositif *microtomotriax1* (voir chapitre 4). Les essais sont des essais non consolidés non drainés. Le chargement axial est manuel et appliqué par palier. Le but de l'étude est méthodologique donc les différentes hauteurs tomographiées sont peu nombreuses et ne constituent pas une description complète de l'échantillon.

Plusieurs essais ont été menés avec une pression de confinement de 400 kPa. Le tableau 5.5 est un récapitulatif des essais effectués et de leur différentes conditions d'applications. L'objectif du premier essai (LBSY06) est de tester la nature du fluide de confinement. Un gaz (de l'hélium) a été choisi car il est moins absorbant pour les rayons X qu'un fluide. Le résultat a été négatif car la membrane en latex s'est avérée perméable. Nous avons utilisé de l'huile hydraulique lors du deuxième essai (LBSY11). Le résultat a été positif en ce qui concerne les images puisque l'huile n'a pas trop absorbé les rayons X et a permis d'obtenir des images de bonne qualité. Néanmoins, il s'est avéré en fin d'essai que l'huile avait endommagé la membrane et que celle-ci n'assurait plus l'étanchéité. Finalement, nous avons utilisé de l'eau distillée lors du dernier essai (LBSY01), qui s'est avérée être le meilleur fluide pour obtenir des images de qualité et assurer l'étanchéité entre l'échantillon et le confinement. Notons que l'utilisation d'un fluide nécessite de prendre des précautions lors sa mise en place afin de ne pas générer des bulles d'air qui seraient sources d'artéfacts dans les images.

Nom	$p_0$ (kPa)	Confinement	Tomographie
LBSY06	400	Hélium	à la fin de l'essai
LBSY10	400	Huile hydraulique	à la fin de l'essai
LBSY11	400	Huile hydraulique	en cours et à la fin de l'essai
LBSY01	400	Eau distillée	à la fin de l'essai et 3 mois après

Tableau 5.5 : Récapitulatif des essais de la première campagne *in situ*.

L'essai le plus complet d'un point de vue du nombre de tomographies, est l'essai LBSY11. La figure 5.17 représente la réponse mécanique de l'échantillon (déviateur de contrainte en fonction de la déformation axiale) avec l'indication des différentes étapes de mesure tomographique. La déformation axiale est calculée comme  $\varepsilon_a = -\ln(H/H_0)$  avec  $H_0$  la hauteur initiale de l'échantillon et  $H$  la hauteur en cours d'essai déduite de la mesure effectuée par le comparateur. Le déviateur  $q = (\sigma_1 - \sigma_3)$  est calculé en divisant la force indiquée par l'anneau dynamométrique par la surface initiale de l'échantillon. Globalement, la courbe montre une augmentation quasi linéaire du déviateur jusqu'à un pic ( $q=1.6$  MPa,  $\varepsilon_a=0.015$ ) puis une phase de radoucissement. La remarque principale est concernée l'arrêt du chargement pour les mesures tomographiques. Lors du chargement, l'anneau dynamométrique emmagasine de l'énergie et lors de l'arrêt, la relaxation de l'échantillon permet à l'anneau de libérer une partie de l'énergie emmagasinée. Comme il se « détend », les mesures indiquent une augmentation de la déformation axiale associée à une baisse du déviateur. Sans surprises, les essais ont logiquement montré le besoin d'une installation rigide avec un système automatique d'acquisition des mesures.

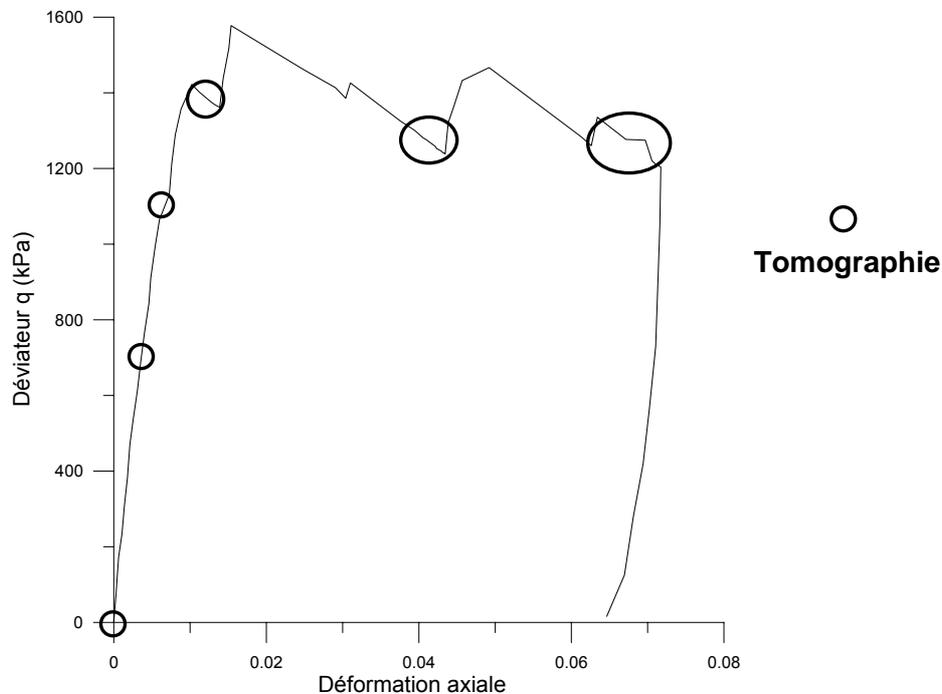


Figure 5.17 : Essai LBSY11. Déviateur en fonction de la déformation axiale

L'échantillon a été scanné en début d'essai avant et après l'application du confinement, à deux moments de la phase avant le pic, au pic et une fois après le pic puis une dernière fois à la fin de l'essai avant déchargement. Tous les scans ont été faits à mi-hauteur. Lors de la dernière mesure, l'échantillon a également été scanné à cinq hauteurs différentes suivant la figure 5.13. Les coupes tomographiques correspondantes sont présentées dans la figure 5.14 avec pour chaque coupe, une vue de détail indiquée par le rectangle blanc.

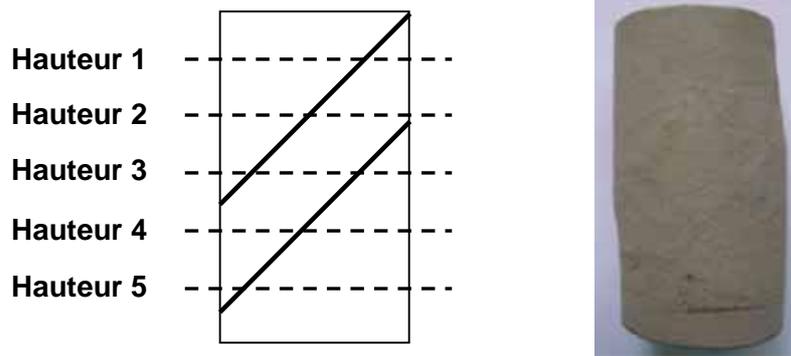


Figure 5.18 : LBSY11. Schéma avec indication des zones localisées et des hauteurs de coupe (à gauche) et photo de l'échantillon en fin d'essai (à droite).

La coupe correspondant à la hauteur 1 montre une bande verticale de plus faible densité (bande gris foncé) située dans le milieu de l'échantillon et qui a une largeur de l'ordre de 400  $\mu\text{m}$ . Elle représente une bande dilatante qui peut correspondre à une bande de cisaillement créée lors de l'essai ou une zone de plus faible densité présente à l'origine. La hauteur 2 montre une figure de localisation plus évidente. Deux fissures sont nettement visibles en haut de la coupe. Elles sont situées sur un bord de l'échantillon et semblent avec la résolution d'observation, ne pas le traverser. Par contre, elles suivent une tâche grise claire représentant une zone probablement riche en carbonate. La hauteur 3 illustre de manière plus claire la présence de telles zones dans l'échantillon qui sont par endroit dans les coupes bien distinctes de la matrice argileuse apparaissant plus foncée. De manière aléatoire, des inclusions de hautes densités (petites tâches très claires) sont visibles. Elles peuvent correspondre à des cristaux de quartz, de calcite ou de mica. Une inclusion de plus grande taille probablement d'origine biologique est observable dans la hauteur 4. Au dessus de cette inclusion, se trouve une zone allongée noire (correspondant à l'eau dans notre cas). Une figure similaire est présente dans la hauteur 5. Au vue de leur forme, elles semblent être des fissures ouvertes et non un macropore. Néanmoins, les hauteurs correspondantes n'ont pas été tomographiées en début d'essai donc il est impossible de savoir si elles ont été créées pendant l'essai ou étaient présentes à l'origine car. De plus, elles peuvent représenter une petite partie d'une figure de localisation plus importante et seulement ouverte en fissure dans cette zone.

L'observation à l'échelle macroscopique de l'échantillon après essai (figure 5.18), montre plusieurs zones localisées et inclinées dans l'échantillon (comme elles ne sont pas très visibles sur la photo, un schéma avec les principales zones localisées a été ajouté à la figure). Dans certains cas, elles traversent plusieurs hauteurs tomographiées mais ne sont pas observables dans les coupes.

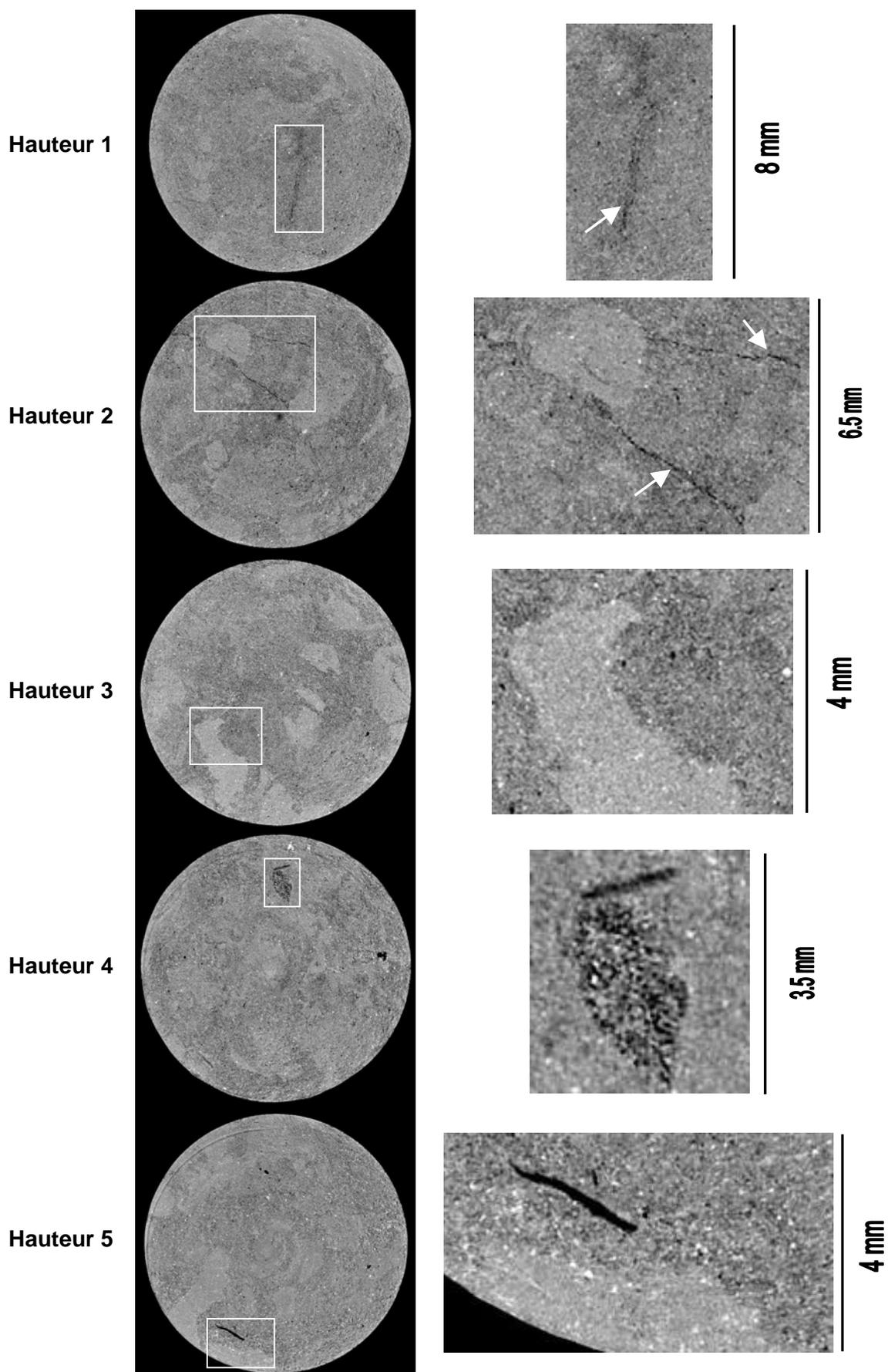


Figure 5.19 : LBSY11. Coupes tomographiques à la fin de l'essai à 5 hauteurs différentes.

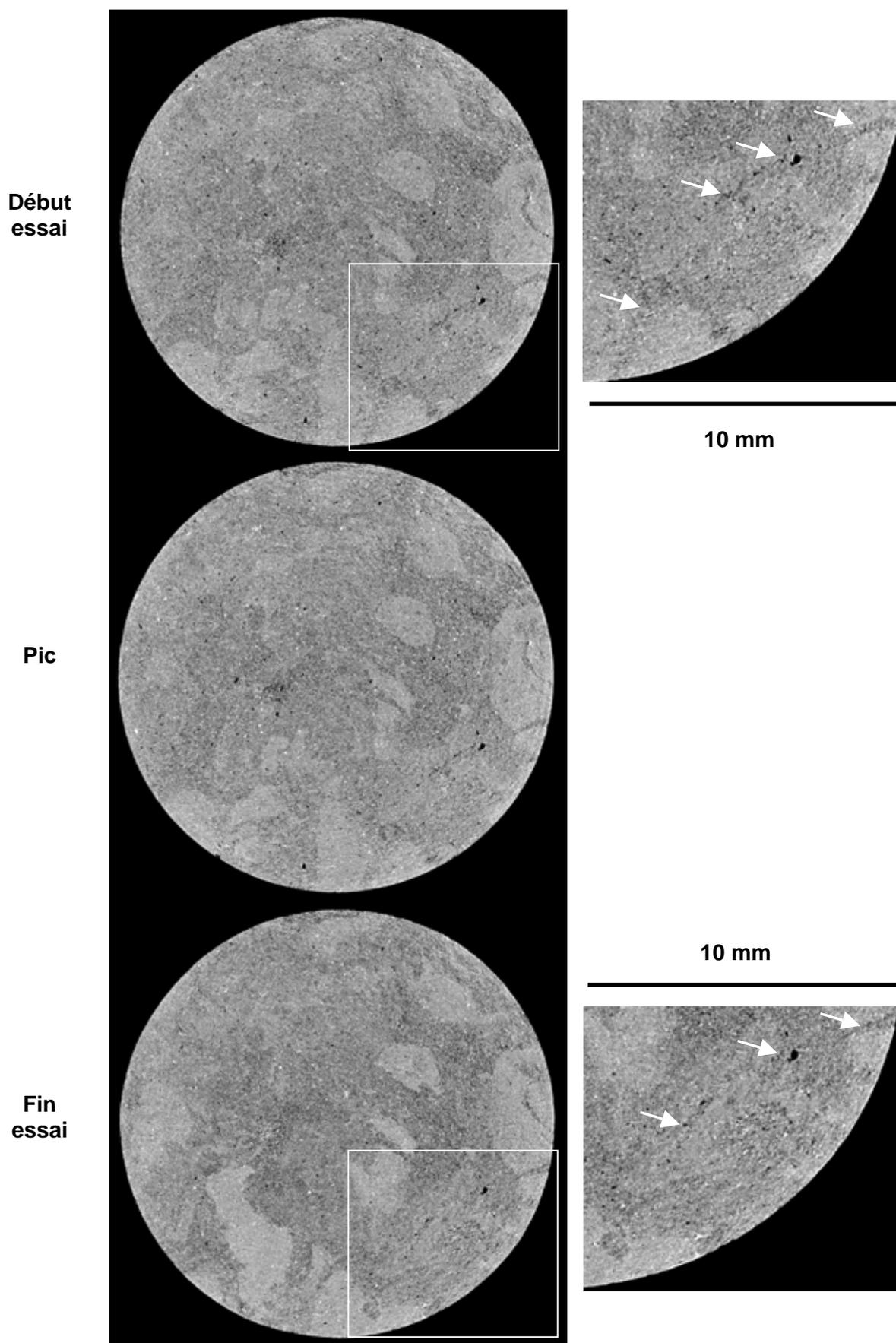


Figure 5.20 : LBSY11. Coupes tomographiques à mi-hauteur en début d'essai (sans confinement), au pic et en fin d'essai (avec confinement).

La figure 5.20 montre les coupes tomographiques du milieu de l'échantillon (hauteur 3) au début (sans confinement), au pic et en fin d'essai (avec confinement). Les deux vues de détail montrent une zone apparemment endommagée dès le début de l'essai (zone indiquée par les flèches). L'échantillon semble perturbé par le mode de préparation (dans ce cas, découpe au tour). Cela suggère qu'il est nécessaire d'utiliser un autre moyen de découpe, moins perturbateur pour l'échantillon. La région à mi-hauteur est la seule à avoir été mesurée tout au long de l'essai et ne présente aucune figure de localisation contrairement à ce que suggère l'observation à l'échelle macroscopique de l'échantillon en fin d'essai (figure 5.18). Cette zone de l'échantillon LBSY11 est un cas où la tomographie RX avec la résolution utilisée, ne permet pas de détecter la figure de localisation. En effet, nous rappelons que la valeur d'un voxel (pixel dans les images) représente la moyenne des propriétés d'atténuation des différents matériaux présents dans l'échantillon à l'emplacement du voxel. C'est ce que l'on appelle le *partial volume effect* (voir paragraphe 3.3.1). Ainsi, dans le cas de l'échantillon LBSY11, la zone localisée n'est pas visible car soit, elle est plus fine que la résolution spatiale soit, les variations de volume ne sont pas assez importantes pour être mesurées avec la résolution en densité.

L'essai LBSY06 est un cas où la figure de localisation est nettement visible dans les mesures tomographiques. Nous rappelons que lors de cet essai la membrane n'assurait pas l'étanchéité i.e. la contrainte moyenne effective est plus faible ce qui favorise pour ce matériau, la localisation de la déformation. La figure 5.21 représente une coupe issue de la section indiquée sur la photo de l'échantillon après essai. La zone est visible car elle est ouverte en fissure en plusieurs endroits. Entre ces parties ouvertes, on peut distinguer des zones grises foncées représentant des endroits où la discontinuité est soit une bande dilatante, soit une fissure dont l'ouverture est inférieure à la résolution. Notons qu'une zone de haute densité (zone blanche) est mesurée et représente une région riche en cristaux de calcite ou de quartz.

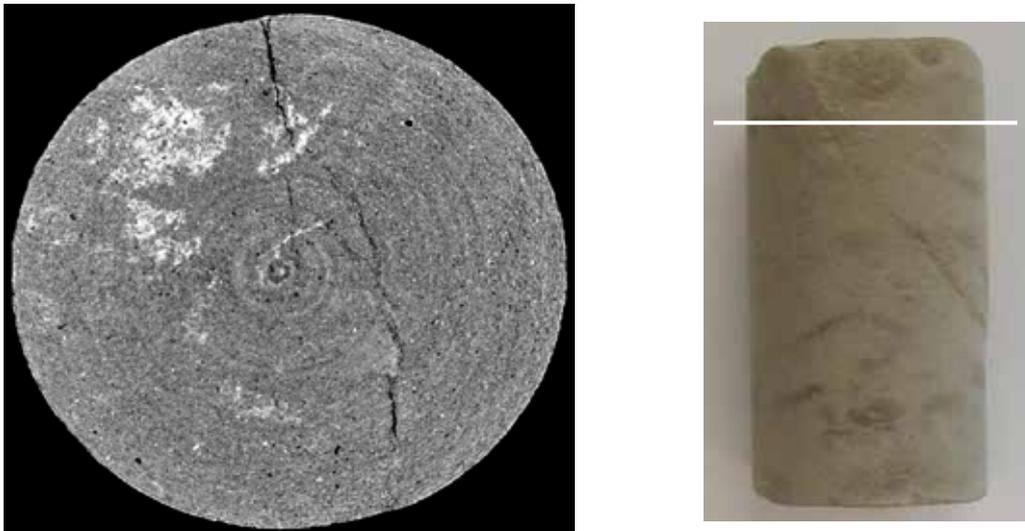


Figure 5.21 : LBSY06. Coupe tomographique suivant la section indiquée sur la photo de l'échantillon après essai.

L'essai LBSY01 est intéressant car une tomographie dans le milieu de l'échantillon a été effectuée 3 mois après essai. Pendant cette période, l'échantillon était resté à l'air libre. La comparaison des mesures avec la coupe en fin d'essai (figure 5.22) permet de constater que la phase de séchage à l'air libre a créé des fissures dans la partie intacte de l'échantillon (indiquées par des flèches sur la figure). Elles sont le plus généralement situées à l'interface entre région carbonatée et matrice argileuse. Par contre, il n'y a pas évidence d'une augmentation significative de l'ouverture de la région localisée.

Si d'éventuelles fissures sont apparues suivant la stratification comme celles observées dans l'étude *post mortem*, elles ne sont pas observables compte tenu de l'orientation des coupes tomographiques. En effet, les échantillons ont été carottés perpendiculairement à la stratification ainsi les coupes tomographiques sont orientées suivant le plan de stratification.

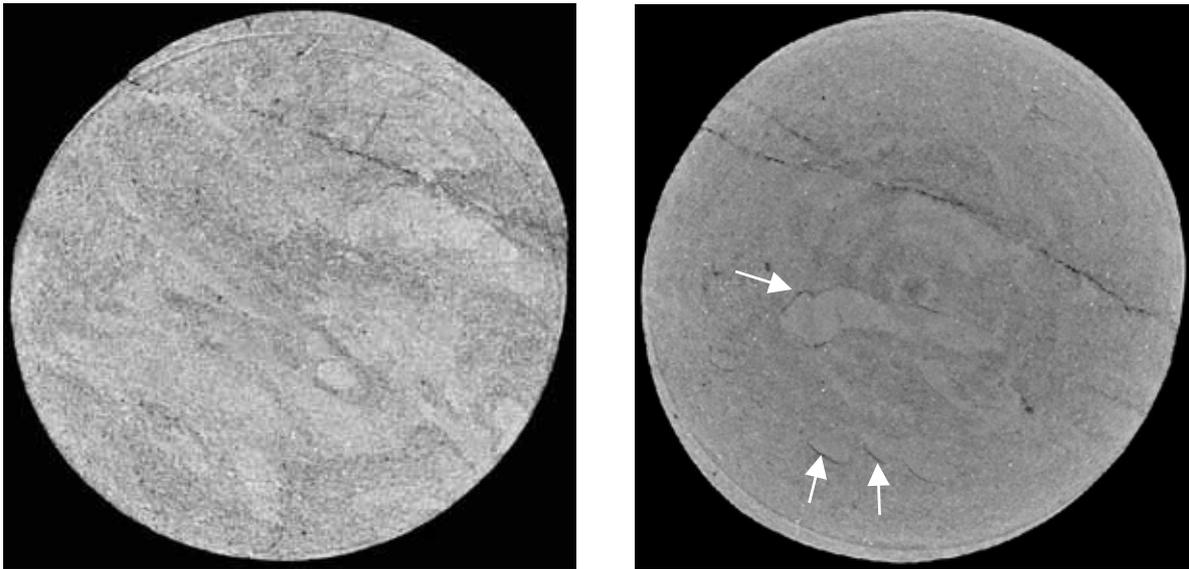


Figure 5.22 : LBSY01 .Coupe tomographique à mi-hauteur en fin d'essai (à gauche) et 3 mois après essai (à droite). Les flèches indiquent des fissures à l'interface région carbonatée/matrice argileuse.

### 5.3.2 Deuxième étude *in situ*

Lors de la deuxième campagne d'essais *in situ* (Viggiani et al. 2004), l'installation expérimentale utilisée était le dispositif *microtomotriax2* qui permet d'effectuer des essais consolidés en conditions drainées ou non, avec une régulation du chargement axial en déplacement.

Les essais sont effectués sur des échantillons de « petite » taille. Nous avons pu observer lors de la campagne précédente que les échantillons obtenus par des moyens classiques comme le tour pouvaient présenter une fissuration initiale sûrement induite par le mode de préparation (figure 5.22). Il a donc été impératif de découper les échantillons avec une méthode beaucoup moins perturbatrice. La technique la plus appropriée est la découpe avec une scie à fil diamanté. Nous avons pu utiliser un appareil de ce type au CEA de Grenoble (équipe Service d'Application des Traceurs). Lors de la préparation des échantillons, des prélèvements ont été effectués pour les mesures de teneur en eau. Afin de conserver la teneur en eau naturelle du matériau lors du stockage, les échantillons ont été enveloppés dans plusieurs couches de cellophane et stockés dans une boîte remplie de sable légèrement humidifié. De plus, la découpe des échantillons a été effectuée seulement quelques jours avant la campagne synchrotron afin de minimiser la période de stockage (voir chapitre 4).

Le protocole d'essai est le suivant. Après une pesée de l'échantillon afin de vérifier que la teneur en eau n'a pas évolué pendant la période de stockage, l'embase inférieure ainsi que le circuit de drainage sont saturés. Nous rappelons que l'embase est en plexiglas afin de s'assurer visuellement de la saturation du circuit de drainage (absence de bulles d'air). Une fois que l'ensemble du dispositif est en place sur la ligne synchrotron, les pressions de confinement et interstitielle sont appliquées pour commencer la phase de consolidation. L'échantillon pendant cette phase absorbe de l'eau et l'évolution de la déformation volumique de l'échantillon en fonction du temps permet de déterminer la fin de la phase de consolidation correspondant à la stabilisation des déformations volumiques. L'ensemble des mesures durant les phases de consolidation sont dans l'annexe 5-2. L'étape suivante consiste à appliquer le déviateur. Le chargement est contrôlé en déplacement et la valeur choisie est une vitesse de  $3 \mu\text{m}/\text{min}$  soit une vitesse de déformation axiale de  $1.25 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ . Cette valeur est un compromis entre une vitesse faible (qualité du drainage) et des temps d'essais raisonnables et compatibles avec le temps qui nous a été alloué par l'ESRF (6 jours). Un essai complet (mise en place, phase de consolidation, phase de cisaillement et mesures tomographiques) a duré en moyenne 24h dont 12h de phase de consolidation. Le tableau 5.6 dresse un récapitulatif des essais et la figure 5.23 montre les échantillons après essai. Notons que les photos des échantillons présentées ici ont été prises plusieurs mois après essai dans un état sec. La fissure horizontale visible sur l'échantillon LBD02 est apparue lors du séchage.

Nom essai	Drainé/Non drainé	$p_0'$ (kPa)	Vitesse chargement	Déformation au pic	Déformation finale	Commentaires
LBU01	Non drainé	130	$3 \mu\text{m}/\text{min}$	0.017	0.03	
LBD02	Drainé	150	$3 \mu\text{m}/\text{min}$	0.018	0.04	
LBD03	Drainé	600	$3 \mu\text{m}/\text{min}$	0.02	0.05	Arrêt de l'essai car chute de la pression de confinement
LBU04	Non drainé	600	$3 \mu\text{m}/\text{min}$	0.041	0.06	
LBD05	Drainé	600	$3 \mu\text{m}/\text{min}$		0.06	Pas de pic

Tableau 5.6 : Récapitulatif des essais de la deuxième campagne *in situ*.



Figure 5.23 : Photographies des échantillons plusieurs mois après essai.

Dans l'ensemble des essais, l'échantillon a été scanné avant et après la phase de consolidation, plusieurs fois lors de l'augmentation du déviateur notamment peu avant le pic, puis au pic, plusieurs fois dans la phase post pic et en fin de l'essai. A chaque étape de tomographie, l'échantillon a été mesuré à 3 hauteurs différentes placées au quart, au milieu et au trois quarts de la hauteur de l'échantillon (nommées respectivement coupe du bas, du milieu et du haut). En fin d'essai, l'échantillon a été scanné à 10 hauteurs espacées de 1.5 mm dans la zone localisée afin d'obtenir une série de sections adjacentes et de pouvoir faire une reconstruction complète de la dite zone (figure 5.24). Afin de suivre des régions « identiques » de l'échantillon tout au long de l'essai (i.e. faire un suivi des points matériels de l'échantillon lorsque celui-ci se raccourcit), les hauteurs des sections ont été ajustées à chaque étape à l'aide de la mesure de déformation axiale en faisant l'hypothèse d'une déformation homogène. Notons que lors des phases de mesures, le chargement axial est arrêté afin d'éviter des problèmes de qualité d'image dus au mouvement de l'échantillon. Il s'est avéré par la suite que, le temps de mesure étant assez rapide, il n'est pas nécessaire d'arrêter le chargement pour scanner une hauteur. Plusieurs coupes à mi-hauteur ont ainsi été effectuées durant les essais LBU04 et LBD05.

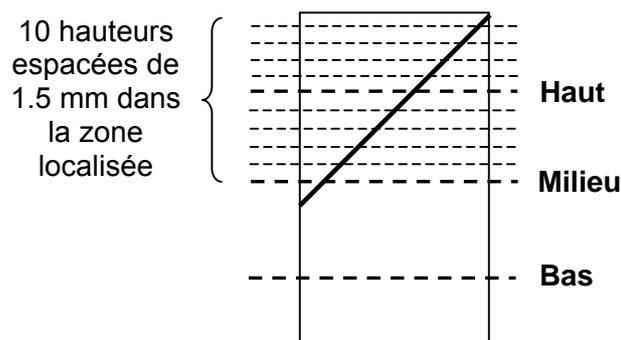


Figure 5.24 : Schéma de principe des positions des tomographies.

Les phases de reconstruction des images sont très longues ainsi seules les tomographies des essais LBU01 et LBD02 sont disponibles dans leur quasi globalité. Comme LBD03 est un essai qui n'a pas été mené à son terme, nous avons finalement choisi de ne pas reconstruire les images. Quelques étapes de la section à mi hauteur des échantillons LBU04 et LBD05 sont disponibles. Nous allons commencer par exposer l'essai LBD02 car il est le plus complet en ce qui concerne le nombre de tomographies disponibles et de plus, des lames minces ont été prélevées pour les analyses à l'échelle de la microstructure. Nous évoquerons ensuite quelques résultats issus des essais LBU01, LBU04 et LBD05.

- **Essai LBD02**

LBD02 est un essai consolidé drainé avec une valeur de contrainte moyenne effective initiale de 150 kPa. La figure 5.25 montre la contrainte déviatoire  $q$  et la déformation volumique en fonction de la déformation axiale  $\varepsilon_a$ . Le déviateur de contrainte est calculé en divisant la force mesurée par la section initiale de l'échantillon. La déformation axiale est calculée comme  $\varepsilon_a = -\ln(H/H_0)$  avec  $H_0$  la hauteur initiale de l'échantillon et  $H$  la hauteur en cours d'essai déduite de la mesure effectuée par le LVDT ; il en est de même pour le calcul de la déformation volumique  $\varepsilon_v = -\ln(V/V_0)$  avec  $V_0$  volume d'échantillon initial et  $V$  volume en cours d'essai. Les chiffres placés sur la courbe correspondent aux étapes de mesures tomographiques. Les chutes du déviateur lors de ces phases sont dues à la relaxation de la contrainte conséquence de l'arrêt du chargement. Notons que ces phases de relaxation sont petites.

Sur la courbe contrainte-déformation, le déviateur augmente de manière linéaire jusqu'à environ 0.007 de déformation pour ensuite atteindre un pic entre 0.01 et 0.02 de déformation avec une valeur de pic de 550 kPa. Une phase de radoucissement suit jusqu'à l'établissement d'un plateau à partir d'une valeur de déformation de 0.03.

La variation volumique indique un comportement contractant en début d'essai qui devient ensuite dilatant peu avant la fin du pic et pendant le début de la phase de radoucissement. Ce moment correspond à l'apparition de la localisation. Ensuite, la déformation volumique augmente jusqu'en fin d'essai.

Notons que lors de l'étape 1 de mesures tomographiques, la variation volumique diminue ce qui indique une expansion radiale de l'échantillon (la déformation axiale est bloquée) lors de l'arrêt du chargement à cette étape.

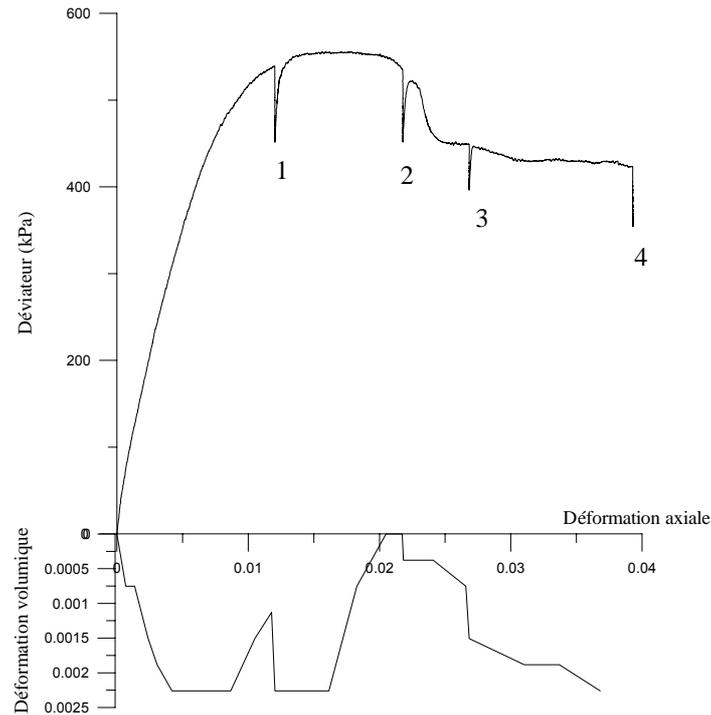


Figure 5.25 : Essai LBD02. Déviateur et déformation volumique en fonction de la déformation axiale. Les chiffres sur la courbe correspondent aux étapes de mesures tomographiques.

Les premiers résultats concernent la préparation des échantillons et les images brutes produites. La figure 5.26 est une coupe à mi hauteur de l'échantillon, en début d'essai avec à droite l'image brute et à gauche, après passage d'un filtre de lissage. L'observation principale est la couronne en gris clair présente en périphérie de la section (surface latérale de l'échantillon). Cette zone de plus haute densité et d'une épaisseur d'environ 0.3 mm traduit l'influence de la technique de préparation de l'échantillon, la scie à fil. D'un autre côté, aucune fissure (à la résolution d'observation) n'est visible en début d'essai. La scie à fil s'avère effectivement une technique de découpe non perturbatrice pour la matière, excepté dans une faible zone en peau d'échantillon. Ce premier résultat observé dans l'ensemble des essais est très important car il nous permet de confirmer que l'échantillon en début d'essai est non-perturbé. Cela signifie aussi que le matériau n'est pas fissuré in situ (au sens classique du terme), que les fissures observées en cours d'essai sont due au chargement mécanique, et non à la technique de préparation des échantillons, comme ça peut-être le cas avec d'autres techniques plus grossières.

La deuxième observation est que les images brutes sont « pixelisées » (coupe de droite dans la figure 5.26). De telles images sont représentatives du cas où pour une taille de grains donnée, la résolution soit n'est pas assez bonne si l'objectif est d'observer les grains, soit elle est trop bonne pour étudier à une échelle macroscopique. Dans ce dernier cas, ce n'est pas un inconvénient. Il suffit juste de lisser les images ce qui consiste à attribuer pour chaque pixel la valeur moyenne des pixels voisins. La campagne précédente d'essai n'avait pas montré ce phénomène ce qui est dû soit à une différence de taille moyenne grains (les échantillons des deux campagnes n'ont pas été prélevés dans le même bloc), soit à l'utilisation d'un détecteur plus précis et à l'amélioration des méthodes de reconstruction.

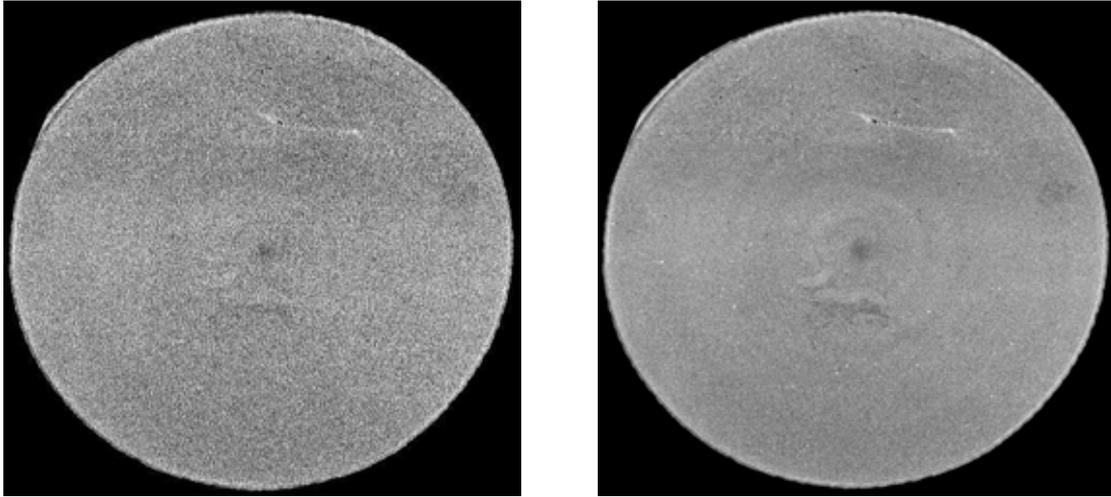


Figure 5.26 : LBD02. Coupe à mi hauteur en début d'essai. A gauche, image brute et à droite après lissage.

Intéressons nous maintenant aux observations en cours d'essai. La figure 5.22 représente tout au long de l'essai LBD02, trois régions de l'échantillon correspondant aux hauteurs nommées bas, milieu et haut dans la figure 5.24. Notons que la déformation globale de l'échantillon n'est pas uniforme ce qui nécessite de retrouver une même section dans les différentes étapes à l'œil nu. De plus, une fois que la déformation est localisée et que les deux blocs « glissent » l'un sur l'autre, il faut choisir une partie de l'échantillon à suivre puisque l'autre partie appartenant à l'autre bloc n'a pas le même déplacement axial global. Chaque colonne représente une même région de l'échantillon à différents moments de l'essai. La ligne du haut représente le début de l'essai (étape 0 sur la courbe contrainte-déformation) et celle du bas, la fin de l'essai (étape 4). Les trois lignes intermédiaires représente respectivement de haut en bas, les étapes 1, 2 et 3.

L'ensemble des coupes notamment les hauteurs du milieu et du bas font apparaître des zones de différentes densités pouvant laisser penser que l'on voit la stratification. Il semblerait que les échantillons ont été coupés parallèlement à la stratification. Nous avons menée avec S. Hall et H. Lewis une série d'analyses de propagation d'ondes ultra sonores sur les échantillons LBU01 et LBU04 à l'Institute of Petroleum Engineering de l'Université Heriot Watt à Edimbourg. Les résultats de cette étude qui sont présentés dans l'annexe 5-3, ainsi que les études à l'échelle de la microstructure présentées ultérieurement, confirment que les échantillons ont été prélevés parallèlement à la stratification. Ils ont été coupés à partir de blocs ce qui ne permet pas de se repérer dans l'espace. Ainsi, des précautions ont été prises afin de garder une cohérence dans l'orientation de l'ensemble des échantillons. La tomographie RX et ultra sonore nous a permis de déterminer l'orientation des échantillons (parallèle à la stratification) et confirmer la cohérence d'orientation entre les éprouvettes.

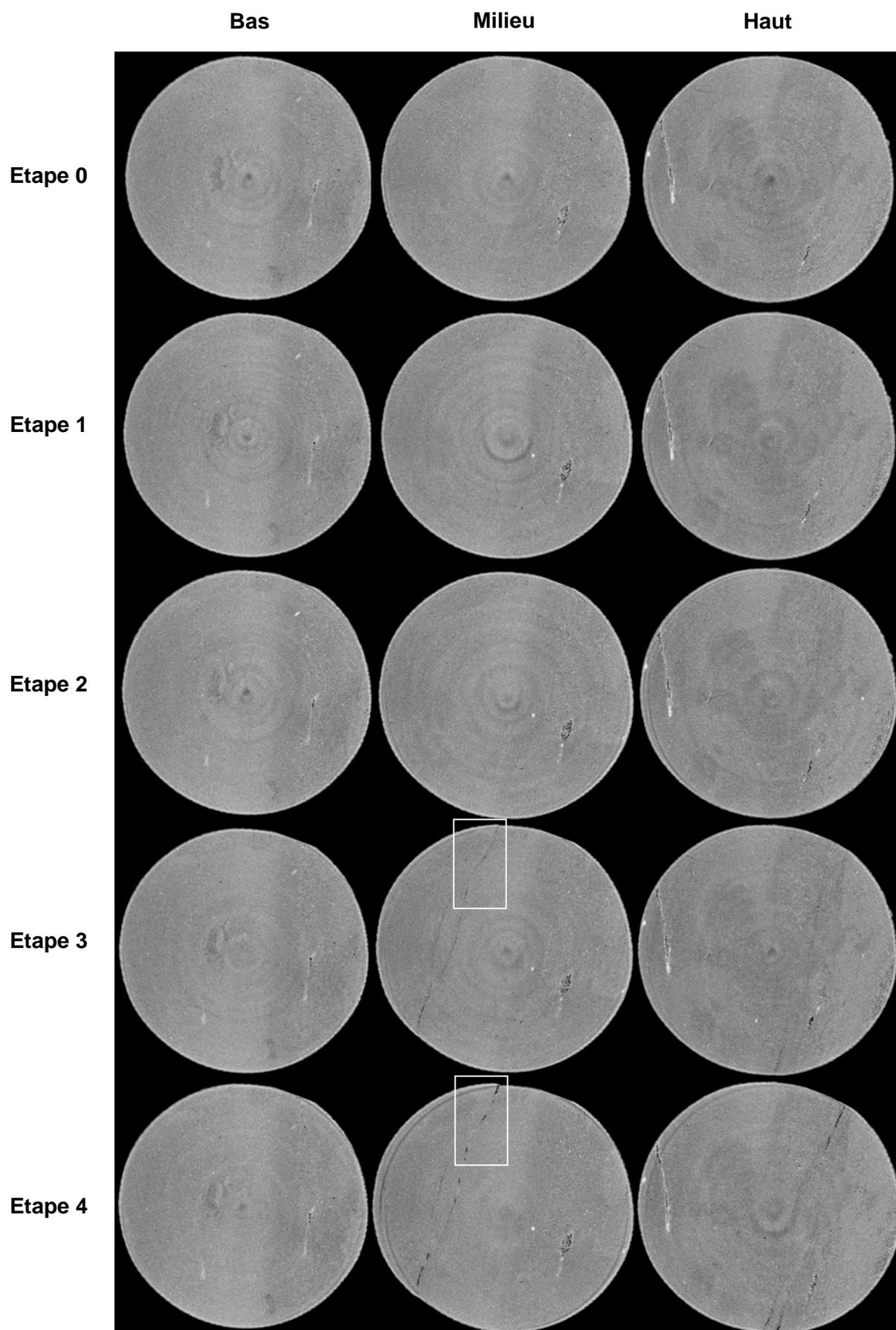


Figure 5.27 : LBD02. Coupes tomographiques de trois hauteurs en cours d'essai

Les premières étapes de tomographies (étapes 0, 1, et 2) ne montrent aucune évidence de figure de localisation. Les mesures de déformation volumique laissent penser, de par l'existence d'une dilatance subite au pic de contrainte, à l'apparition de la localisation au pic. Ainsi, une ou des figures de localisation sont probablement présentes à l'étape 2 mais les déformations volumiques induites localement ne sont pas assez importantes pour être mesurées avec la résolution utilisée. La figure de localisation n'est visible uniquement qu'à partir de l'étape 3. Elle est située dans les hauteurs du milieu et du haut et la coupe du bas n'apparaît pas endommagée tout au long de l'essai ce qui est en adéquation avec les observations à l'échelle macroscopique de l'échantillon après essai. La zone localisée est globalement plane et inclinée. Si elle apparaît simple dans son ensemble, elle est en fait localement plus complexe. La figure 5.27.bis présentent deux vues de détail de la zone localisée dans la section du milieu aux étapes 3 et 4, dont les moments sont indiqués sur la figure 5.25. Elle est composée en fait de deux zones localisées qui sont tortueuses et constituées sur les coupes d'une alternance de fissures (bandes noires), de parties dilatantes (bandes grises foncées) et de matériau apparaissant « intact » (i.e. même niveau de gris qu'au début de l'essai). Comme dans la campagne précédente, il n'y a pas évidence d'une zone de transition en densité en bordures des figures de localisation. La comparaison entre les deux étapes montre que les fissures ouvertes à l'étape 3 augmentent leur ouverture lors du raccourcissement global de l'échantillon et peuvent se propager en suivant les bandes dilatantes préalablement visibles à l'étape 3. De plus, plusieurs nouvelles fissures apparaissent dans les zones initialement dilatantes.

Ces observations vont dans les sens du scénario proposé par exemple par Tillard et al. (1993) et Scavia et al. (1997), à savoir que les discontinuités fortes sont précédées par une zone localisée de cisaillement. En d'autres termes, la localisation apparaît d'abord sous la forme de bande de cisaillement. Les fissures se créent ensuite à partir de ces zones de concentration de la déformation puis se propagent en suivant les bandes.

Notons qu'entre les étapes 3 et 4, des zones visiblement plus denses ont été créées dans la région localisée (zones indiquées par les flèches dans la figure 5.27.bis). L'orientation de la coupe tomographique de la figure 5.27 ne nous permet pas de conclure sur l'origine de ces zones plus denses. En effet, le vecteur déplacement du mouvement relatif des deux blocs le long de la zone localisée n'est pas compris dans le plan de la coupe tomographique.

Les observations en cours d'essais montrent clairement qu'avec la tomographie et la résolution d'observation utilisée, la zone localisée n'est vraiment visible qu'en fin d'essai quand les parties ouvertes sont plus nombreuses. Notons que les zones ouvertes sont principalement situées en bord d'échantillon. Cette tendance (dilatance plus forte en périphérie) a également été observée dans d'autres géomatériaux comme du grès (Bésuelle et al. 2000, Bésuelle 2004).

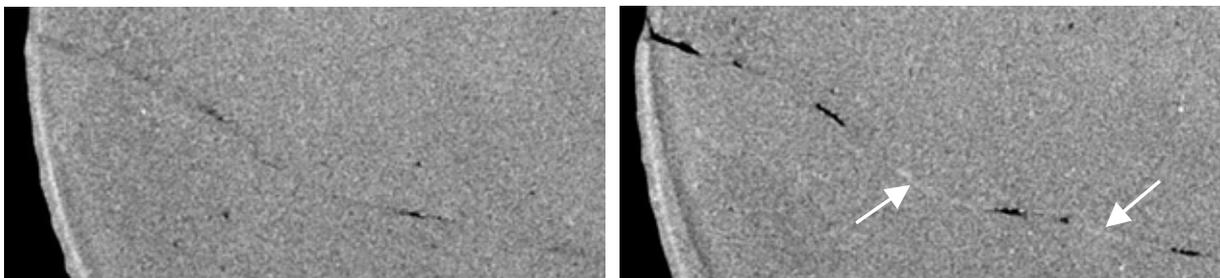


Figure 5.27.bis : LBD02. Vues de détail de la figure 5.27. Coupe du milieu à l'étape 3 (à gauche) et à l'étape 4 (à droite). Les flèches indiquent des zones de plus haute densité.

La figure 5.28 présente la zone localisée en fin d'essai et à 8 hauteurs différentes espacées de 1.5 mm (figure 5.24). La hauteur des coupes (zXXXXX) est donné en microns par rapport à la base de l'échantillon. L'observation de la zone dans son ensemble montre clairement qu'elle est assez complexe. Elle est composée de plusieurs zones plus ou moins tortueuses, globalement de même inclinaison et qui forment une structure globale complexe. La figure 5.28.bis détail de la coupe (z=22460) dans la figure 5.28, illustre la complexité de la structure globale.

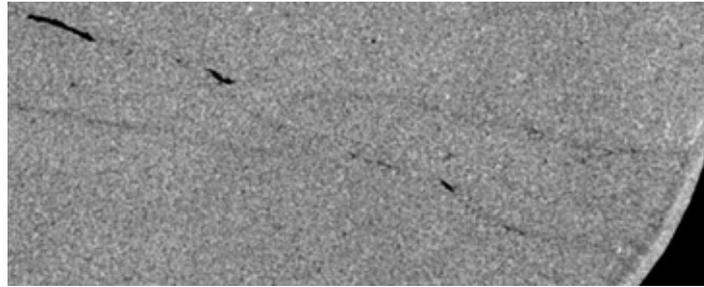


Figure 5.28.bis : LBD02. Vue de détail de la figure 5.28.

Plusieurs inclusions de grande taille sont visibles (par exemple, dans les hauteurs z22460 et z29960 dans la figure 5.28) et aucune d'entre elles n'a apparemment joué un rôle dans la localisation. Nous aurions pu penser que les différences de déformabilité entre les inclusions et la matrice pourraient être à l'origine ou jouer un rôle dans la propagation de la localisation.

Les variations volumiques ne sont localement pas assez importantes pour que la mesure détecte la localisation. Par contre, les mesures globales de l'évolution de la densité moyenne en cours d'essai sont en accord avec la variation volumique globale de l'échantillon comme le montre la figure 5.29. Les mesures du coefficient d'atténuation massique moyen proche de la densité moyenne (*CT value*), montrent une augmentation entre les étapes 0 et 1, une stabilisation entre 1 et 2, une chute d'environ 1 % entre 2 et 3 et à nouveau une augmentation entre 3 et 4. La résolution de mesure ne permet pas de mesurer les faibles variations volumiques locales mais permet de suivre l'évolution globale. Des études sur la zone de mesure (taille et emplacement) ont montré que cette évolution est homogène dans l'échantillon (voir annexe 5-4).

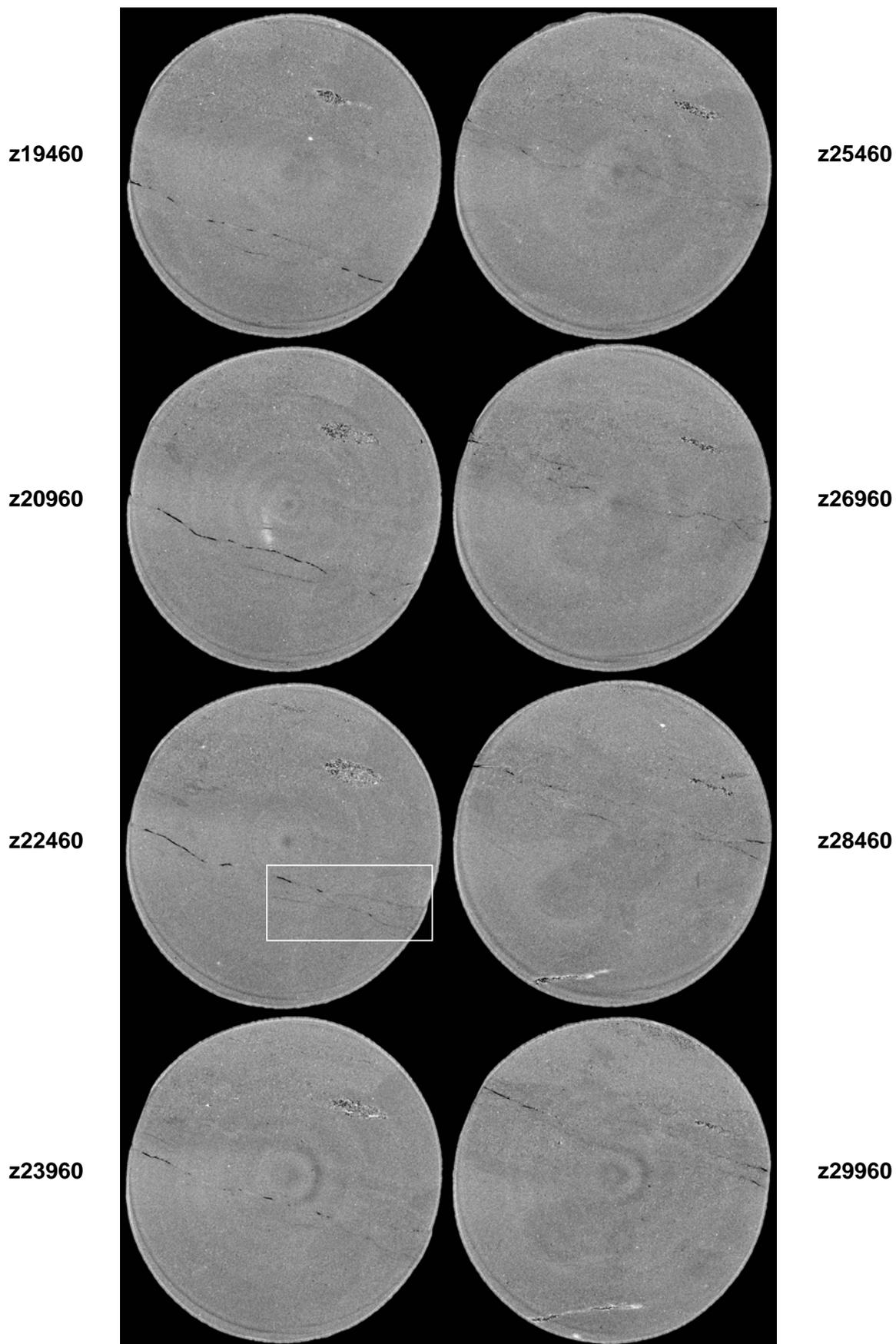


Figure 5.28 : LBD02. Coupes tomographiques de la zone localisée à différentes hauteurs en fin d'essai. Les hauteurs (zXXXXX) sont données en microns par rapport à la base de l'échantillon.

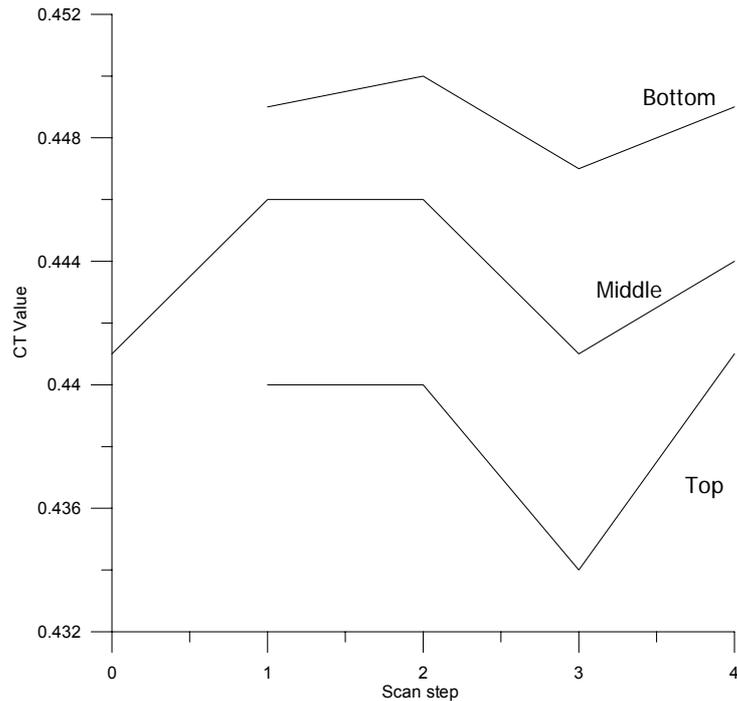


Figure 5.29 : LBD02. Evolution du coefficient d'atténuation massique des hauteurs bas, milieu et haut en cours d'essai.

- **Essai LBU01**

LBU01 est un essai consolidé non drainé avec une valeur de contrainte moyenne effective initiale de 130 kPa. La figure 5.30 montre le déviateur de contrainte et l'excès de pression interstitielle en fonction de la déformation axiale. Sur la courbe contrainte-déformation, le déviateur augmente de manière linéaire jusqu'à environ 0.01 de déformation axiale pour ensuite atteindre un pic à 0.014 de déformation axiale avec une valeur de 620 kPa. Une phase de radoucissement suit jusqu'à l'établissement d'un plateau à partir de 0.025 de déformation axiale.

L'excès de pression interstitielle indique un comportement contractant ( $\Delta u > 0$ ) en début d'essai qui devient ensuite dilatant ( $\Delta u < 0$ ) vers une valeur de déformation axiale de 0.07. L'excès de pression de pore redevient nul peu avant le pic pour ensuite présenter à 0.015 de déformation axiale, un pulse de pression i.e. augmentation et réduction soudaines et importantes. Notons que ce *pulse* correspond à plusieurs valeurs mesurées et n'est donc pas un bruit. Ce phénomène correspond probablement au moment de la localisation. Il a été quelques fois observé dans les matériaux à grains fins (par exemple Viggiani et al. (1993), (1994)) notamment lors d'essais biaxiaux effectués sur ce même matériau (Charrier et al. 2001). L'excès de pression interstitielle se stabilise ensuite autour de la valeur nulle.

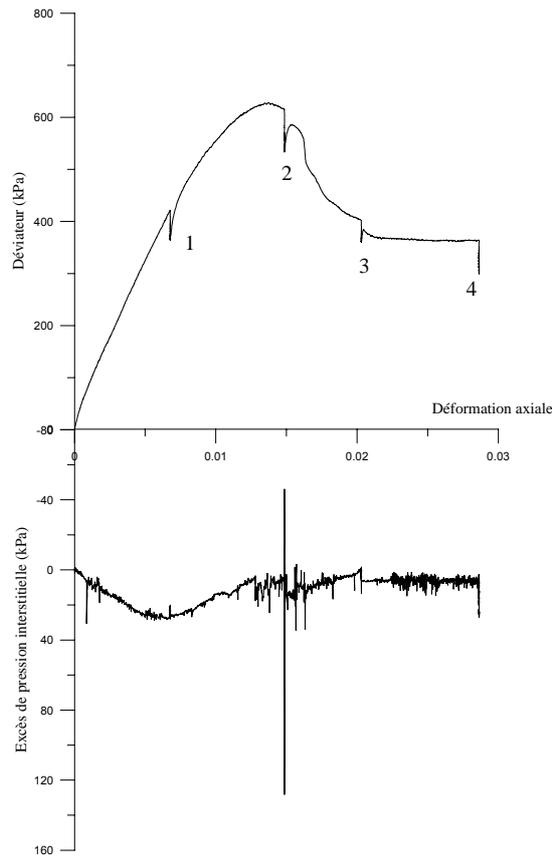


Figure 5.30 : Essai LBU01. Déviateur et excès de pression interstitielle en fonction de la déformation axiale. Les chiffres sur la courbe correspondent aux étapes de mesures tomographiques.

Les principales observations faites sur l'essai LBD02 (zone localisée visible uniquement après le pic, complexité de la zone, absence de zone de transition en densité au voisinage de la zone, et fissures créées à partir de zones initialement dilatantes) sont retrouvées dans l'essai LBU01. La figure 5.31 présente la zone localisée en fin d'essai et à 10 hauteurs différentes espacées de 1.5 mm (figure 5.24). La figure de localisation n'est pas forcément plane, notamment dans la partie haute de l'échantillon. A l'approche de la tête, elle contourne le centre de l'échantillon et ainsi, semble épouser la forme globale l'échantillon (figure 5.31.bis). Il y a évidence d'un effet d'extrémité. Des cônes de freinage sont créés par le frottement à chaque extrémité de l'échantillon malgré les précautions prises pour minimiser le freinage (application d'un lubrifiant entre les extrémités de l'échantillon et les embases). Lorsque la figure de localisation rencontre un cône de freinage elle a tendance à épouser sa forme.

La largeur moyenne de la zone localisée en fin d'essai est de l'ordre de 90  $\mu\text{m}$  pour LBU01. Nous rappelons que pour LBD02, elle est de l'ordre de 50  $\mu\text{m}$ . Cette observation concerne uniquement deux essais. Il serait donc dangereux de généraliser cette observation en concluant que la zone localisée est plus large en conditions non drainées.

Enfin, l'échantillon notamment dans sa partie haute, présente une forte hétérogénéité de composition. De nombreuses zones riches en limons et présentant une importante macroporosité sont visibles (figure 5.31.bis). De plus, une zone de haute densité probablement riche en quartz et en calcite est visible dans les hauteurs z27360 et z28860.



Figure 5.31 : LBU01. Coupes tomographiques de la zone localisée à différentes hauteurs en fin d'essai. Les hauteurs (zXXXXX) sont données en microns par rapport à la base de l'échantillon.

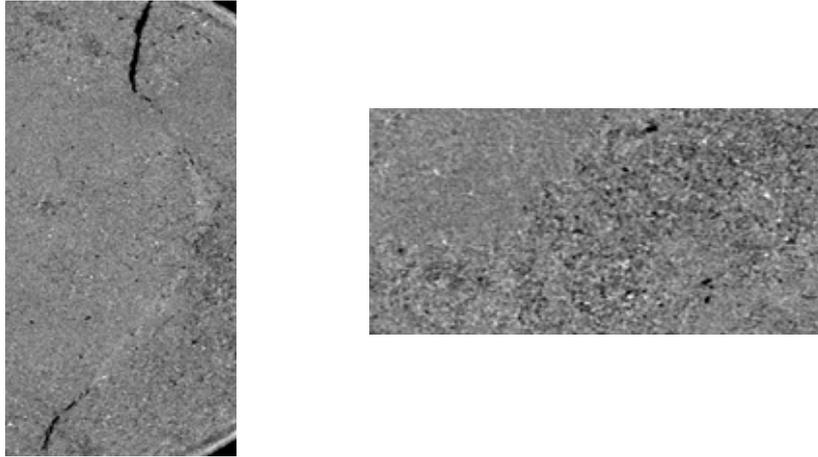


Figure 5.31.bis : Vues de détail de la figure 5.31. Hauteur z33360 à gauche et z27360 à droite.

- **Essais LBU04 et LBD05**

LBU04 et LBD05 sont des essais réalisés respectivement en condition non drainée et drainée avec une contrainte moyenne effective initiale (à la fin de la consolidation) de 600 kPa.

La figure 5.32 montre la réponse mécanique de l'essai non drainé LBU04 (déviateur de contrainte et l'excès de pression interstitielle en fonction de la déformation axiale). Sur la courbe contrainte-déformation, le déviateur augmente de manière quasi linéaire jusqu'à environ 0.007 de déformation pour ensuite former un large pic compris entre 0.01 et 0.045 de déformation. En fait, à 0.01 de déformation, le déviateur réduit sa vitesse d'augmentation pour ensuite atteindre doucement la valeur de 880 kPa et chuter à 0.04 de déformation. Une phase de radoucissement intervient ensuite jusqu'à la fin de l'essai. Les chutes du déviateur lors de ces phases sont dues à la relaxation de la contrainte axiale conséquence de l'arrêt du chargement. Notons que ces phases de relaxation sont petites.

L'excès de pression interstitielle augmente pendant tout l'essai, signe d'un comportement contractant. Notons que l'effet de la relaxation de la contrainte axiale lors des phases de mesures tomographiques, est petit sur l'excès de pression interstitielle sauf pour l'étape au début de la phase de radoucissement.

La figure 5.33 montre la réponse mécanique de l'essai drainé LBD05 (déviateur de contrainte et déformation volumique en fonction de la déformation axiale). Sur la courbe contrainte-déformation, le déviateur augmente de manière linéaire jusqu'à environ 0.007 de déformation pour avoir une perte de pente puis augmenter à une valeur de pic de 800 kPa en fin d'essai (déformation finale 0.06). La variation volumique augmente tout au long de l'essai, signe d'un comportement global contractant.

L'essai LBD05 présente un comportement ductile ce qui est en accord avec les observations faites sur ce matériau pour des contraintes moyennes effectives élevées en conditions drainées (par exemple Tillard (1992), Charrier et al. (2001)). Notons qu'un autre essai (LBD03) a été mené dans des conditions identiques. La réponse a été moins ductile et l'échantillon a « localisé » car la chute du confinement (problème de bouteille d'air comprimé) durant la fin d'essai a entraîné une chute des contraintes moyennes effectives ce qui a modifié le chemin de contrainte suivi dans l'essai, favorisant un comportement plus fragile accompagné d'une localisation de la déformation.

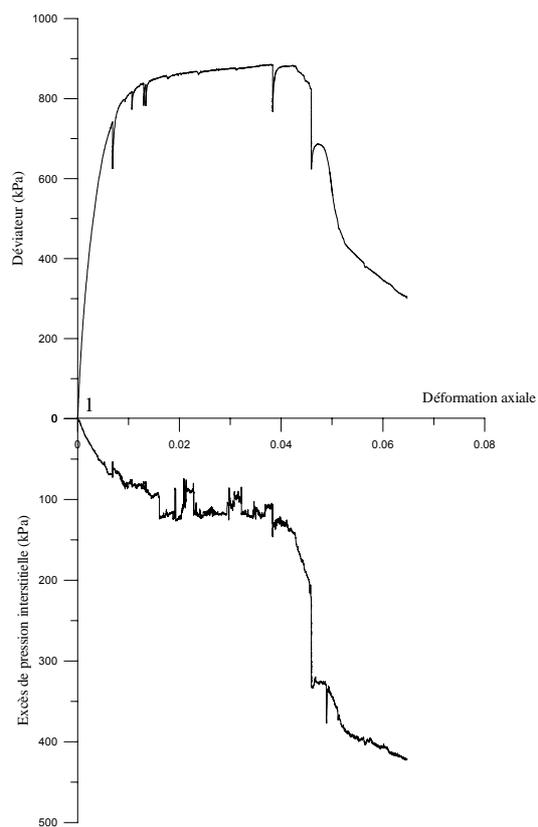


Figure 5.32 : LBU04. Déviateur et excès de pression interstitielle en fonction de la déformation axiale.

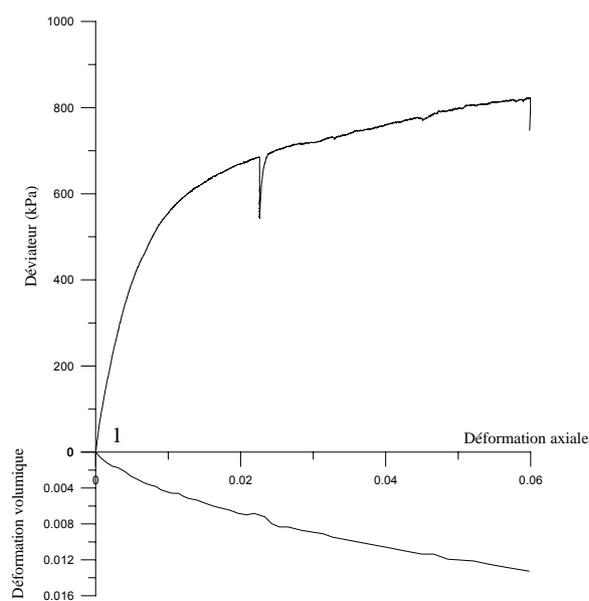


Figure 5.33 : Essai LBD05. Déviateur et déformation volumique en fonction de la déformation axiale.

La figure 5.34 montre les coupes du milieu en fin d'essai avec à gauche, l'essai LBU04 et à droite, l'essai LBD05. La coupe LBU04 n'est pas entière à cause d'un problème de transfert lors du rapatriement des images. Néanmoins, la zone localisée est visible. Elle semble unique et est composée d'une alternance de fissures, de bandes dilatantes et de bandes contractantes.

L'échantillon LBD05 ne présente aucune figure de localisation ce qui est en adéquation avec la réponse ductile du matériau (absence de pic dans la courbe contrainte-déformation).

L'observation des deux échantillons, dans différentes hauteurs montre comme pour l'essai LBD02 des zones parallèles de composition différente. Il confirme encore une fois que les échantillons ont été carottés parallèlement à la stratification.

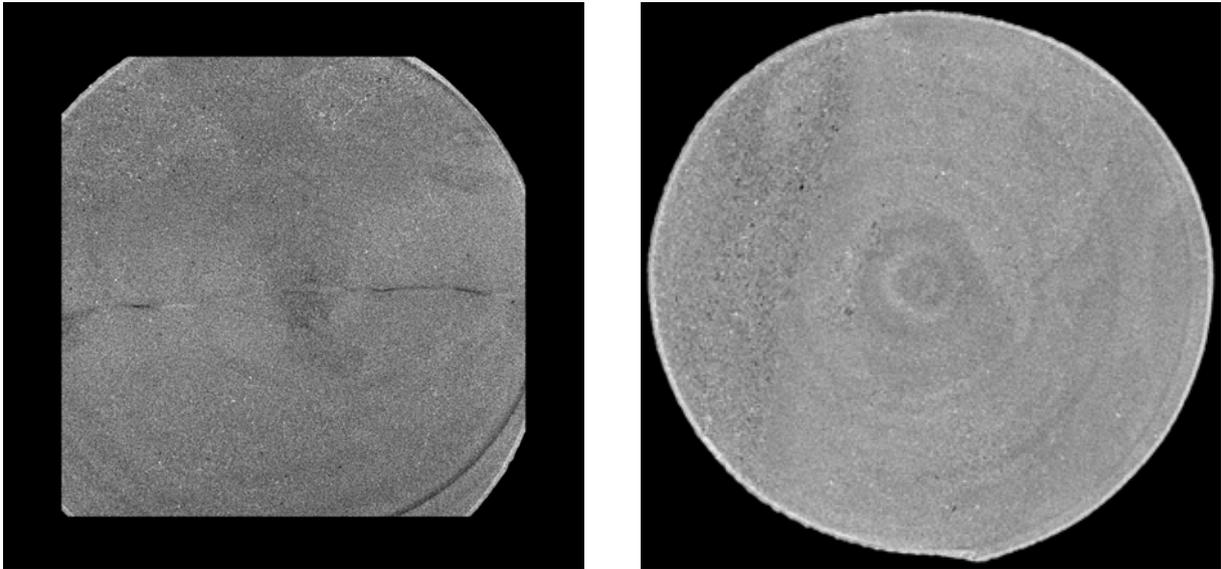


Figure 5.34 : Coupes tomographiques du milieu en fin d'essai. LBU04 à gauche et LBD05 à droite.

- **Observations à l'échelle de la microstructure**

Des lames minces ont été prélevées et observées au MEB par S. Raynaud sur l'échantillon LBD02. Pour prélever les lames, l'échantillon a été séché à l'air libre puis imprégné de résine. Les régions étudiées sont le bas, le milieu et le haut de l'échantillon mais ne correspondent pas exactement aux hauteurs définies dans les mesures tomographiques (figure 5.24). Dans chaque zone, deux lames ont été prélevées selon deux orientations différentes : une horizontale (plan des coupes tomographiques) et une verticale (sens du chargement) perpendiculairement à la figure de localisation.

La figure 5.35 montre à gauche une photo de la lame mince horizontale dans le haut de l'échantillon et à droite quelques observations à l'échelle microscopique de la lame. La figure de localisation est visible dans le bas de la lame mince sous la forme de deux fissures avec une beaucoup plus ouverte que l'autre (50 et 250  $\mu\text{m}$ ). Plusieurs zones de fissures plus petites organisées en relais sont visibles dans le reste de la lame notamment en haut (zoom du haut). Ces fissures ont globalement la même orientation générale que la zone localisée. L'observation de ces zones semble indiquer qu'il y a au voisinage des fissures, une orientation privilégiée des particules dans le sens des fissures. Elles ont probablement été créées lors du séchage de l'échantillon en suivant des zones où les particules sont naturellement iso-orientées (stratification). L'observation de la zone localisée dans les lames horizontales (figure 5.35) et verticales (figure 5.36) ne met pas en évidence à son voisinage une orientation privilégiée des particules ni une zone de transition en porosité. Notons que dans la lame mince horizontale, la zone localisée contient des particules plus fines qui ont probablement été apportées des bords des fissures lors de l'imprégnation de l'échantillon en résine.

Le nombre d'observations effectuées est minime (quelques lames sur un échantillon). Seules quelques infimes parties des zones localisées ont été étudiées et il serait nécessaire de multiplier les observations pour obtenir des conclusions significatives vu l'hétérogénéité du matériau.

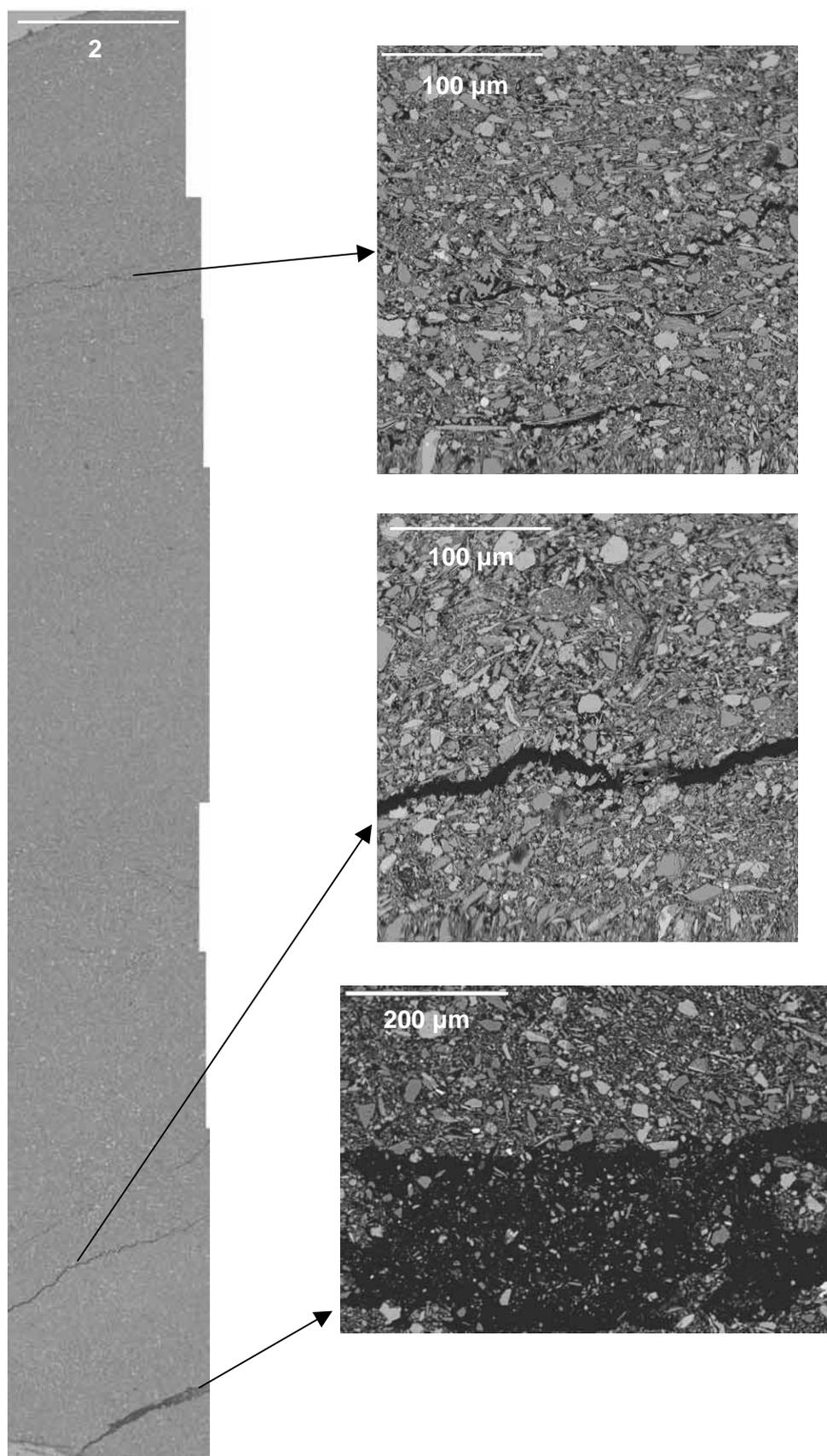


Figure 5.35 : LBD02. Lame mince dans le sens horizontal. A gauche, photo de lame et à droite observations au MEB dans divers endroits de la lame.

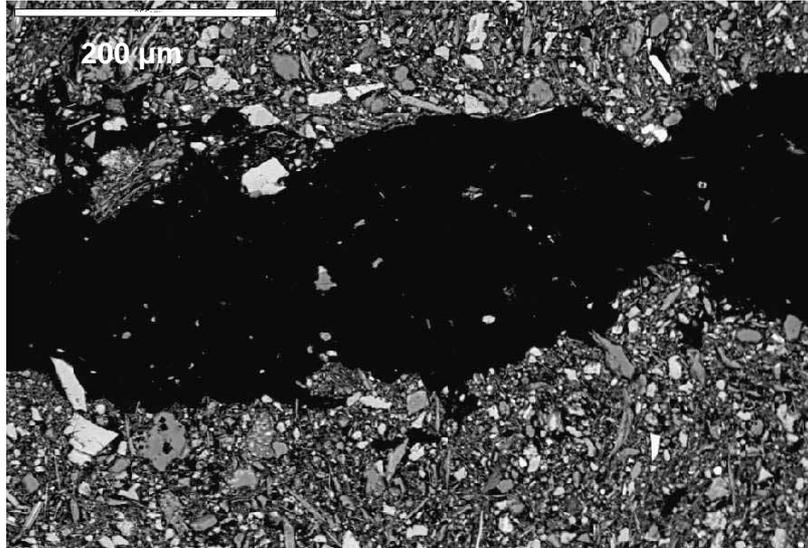


Figure 5.36 : LBD02. Observation au MEB de la zone localisée dans une lame mince verticale.

#### 5.4 BILAN : INTERETS ET LIMITES DE L'ETUDE

Une campagne d'essais *post mortem* (i.e. caractérisation tomographique après essai mécanique) a été réalisée sur des échantillons de marne de Beaucaire, prélevés sur des éprouvettes qui préalablement à cette étude, ont été testés en compression dans des conditions de déformation plane au sein de notre laboratoire (essai biaxial). Les observations tomographiques (échelle microscopique) ont montré une cohérence dans la forme globale, l'inclinaison et l'emplacement des zones localisées, avec les observations à l'échelle macroscopique de l'échantillon biaxial. Cependant, elles ont prouvé que la nature et l'organisation des figures de localisation sont différentes. En effet, à l'échelle macroscopique, les zones localisées apparaissent la plupart du temps comme des bandes de cisaillement uniques et rectilignes alors qu'en réalité, elles ne sont généralement pas uniques, et sont plutôt des fissures ouvertes, ou une alternance de fissures ouvertes et de bandes de plus haute densité que le reste du matériau, et dont l'organisation spatiale est plus ou moins complexe. Enfin, les observations tomographiques ont mis en évidence que la cinématique de la localisation de la déformation associée à la géométrie locale de la zone localisée, crée le long de la discontinuité une alternance de zones de compression et de création de vides. Nous rappelons que l'ensemble de ces observations est réalisé sur des échantillons secs et issus d'essai mécanique. La période de séchage et le retrait des chargements en fin d'essai, ont probablement modifié les discontinuités et notamment leur nature.

Afin d'éviter ces problèmes et pouvoir étudier la chronologie du phénomène de localisation de la déformation, une installation triaxiale complète permettant de mener des essais en condition drainées ou non drainées, a été réalisée pour pouvoir effectuer des mesures tomographiques en cours d'essai, sous chargement déviatoire. Un ensemble de 5 essais a été réalisé avec deux valeurs de contrainte effective moyenne initiale  $p'_0$  (150 kPa et 600 kPa) afin d'étudier les comportements fragile et ductile du matériau. Pour chaque valeur de  $p'_0$ , les essais ont été effectués en conditions drainées ou non drainées.

Pour les essais à  $p'_0$  faible (i.e. 150 kPa), l'endommagement localisé se traduit, sous la forme d'une zone étroite, globalement plane et inclinée. Localement, elle est plus tortueuse et peut être composée de plusieurs discontinuités organisées dans l'espace, de manière plus ou moins complexe. La nature des figures de localisation n'est pas unique. En fin d'essai, elles sont composées généralement d'une alternance de fissures ouvertes, de bandes dilatantes et de zones apparaissant « intactes » sur les images tomographiques. Des bandes de plus hautes densités ont été aussi observées en fin d'essai.

Un des atouts majeurs de l'étude est que la progression du phénomène a pu être étudiée. Dans notre cas, les zones localisées ont été visibles après le pic de contrainte déviatoire sous la forme d'une alternance de bandes dilatantes, de fissures ouvertes et de zones de matériau apparaissant « intact ». Ensuite, lors de l'augmentation de la déformation axiale, les fissures ouvertes ont augmenté leur ouverture et se sont propagées suivant les bandes dilatantes. Il semblerait donc que la localisation apparaît d'abord sous la forme de bande de cisaillement (dilatantes dans ce cas). Les fissures se créent ensuite à partir de ces zones de concentration de la déformation puis se propagent en suivant les bandes. Ces observations vont dans le sens d'autres études qui proposent un tel scénario de la chronologie de l'endommagement localisé dans les roches argileuses (e.g. Tillard et al. (1993) et Scavia et al. (1997)). De plus, en fin d'essai, des zones de plus haute densité sont apparues avec l'augmentation de la déformation axiale. Nous pouvons raisonnablement penser avec les observations faites lors de l'étude *post mortem*, que ces zones sont dues à la cinématique du phénomène associée à la géométrie locale de la figure de localisation qui crée des zones de compression. Néanmoins, l'orientation des coupes tomographiques où ces zones ont été observées ne nous permet pas de complètement l'affirmer.

Pour les essais à  $p'_0$  élevées (i.e. 600 kPa), la rupture a été localisée en conditions non drainées, tandis qu'aucune localisation n'a pu être observée en conditions drainées, pour le niveau de déformation axiale atteint en fin d'essai. Les mesures tomographiques ont confirmées ces observations à savoir que pour l'essai non drainé, une zone localisée composée d'une alternance de fissures ouvertes, de bandes dilatantes et contractantes a été observée, alors que pour l'essai drainé, aucun endommagement localisé n'est visible. L'avantage de la marne de Beaucaire est que son comportement est similaire à de nombreuses autres roches argileuses (notamment l'argilite l'Est) mais pour des niveaux de contraintes beaucoup plus faibles.

Ces essais nous ont prouvé que la tomographie RX peut être utilisée pour caractériser l'endommagement et la rupture localisée dans les roches argileuses, et notamment la cinématique du phénomène. Néanmoins, la méthode peut présenter quelques limites.

L'ensemble des observations sont réalisées, ne l'oublions pas, avec une résolution spatiale de  $14 \mu\text{m}^3$ . Nous rappelons que les voxels observés (pixels dans les images) sont une valeur moyenne de la densité des composants présents à l'emplacement du voxel (*partial volume effect*). Ainsi, il est impossible de conclure réellement sur la nature des zones localisées lorsque celles-ci ont une largeur inférieure 2-3 fois la résolution spatiale. C'est pourquoi nous avons la plupart du temps parlé de zones dilatantes et non de bande de cisaillement dilatantes car la discontinuité peut aussi être une fissure de faible ouverture (par rapport à la résolution spatiale utilisée).

Une autre limite est que les temps de reconstruction et de manipulation des images sont énormes. Nous rappelons que la tomographie RX n'est pas une mesure directe (voir chapitre 3). Les images sont reconstruites à l'aide d'algorithmes appropriés, à partir des mesures d'atténuation des rayons X. Cette étape nécessite au final plusieurs jours pour seulement quelques images.

La dernière limite dans notre cas, est que l'échantillon n'a été scanné que sur quelques hauteurs de l'échantillon ce qui limite l'information en ce qui concerne l'organisation spatiale et le développement des zones localisées.

Cette étude présente quelques limites mais elles ne sont que temporaires. En effet, les évolutions technologiques de ces techniques sont très rapides. L'amélioration des résolutions spatiales, des temps de mesures, des algorithmes de reconstruction des images et des moyens informatiques permettront dans quelques années de ne plus être « freiné » par les limites évoquées. Le meilleur exemple pour illustrer la rapidité des améliorations techniques est que lors de la campagne d'essais menée sur l'argilite de l'Est (et que nous allons présenter au prochain chapitre), l'amélioration des temps de mesure (et aussi une hauteur d'échantillon plus faible) a permis de pouvoir scanner l'échantillon sur toute sa hauteur. Les zones localisées ont pu ainsi être caractérisées dans leur globalité.



**Chapitre 6 :**  
**ETUDE SUR L'ARGILITE DE L'EST**



L'objectif de l'étude est de caractériser l'endommagement de l'argilite de l'Est sous chargement déviatoire sur une ligne synchrotron. Les études sur la marne de Beaucaire nous ont permis de concevoir et de mettre au point des dispositifs adaptés à la combinaison d'essais mécaniques et de mesures tomographiques RX. Le dispositif expérimental utilisé pour étudier l'argilite de l'Est est la cellule triaxiale *microtomotriax3* (voir chapitre 4). Une première campagne a été menée en juillet 2004. Suite à des problèmes techniques sur la ligne synchrotron, seul un essai « test » a été effectué et la campagne a été reportée en octobre 2004 où trois essais complets ont été menés à trois niveaux de confinement différents afin d'étudier différents types de rupture. De plus, nous avons eu la possibilité de scanner un des échantillons avec une meilleure résolution spatiale quelques mois après essai. Nous présentons les résultats issus des mesures tomographiques (coupes 2D et reconstructions 3D) pour chacun des trois essais de la campagne d'octobre 2004 puis les résultats de mesures de champs de déformations en trois dimensions par des méthodes de corrélation d'images. Nous terminons par une discussion sur l'ensemble des résultats et les limites de la méthode.

Nous rappelons que les coupes tomographiques sont des images en niveaux de gris. Les pixels blancs correspondant à des zones de haute densité et les noirs à des zones de matériau non solide. Dans l'ensemble du chapitre, le matériau est supposé saturé donc les pixels noirs représentent de l'eau (ou de l'air s'il y a des phénomènes de cavitation). La résolution spatiale i.e. la longueur d'un côté de pixel, est de 14  $\mu\text{m}$ . L'ensemble des tomographies et des reconstructions en 3D présentées dans le chapitre est disponible sur DVD.

## 6.1 TOMOGRAPHIES

Les résultats sont présentés pour chaque essai. Nous terminons le paragraphe en évoquant les quelques résultats issus de la campagne « test » menée en juillet 2004. Dans l'ensemble du chapitre, la contrainte moyenne  $p$  est définie comme  $(\sigma_a + 2\sigma_r)/3$  et le déviateur de contrainte  $q$  comme  $(\sigma_a - \sigma_r)$  avec  $\sigma_a$  contrainte axiale et  $\sigma_r$  contrainte radiale.

### 6.1.1 Protocoles et configurations

Lors de la campagne en octobre 2004, trois essais ont été menés à trois niveaux différents de contraintes moyennes initiales  $p_0$  (1, 5 et 10 MPa) afin d'étudier les comportements fragile et ductile. Les échantillons sont issus du forage EST261 (profondeur 476 m). Afin de limiter leur perturbation lors de la découpe et de conserver leur teneur en eau naturelle, ils ont été découpés à la scie à fil et stockés selon le protocole expliqué chapitre 4. Ce sont des cylindres de 10 mm de diamètre élancement 2 dont l'orientation est perpendiculaire à la stratification. Le protocole d'essai est le suivant. Après une pesée de l'échantillon afin de vérifier que la teneur en eau n'a pas évolué pendant la période de stockage, l'échantillon est mis en place dans la cellule avec une membrane en néoprène. Une fois que l'ensemble du dispositif est en place sur la ligne synchrotron, la pression de confinement est appliquée. L'étape suivante consiste à appliquer le déviateur. Le chargement est contrôlé en déplacement et la valeur choisie est de 3  $\mu\text{m}/\text{min}$  soit une vitesse de déformation axiale de  $2.5 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$  (échantillon de 20 mm de hauteur). Cette valeur est un compromis entre une vitesse faible et des temps d'essai raisonnables pour le temps qui nous a été imparti par l'ESRF (60h). L'application du déviateur est arrêtée pour les mesures tomographiques afin d'éviter des problèmes de qualité d'images dues au mouvement de l'échantillon. Notons que l'essai ESTSYN03 est un essai où le chargement a été « rapide » (de l'ordre de 100  $\mu\text{m}/\text{min}$ ). Un deuxième essai (ESTSYN04) a été mené avec 5 MPa de pression de

confinement et une vitesse de chargement axial de 3  $\mu\text{m}/\text{min}$  mais des problèmes de stabilité du faisceau n'ont pas permis de reconstruire les images tomographiques. Le tableau 6.1 est un récapitulatif des essais menés et la figure 6.1 montre les échantillons après essai. Remarquons que l'échantillon ESTSYN02 est le seul à ne plus être cohésif en fin d'essai.

Nom essai	$p_0$ (MPa)	Vitesse chargement	Déviateur au pic	Déformation axiale au pic	Déformation axiale finale	Tomo
ESTSYN01	10	3 $\mu\text{m}/\text{min}$	28 MPa	0.035	0.062	Oui
ESTSYN02	1	3 $\mu\text{m}/\text{min}$	20 MPa	0.018	0.025	Oui
ESTSYN03	5	environ 100 $\mu\text{m}/\text{min}$	26 MPa	0.024	0.047	Oui
ESTSYN04	5	3 $\mu\text{m}/\text{min}$	25 MPa	0.024	0.035	Non

Tableau 6.1 : Récapitulatif des essais menés sur l'argilite de l'Est.

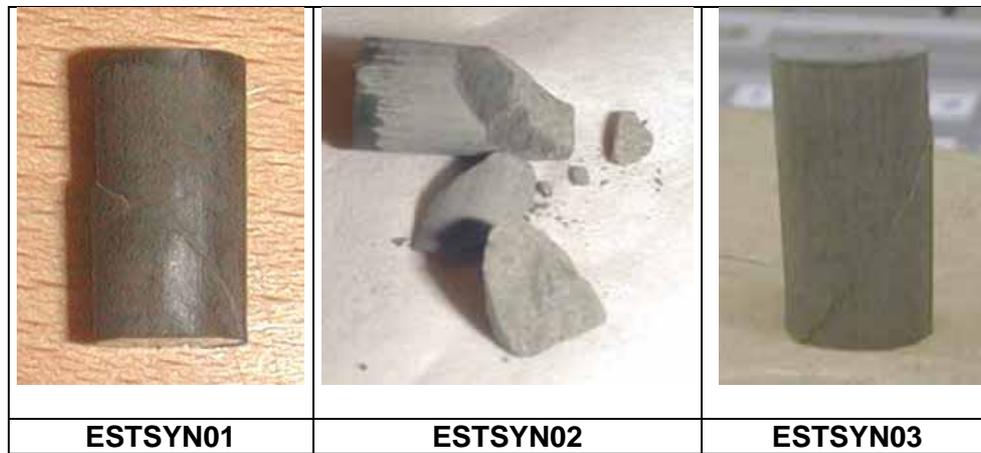


Figure 6.1 : Photographies des échantillons après essai.

Les évolutions rapides des technologies sur la ligne ID15 à l'ESRF nous ont permis d'obtenir des temps de mesures plus faibles que pour les campagnes sur la marne de Beaucaire. Une hauteur d'échantillon et des temps de mesure plus faibles ont permis à chaque fois de scanner l'échantillon sur toute sa hauteur. Les avantages de mesurer entièrement l'échantillon sont que des coupes verticales sur toute la hauteur de l'échantillon sont disponibles à partir des coupes horizontales et que des reconstructions en trois dimensions de l'ensemble de la zone localisée et des inclusions sont possibles. Dans l'ensemble des essais, l'échantillon a été scanné avant et après l'application du confinement puis plusieurs fois lors de la phase de chargement déviatoire (peu avant le pic, au pic et plusieurs fois durant la phase post-pic). En fin d'essai (i.e. sans chargement axial), l'échantillon a été scanné avant et après retrait du confinement.

L'ensemble des échantillons a été scanné à plusieurs hauteurs dont les positions sont présentées dans la figure 6.2. Nous rappelons que l'épaisseur d'une coupe correspond à la résolution spatiale soit 14  $\mu\text{m}$ . Lors de cette campagne, une section comporte 261 coupes ce qui correspond à une épaisseur de 3.65 mm. Afin de mesurer l'échantillon dans sa globalité (hauteur d'échantillon : 20 mm), il a été scanné à 6 hauteurs différentes espacées de 3.5 mm. Notons que les sections « se chevauchent » afin de s'assurer de mesurer entièrement l'échantillon. Les positions des sections sont fixes tout au long de l'essai. L'ensemble des tomographies pour les trois essais a été reconstruit.

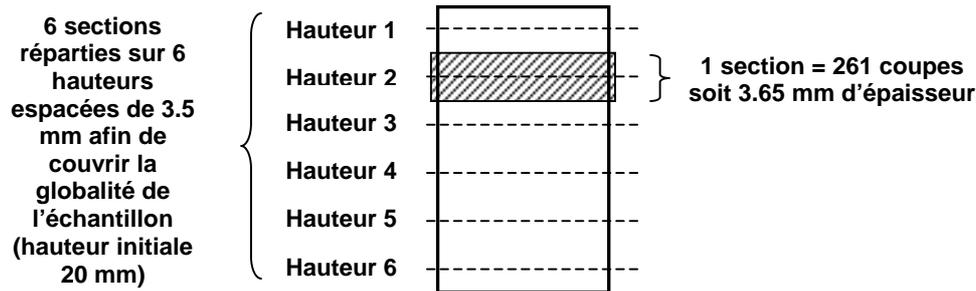


Figure 6.2 : Schéma de principe des positions des sections tomographiques.

### 6.1.2 Essai ESTSYN01

L'essai ESTSYN01 est le plus proche des conditions in situ i.e. la contrainte moyenne initiale  $p_0$  est proche de la contrainte totale in situ. Il est le plus complet d'un point de vue caractérisation car l'échantillon a aussi été scanné avec une meilleure résolution plusieurs mois après essai. Nous présentons les mesures avec résolution améliorée à la fin du paragraphe.

- Réponse mécanique

ESTSYN01 est un essai non consolidé, non drainé avec une valeur de contrainte moyenne initiale de 10 MPa. La figure 6.3 montre la réponse mécanique de l'échantillon (déviateur de contrainte en fonction de la déformation axiale) avec l'indication des différentes étapes de mesure tomographique. La déformation axiale est calculée comme  $\varepsilon_a = -\ln(H/H_0)$  avec  $H_0$  la hauteur initiale de l'échantillon et  $H$  la hauteur en cours d'essai déduite de la mesure de déplacement axial. Le déviateur de contrainte  $q$  est calculé en divisant la force axiale mesurée par la surface initiale de l'échantillon. Sur la courbe contrainte-déformation, le déviateur augmente de manière quasi linéaire jusqu'à environ 0.01 de déformation pour ensuite atteindre un pic à 0.035 de déformation avec une valeur au pic de 28 MPa. Une phase de radoucissement suit jusqu'à l'établissement d'un plateau à une valeur de déviateur de 19 MPa à partir de 0.05 de déformation. Les chiffres placés sur la courbe correspondent aux étapes de mesures tomographiques. Les chutes du déviateur observées pendant les phases de mesures tomographiques sont dues à la relaxation de contrainte conséquence de l'arrêt du chargement. Notons que ces phases de relaxation sont petites. De plus, il existe une étape 0 en début d'essai avant l'application du confinement et une étape 8 en fin d'essai après retrait du confinement.

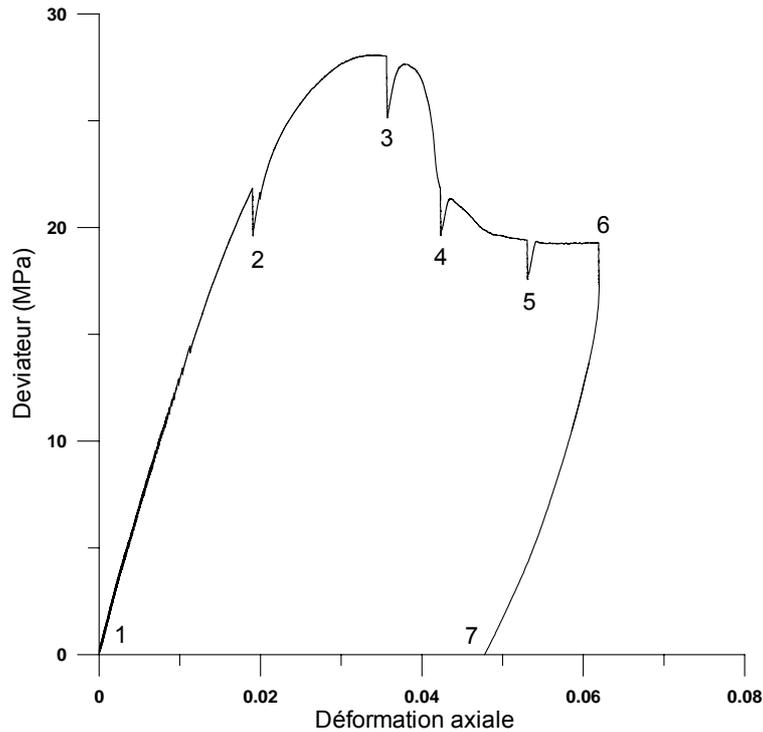


Figure 6.3 : ESTSYN01. Déviateur de la contrainte en fonction de la déformation axiale. Les chiffres sur la courbe correspondent aux étapes de mesures tomographiques.

- Résultats tomographiques

La figure 6.4 montre une coupe horizontale à mi-hauteur de l'échantillon en début d'essai. La couronne grise foncé autour de l'échantillon représente la membrane en néoprène. La première observation concerne l'état du matériau en début d'essai. L'échantillon ne semble pas avoir été perturbé par la phase de découpe. En d'autres termes, la découpe à la scie à fil n'a pas engendré de fissuration visible (tout du moins avec la résolution d'observation). Notons que la densification de la surface externe de l'échantillon observée avec la marne de Beaucaire (voir chapitre 5) n'est pas présente avec l'argilite de l'Est. Le matériau peut être considéré comme intact en début d'essai et ce résultat est observé dans l'ensemble des échantillons de la campagne d'essais. En fait, seul l'échantillon ESTSYN01 présente malgré les précautions prises lors de la découpe et de la mise en place, une fissure pré-existante en début d'essai. Elle est présente dans le haut de l'échantillon (figure 6.5). La vue de détail de la coupe verticale (à droite dans la figure) montre clairement la fissure avec d'autres de plus petite taille dans le sens de la stratification. Néanmoins, nous verrons par la suite que cette fissure n'a joué aucun rôle dans la rupture de l'échantillon en cours d'essai.

La deuxième observation concerne la composition du matériau. Les coupes confirment que l'argilite de l'Est est composée d'inclusions noyées dans une matrice. Les images brutes sont des cartes du coefficient d'atténuation massique ce qui permet avec les valeurs disponibles sur internet de déterminer la nature des inclusions principales (voir paragraphes 3.1.2 et 4.1.4). Notons que l'observation des images brutes (images 32-bit) est importante pour distinguer les inclusions car le passage à des images à 256 niveaux de gris (images 8-bit) réduit le contraste entre les différentes inclusions. Par exemple, des pixels représentant de la pyrite ont dans les images 8-bit une valeur de niveau de gris similaire à celle des pixels correspondant à de la calcite. La figure 6.6 illustre ce phénomène avec une inclusion composée de calcite et de pyrite. L'image brute (32-bit) à gauche montre clairement que l'inclusion est composée de deux matériaux différents. Les valeurs des pixels permettent de déterminer que l'on a des cristaux de pyrite noyés dans une zone de calcite. La figure à

droite montre la même inclusion en image 8-bit. Les pyrites sont alors confondues avec la calcite.

La résolution spatiale de nos observations tomographiques fait que seules les inclusions dont la taille est supérieure à 3 ou 4 voxels (i.e. supérieure à une cinquantaine de microns de côté) sont nettement visibles, et qu'il n'est pas possible de distinguer dans la matrice les phases argileuse et carbonatée. En fait, seules des zones plus riches en inclusions de petites tailles sont visibles comme le montre la vue de détail de la figure 6.4. Les inclusions les plus nombreuses dans les observations sont celles de calcite car beaucoup d'entre elles ont une taille importante notamment celles sous la forme de filon quasiment parallèle à la stratification (par exemple, l'inclusion au centre de l'échantillon dans la figure 6.4). Ce type d'inclusion a été observé par Chiarelli (2000) dans les observations microscopiques (figure 2.8 dans le chapitre 2) et selon l'auteur, sont des restes d'organismes. Peu d'inclusions de quartz ont été clairement observées car la valeur du coefficient d'atténuation massique est proche de celle de la matrice (argile et carbonate) et que dans nos échantillons peu de cristaux de grandes tailles sont présents. Les cristaux de pyrite présentent un coefficient d'absorption massique plus élevé que celui des autres composants ce qui permet de les distinguer. Néanmoins, leur taille réduite fait que seuls les pyrites regroupées en amas sont observables. Dans l'échantillon ESTSYN01, la présence de pyrite a uniquement été observée dans l'inclusion présentée figure 6.6.

Enfin, en ce qui concerne les images, elles sont de bonne qualité i.e. elles ne présentent pas d'artéfacts majeurs à l'exception de quelques-uns sous forme de cercles (voir figure 3.9 dans chapitre 3) et d'un point situé au centre de l'échantillon. Ces artéfacts sont reconnaissables et ne sont donc pas un problème pour les observations.

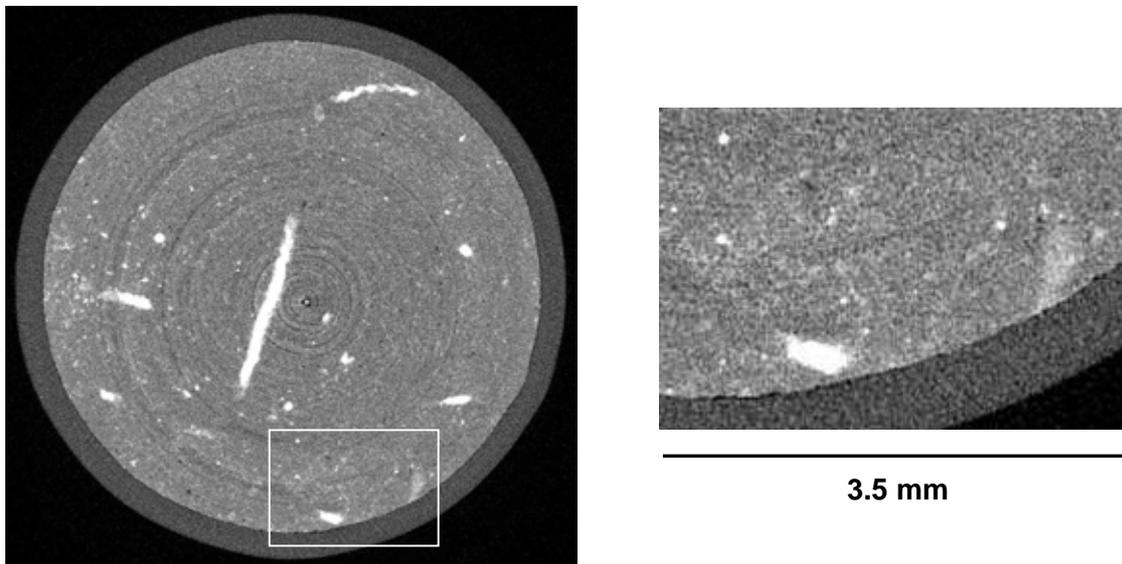


Figure 6.4 : ESTSYN01. Coupe horizontale à mi-hauteur en début d'essai (à gauche) avec une vue de détail de la zone indiquée par le rectangle blanc (à droite).

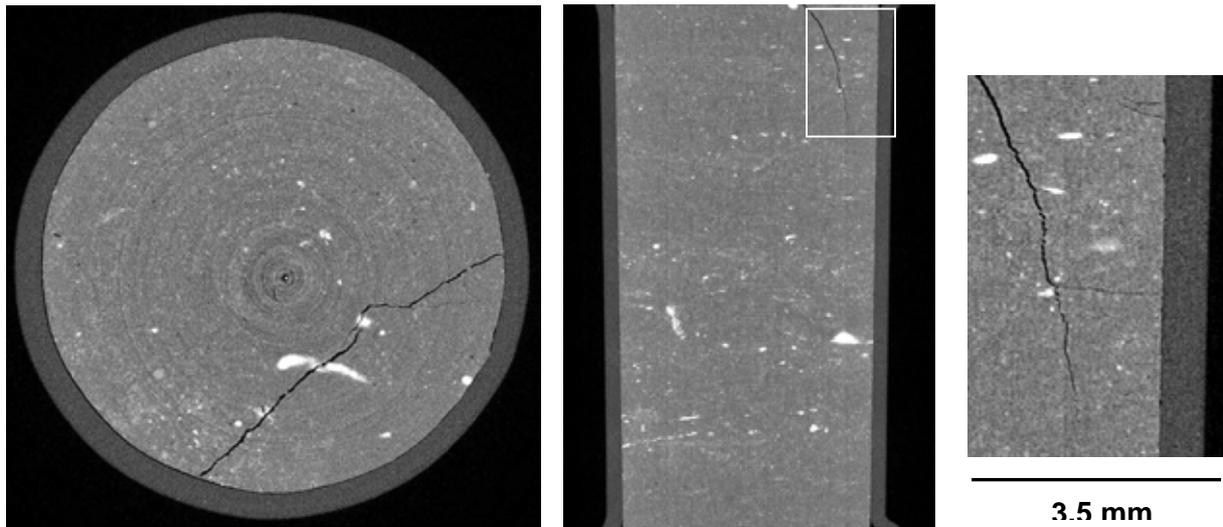


Figure 6.5 : ESTSYN01. Fissure pré-existante dans le haut de l'échantillon en début d'essai avant l'application du confinement. La figure de gauche est une coupe horizontale dans le haut de l'échantillon, celle du milieu une coupe verticale dans le milieu de l'échantillon et celle de droite, une vue de détail de la coupe verticale (rectangle blanc).

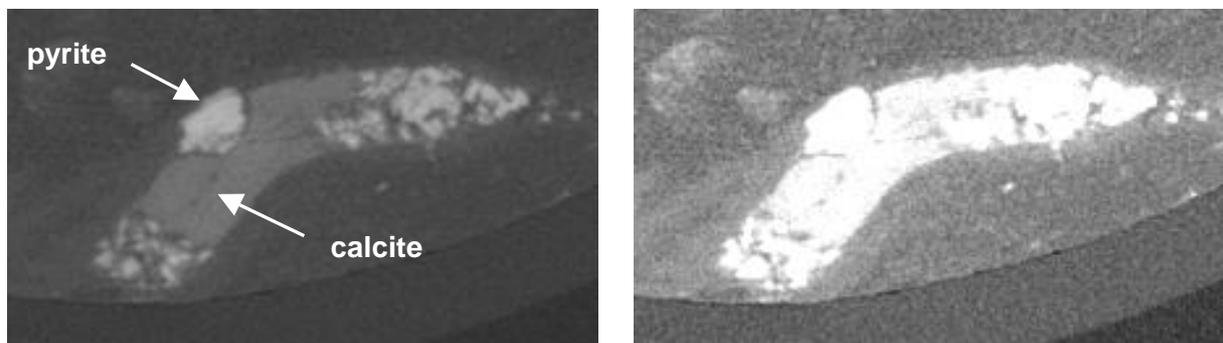


Figure 6.6 : ESTSYN01. Inclusion composée de calcite et de pyrite. Les figures sont des vues de détail issues d'une coupe horizontale à mi-hauteur de l'échantillon. A gauche, l'image brute (32-bit) et à droite après passage en 256 niveaux de gris (images 8-bit).

Observons maintenant l'échantillon en cours d'essai. La figure 6.7 montre une région « identique » de l'échantillon tout au long de l'essai en coupe horizontale. Les coupes sont issues des sections à la hauteur 5 dans la figure 6.2. Notons que du fait de la non-uniformité du champ de déformation, la recherche d'une région « identique » de l'échantillon aux différentes étapes est faite à l'œil nu à partir d'inclusions caractéristiques.

Lors des étapes correspondant au début de l'essai, avant le pic et au pic dans la réponse mécanique (étapes 1, 2 et 3 dans la figure 6.3), il n'y a pas évidence d'endommagement localisé (localisation de la déformation). L'étape 3 se situant au pic, la figure de localisation est peut être présente dans la coupe correspondante (ou tout du moins, elle a commencé à se développer) mais les déformations volumiques associées peuvent ne pas être assez importantes pour être mesurables avec la résolution spatiale utilisée et peut-être aussi avec la technique utilisée car la tomographie RX de transmission est limitée pour mesurer de faibles différences de densité.

La figure de localisation devient visible à partir de l'étape 4. La figure 6.7.bis montre des vues de détail d'une même zone de l'échantillon aux étapes 4 à 8. L'emplacement de la zone est indiqué sur la figure 6.7 par un rectangle blanc. A l'étape 4, la figure de localisation commence à être visible sous la forme d'une zone dilatante (zones gris foncé) large de 2-3 pixels (soit de l'ordre de 30-40  $\mu\text{m}$ ). Aux étapes suivantes (5, 6 et 7), elle est de plus en plus évidente car d'une part sa largeur et sa longueur augmentent (largeur d'environ 60  $\mu\text{m}$  à l'étape 7) et d'autre part, le glissement des deux blocs sur la zone localisée induit un décalage de matière nettement visible sur les côtés de l'échantillon. Les zones dilatantes sont principalement situées sur les côtés de l'échantillon. Il n'y a pas évidence de localisation dans le centre de l'échantillon qui apparaît « intact » (i.e. même niveaux de gris qu'au début de l'essai). L'observation de la matrice peut parfois suggérer une discontinuité mais aucune figure de localisation (bande de cisaillement ou fissure) n'est détectable. Finalement, la figure de localisation est la plus visible lors du retrait du confinement en fin d'essai (étape 8) car les zones initialement dilatantes s'ouvrent en fissure. Comme les zones dilatantes sont présentes sur les côtés de l'échantillon, les fissures ouvertes sont visibles principalement sur les côtés de l'échantillon. Le centre de l'échantillon même en fin d'essai après retrait du confinement, apparaît « intact ».

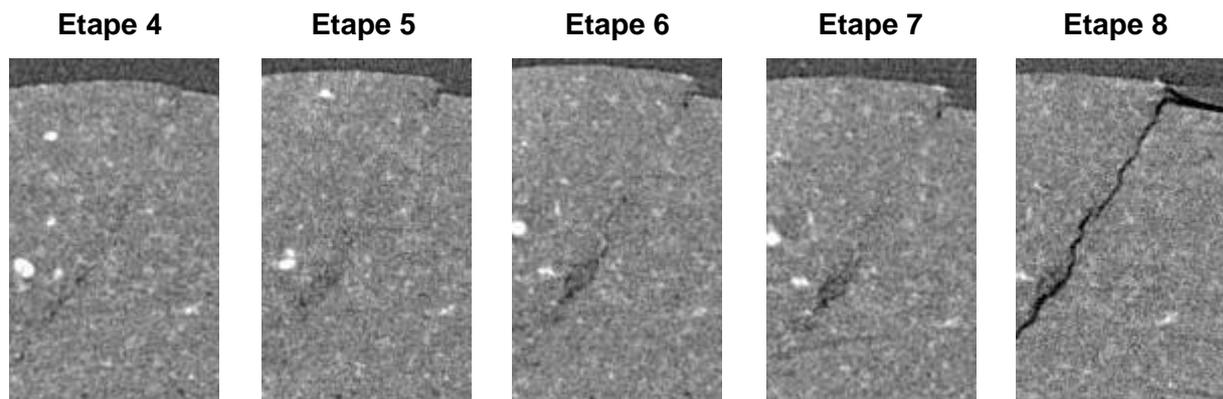


Figure 6.7.bis : ESTSYN01. Vues de détail de la figure 6.7 d'une même zone lors des étapes 4 à 8 (de gauche à droite). La largeur de la zone mesure 1.5 mm.

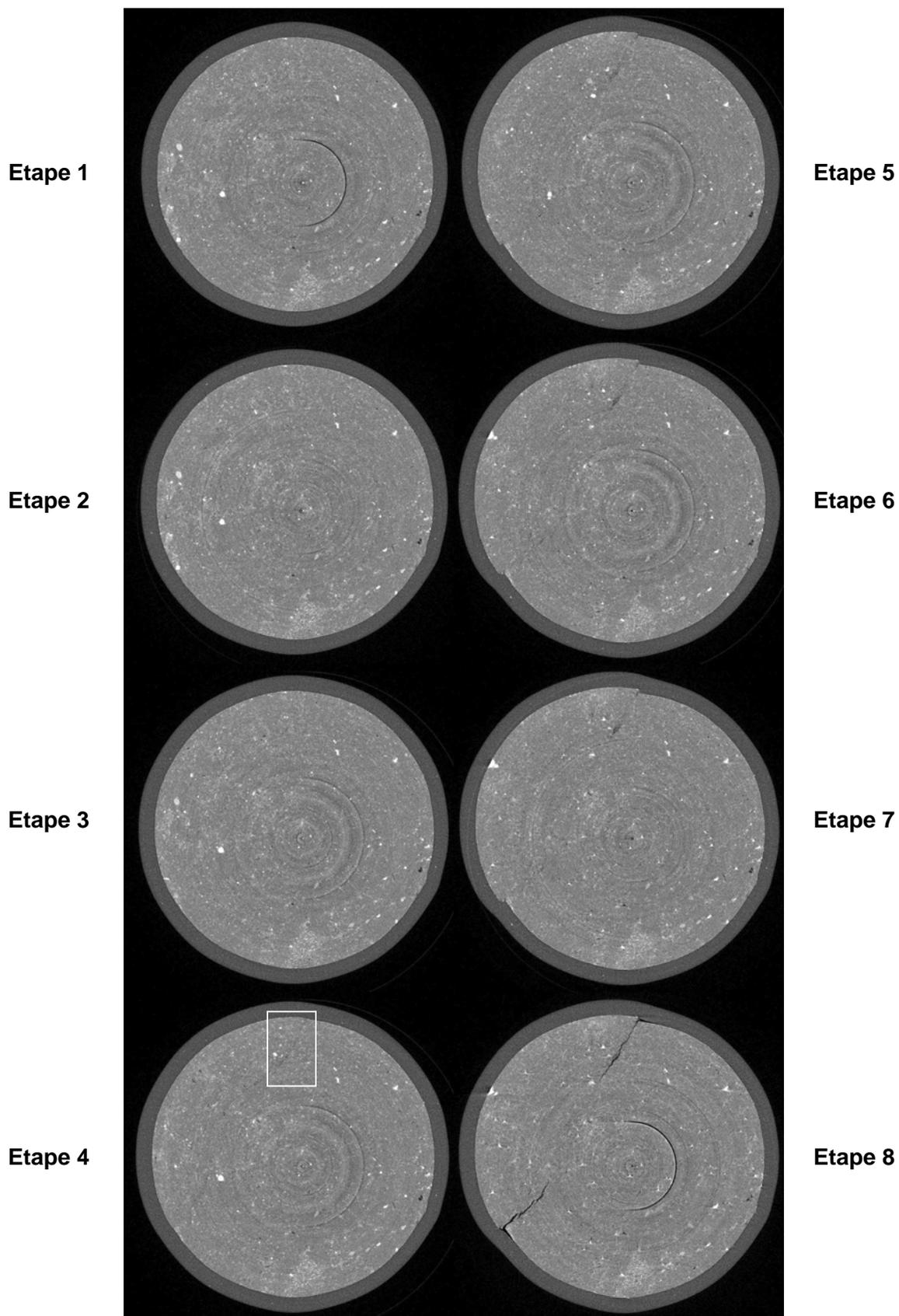


Figure 6.7 : ESTSYN01. Coupes tomographiques horizontales d'une région de l'échantillon en cours d'essai. Les étapes correspondent aux moments indiqués sur la figure 6.3.

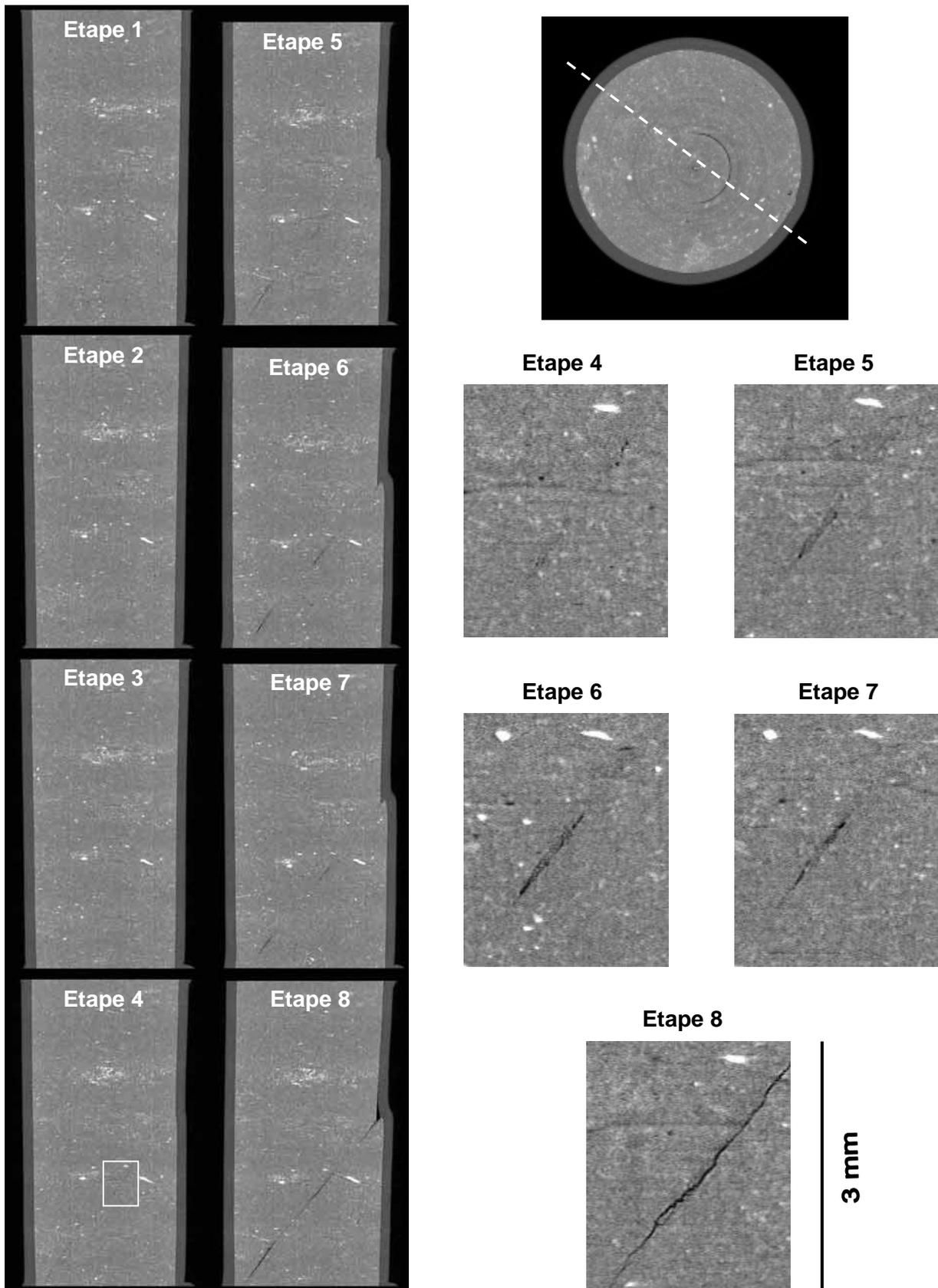
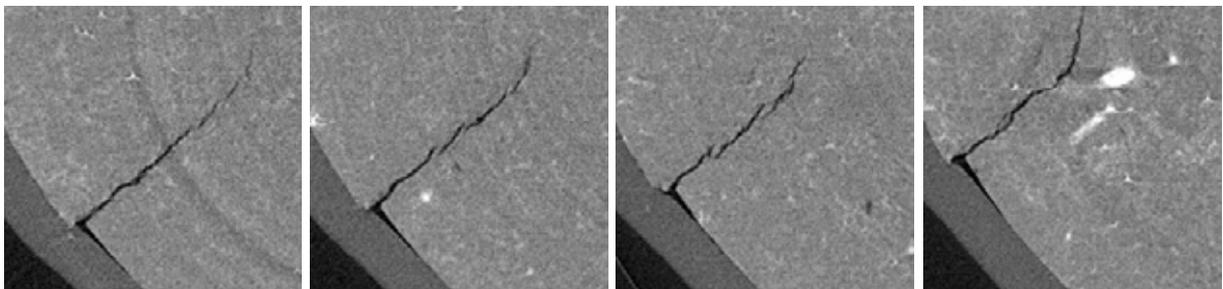


Figure 6.8 : ESTSYN01. Coupes verticales perpendiculaires à la zone localisée d'une région de l'échantillon en cours d'essai. L'emplacement des coupes est indiqué sur la coupe horizontale en haut à droite. Les vues de détail à droite correspondent à la région indiquée par le rectangle blanc lors des étapes 4 à 8.

La figure de localisation est plus évidente avec l'observation de l'échantillon sur des coupes verticales perpendiculaires à la zone localisée. La figure 6.8 montre une même zone verticale de l'échantillon au cours de l'essai. L'emplacement de la coupe verticale est indiquée sur la coupe horizontale en haut à droite de la figure. Le bas de l'échantillon qui est fixe lors des essais est placé au même niveau entre les coupes de la colonne de droite et de gauche. A droite de la figure, se situent des vues de détail de la zone représentée par le rectangle blanc (sur la coupe verticale de l'étape 4), au cours des étapes 4 à 8. Comme sur les coupes horizontales, la figure de localisation n'est visible qu'à partir de l'étape 4. Elle est dans cette coupe sous la forme de deux zones dilatantes et de zones « intactes ». Ensuite, elle est de plus en plus évidente avec l'accroissement en largeur et en longueur des zones dilatantes et parfois avec une ouverture en fissure. Le retrait du confinement accroît le phénomène d'ouverture des zones localisées dilatantes en fissures. Dans les coupes verticales de l'échantillon complet, le glissement des deux blocs sur la zone localisée est nettement visible avec les décalages de matière présents de part et d'autre de la zone. Ceci est particulièrement évident entre les étapes 4 et 5 puis, 5 et 6.

La zone localisée est apparemment unique, globalement plane et inclinée ce qui est en accord avec l'observation de l'échantillon à l'échelle macroscopique en fin d'essai (figure 6.1). Elle est localisée dans l'espace i.e. il n'y a pas évidence d'une zone de transition en densité à son voisinage. Elle est composée de plusieurs zones dilatantes, de fissures ouvertes en fin d'essai, et de zones « intactes ». La plupart des fissures ouvertes sont situées en périphérie de l'échantillon et les zones « intactes » sont majoritairement situées au centre de l'échantillon. L'ouverture de la figure de localisation en fissure est principalement due au retrait du confinement en fin d'essai. Le centre de l'échantillon semble « intact » avec la résolution d'observation. Les coupes verticales perpendiculaires à la zone permettent de mesurer l'orientation de la zone. Elle est globalement inclinée à 45° par rapport à l'axe de l'échantillon.

En fin d'essai lorsque de nombreuses zones sont ouvertes en fissure, une organisation spatiale en échelon est très souvent observée pour les fissures. De plus, les fissures en échelon semblent parfois coalescer pour former une fissure plus importante. La figure 6.9 illustre cette distribution spatiale en échelon et la possibilité de coalescence entre les fissures. Les figures sont issues de coupes horizontales espacées en hauteur de 300 µm les unes aux autres. Les deux figures du milieu montrent une distribution en échelon. Les figures placées à gauche et à droite i.e. quelques centaines de microns au-dessus ou en dessous des fissures en échelon, montrent que ces fissures ont coalescé pour former une fissure plus importante



*Figure 6.9 : ESTSYN01. Distribution spatiale et coalescence de fissures. Les coupes tomographiques sont issues de la hauteur 5 (figure 6.2) et espacées de 300 µm en hauteur (i.e. en allant de gauche à droite, chaque coupe est placée dans l'échantillon 300 µm plus bas que la précédente).*

La dernière remarque importante avec l'observation des images 2D concerne la fissure présente en début d'essai (figure 6.5). Une telle discontinuité représente une zone de faiblesse dans l'échantillon et nous aurions pu penser que la rupture lors de l'essai, allait s'initier à partir cette fissure pré-existante. En fait, elle n'a apparemment pas joué de rôle dans la localisation de la déformation. Au contraire comme le montre la figure 6.10 représentant une coupe horizontale de la fissure en début et en fin d'essai, nous constatons que l'application d'un confinement et du chargement axial ont entraîné une fermeture de la fissure qui s'est partiellement refermé.

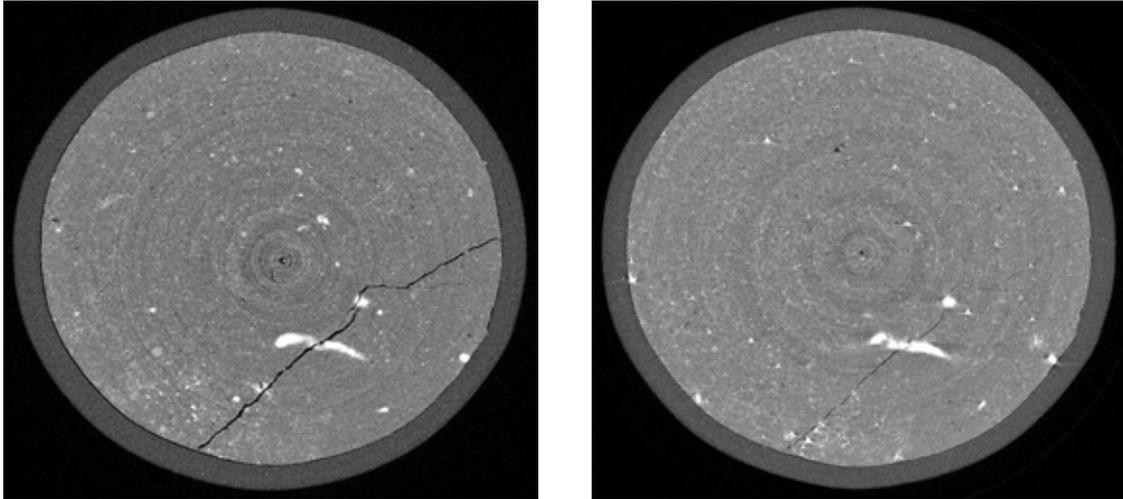


Figure 6.10 : ESTSYN01. Fermeture de la fissure pré-existante. Les coupes tomographiques montrent en coupe horizontale, une région identique de la fissure pré-existante en début (coupe de gauche) et en fin d'essai après retrait du confinement (coupe de droite).

Comme l'échantillon est scanné dans sa globalité, une reconstruction en trois dimensions de l'ensemble de la zone localisée est possible à partir des images en deux dimensions. A cause de la taille importante de nos données, les reconstructions 3D ne sont pas des visions directes des images 2D. Elles nécessitent de transformer les images 2D (pixels sur 256 niveaux de gris) en images binaires (uniquement pixels noirs ou blancs). Il faut choisir un niveau de gris qui correspondra à la limite entre les pixels noirs et blancs et permettra ainsi de mettre en valeur la zone d'intérêt (étape de « seuillage »). Les étapes de préparation des images 2D pour la reconstruction 3D sont expliquées dans l'annexe 4-1. Dans notre cas, la figure de localisation est la plus visible lorsqu'elle est ouverte en fissure ou est une zone fortement dilatante. Cela représente une limite majeure pour l'utilisation des images 3D. Aussi, les images 3D montrées ici représentent principalement les zones ouvertes de la figure de localisation et ont été reconstruites à partir des mesures tomographiques en fin d'essai après retrait du confinement. La figure 6.11 représente en trois dimensions la figure de localisation (en rouge) et les principales inclusions (en jaune) à différents angles de vue. En considérant la vue en haut à gauche comme vue de départ (i.e. vue à  $0^\circ$ ), les autres sont des vues avec un écart de  $40^\circ$  en tournant vers la droite par rapport à l'axe de l'échantillon. Le parallélépipède orange délimite l'espace dans lequel est compris l'échantillon. La figure 6.12 est un zoom de la vue à  $0^\circ$  de la figure 6.11.

L'observation en trois dimensions de la zone localisée sur la figure 6.11 confirme qu'elle est globalement plane, inclinée et ouverte en fissure principalement à l'extérieur de l'échantillon.

L'intérêt majeur des images 3D dans l'essai ESTSYN01, concerne les inclusions et leur éventuelle interaction avec la figure de localisation. Elles sont nombreuses et les plus importantes sont soit sous la forme de filons (figure 6.13) globalement orientés suivant l'horizontale i.e. suivant la stratification (nous rappelons que les échantillons ont été découpés perpendiculairement à la stratification), soit sous la forme d'amas (figure 6.14). En ce qui concerne l'interaction avec la zone localisée, l'inclusion massive correspondant à l'inclusion formée de calcite et de pyrite de la figure 6.6, a apparemment influencé la trajectoire de la figure de localisation. La zone localisée semble avoir été déviée et suit la forme de l'inclusion (visible notamment sur les vues à 40° et 80° de la figure 6.11). De plus, cette interaction a créé des fissures secondaires (figure 6.15).

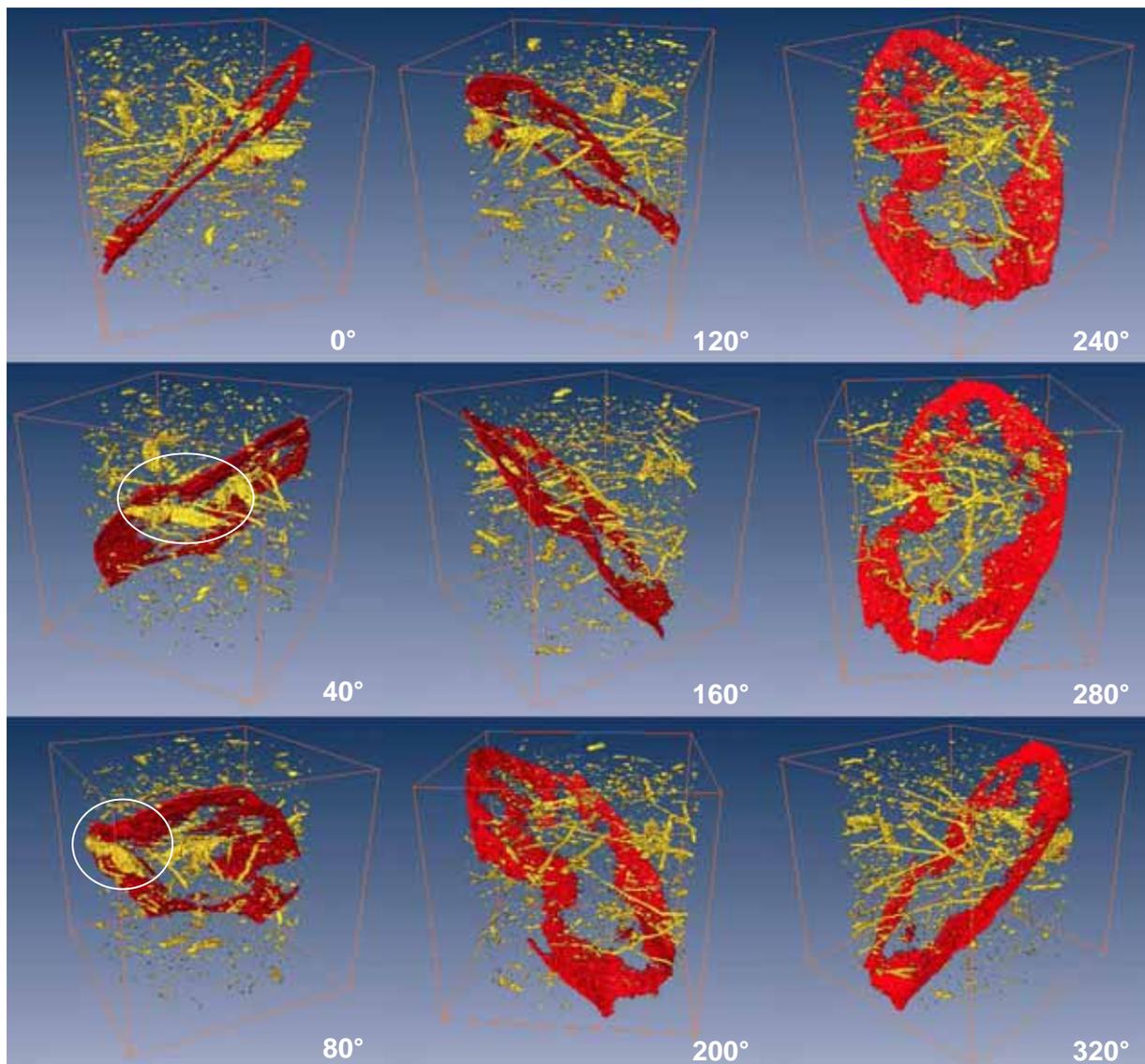


Figure 6.11 : ESTSYN01. Représentation en 3D des zones ouvertes de la figure de localisation (en rouge) et des principales inclusions (en jaune).

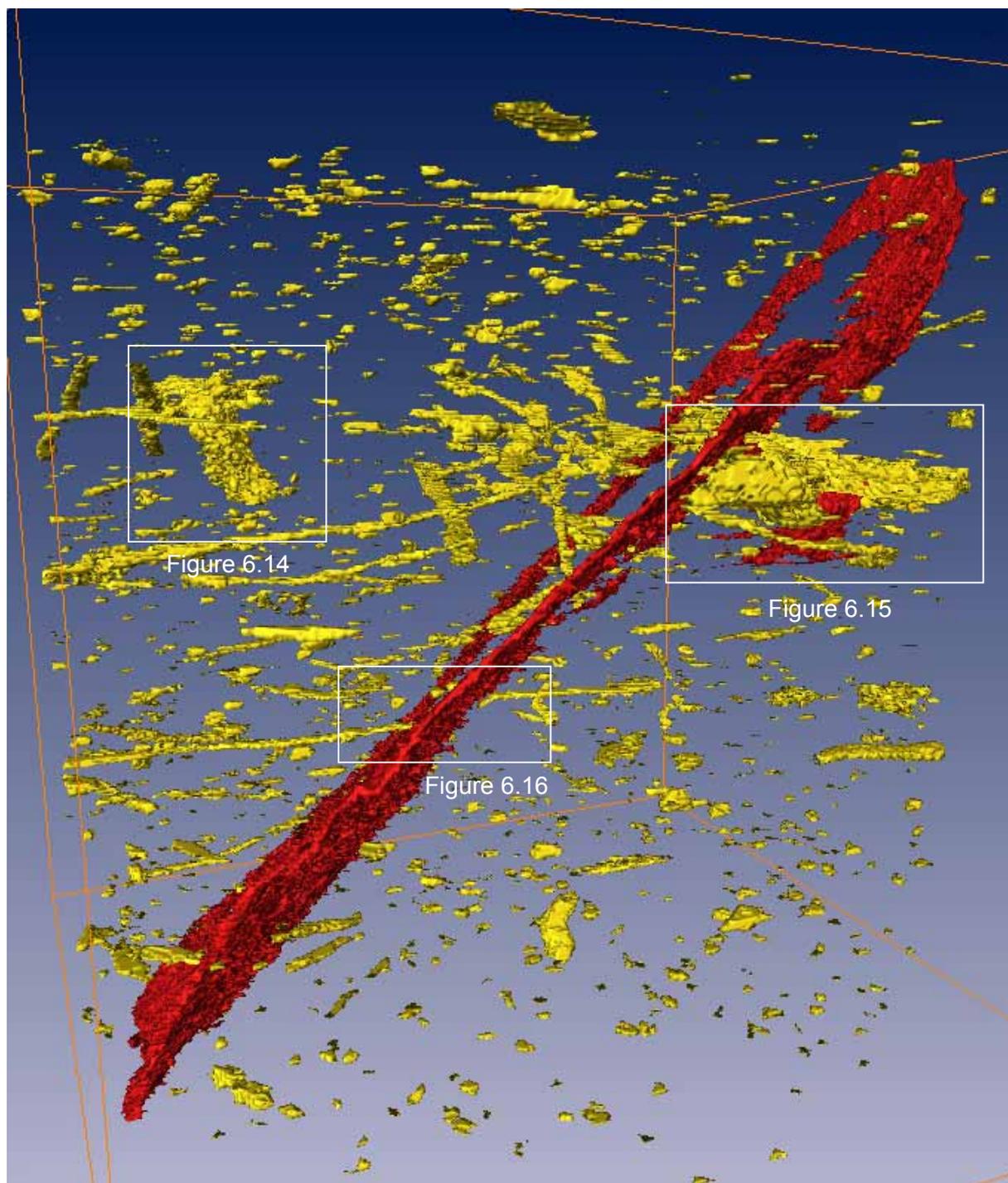


Figure 6.12 : ESTSYN01. Vue à 0° de la figure 6.11. Les rectangles blancs représentent l'emplacement des vues de détail (figures 6.14, 6.15 et 6.16).

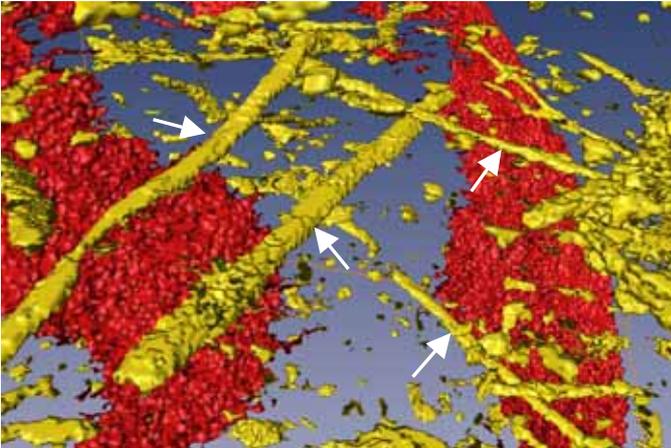


Figure 6.13 : Vue 3D d'inclusions de calcite en forme de « filon ».

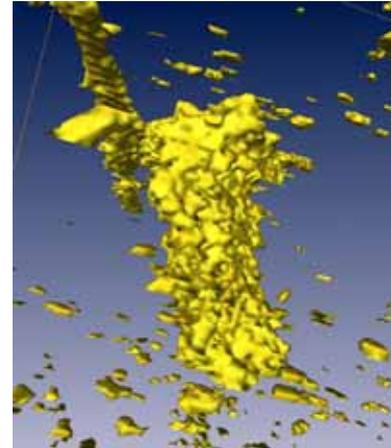


Figure 6.14 : Vue 3D d'une inclusion de calcite organisée en « amas ».

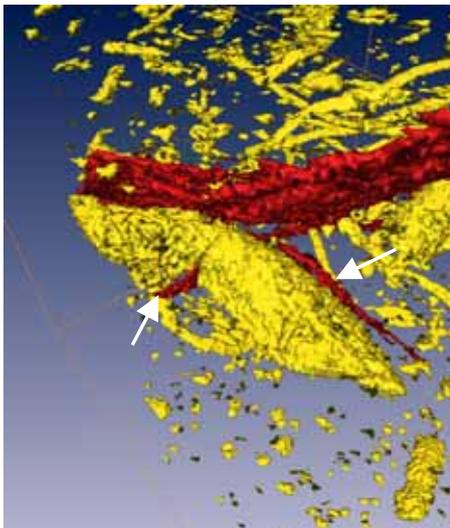


Figure 6.15 : Interaction de la figure de la localisation avec une inclusion majeure. Vue 3D de l'influence de l'inclusion sur la trajectoire de la zone localisée et création de fissures secondaires (indiquées par les flèches. Vue à 80°selon la figure 6.11.

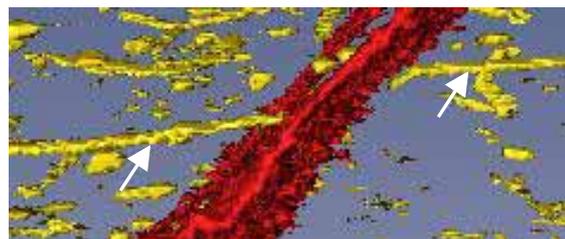


Figure 6.16 : Inclusion de calcite en forme de « filon » cisailée et décalée par la zone localisée dans le centre de l'échantillon. Vue de détail de la figure 6.11.

La remarque la plus importante pour notre étude issue de l'observation des images 3D de ESTSYN01, concerne le centre de l'échantillon où la figure de localisation n'est pas visible dans les images 2D (et donc aussi 3D !). Lorsqu'une inclusion de calcite en forme de filon (figure 6.13) traverse cette zone de manière quasi perpendiculaire, elle semble avoir été cisailée comme le montre la figure 6.16. Pour confirmer cette observation, il est nécessaire de « revenir » aux images 2D. La figure 6.17 montre l'inclusion de la figure 6.16 en coupe verticale à différents moments de l'essai. L'observation en début d'essai (étape 0) montre clairement qu'originellement, l'inclusion est unique et donc que les deux parties visibles de chaque côté de l'échantillon sur la figure 6.16 proviennent bien d'une même inclusion. Ensuite, le suivi de l'inclusion au cours de l'essai montre nettement que le filon de calcite est cisailé. Notons qu'il n'est pas séparé en deux morceaux mais qu'il reste continu ce qui suggère que la discontinuité dans le centre de l'échantillon est faible. La localisation de la déformation dans le centre de l'échantillon n'engendre pas de variations en densité (volumiques) assez importantes pour être mesurées dans notre cas. La résolution spatiale est trop importante et/ou la technique utilisée, tomographie RX de transmission, ne permet pas de mesurer de faibles variations de densité. Néanmoins, lorsqu'un filon de calcite traverse la zone, l'observation de son cisaillement en cours d'essai prouve que la zone localisée est présente dans le centre de l'échantillon et suggère qu'une fois que la zone de localisation est développée, le mouvement global de l'échantillon revient à un glissement de deux blocs « rigides » sur la zone localisée.

Les reconstructions 3D nécessitent une étape de « seuillage ». Elles dépendent donc de l'utilisateur et sont moins précises que les coupes 2D. Néanmoins, elles sont riches en informations. Elles permettent bien sûr de mieux visualiser l'ensemble de l'échantillon (figure de localisation et inclusions) dans l'espace mais surtout, de découvrir des zones d'intérêt qui ne sont pas facilement identifiables dans les coupes 2D et ainsi guider l'utilisateur sur les zones à analyser plus précisément dans les coupes 2D.

- Mesures *post mortem*

Lors d'une campagne d'essais au synchrotron sur la ligne ID19 de l'ESRF, F. Renard (Laboratoire de Géophysique Interne et de Tectonophysique de Grenoble) nous a donné la possibilité de scanner l'échantillon ESTSYN01 avec une meilleure résolution (i.e. 5  $\mu\text{m}$ ). La mesure a été effectuée 6 mois après notre campagne d'essais. L'échantillon avait été conservé suivant le protocole de stockage des échantillons (voir chapitre 4) afin de conserver sa teneur en eau. La pesée de l'échantillon avant la mesure sur la ligne ID19 a confirmé que la teneur en eau n'avait pas évolué. L'échantillon étant légèrement trop grand par rapport à la taille maximale pour les mesures à une résolution de 5  $\mu\text{m}$ , il n'a pas été scanné sur toute sa largeur. La figure 6.18 montre une région « identique » de l'échantillon en fin d'essai (après retrait du confinement) avec une résolution de 14  $\mu\text{m}$  (coupe de gauche) et 6 mois après essai avec une résolution spatiale de 5  $\mu\text{m}$  (coupe de droite). Les mesures avec une résolution de 5  $\mu\text{m}$  permettent de mieux distinguer dans la matrice, les zones plus riches en carbonate ou en argile. En ce qui concerne la zone localisée, les zones ouvertes en fissure à la fin de l'essai, présentent une ouverture deux fois plus importante quelques mois après. Des zones apparaissant « intact » en fin d'essai ont commencé à s'ouvrir comme le montrent les vues de détail de la figure 6.18.bis.

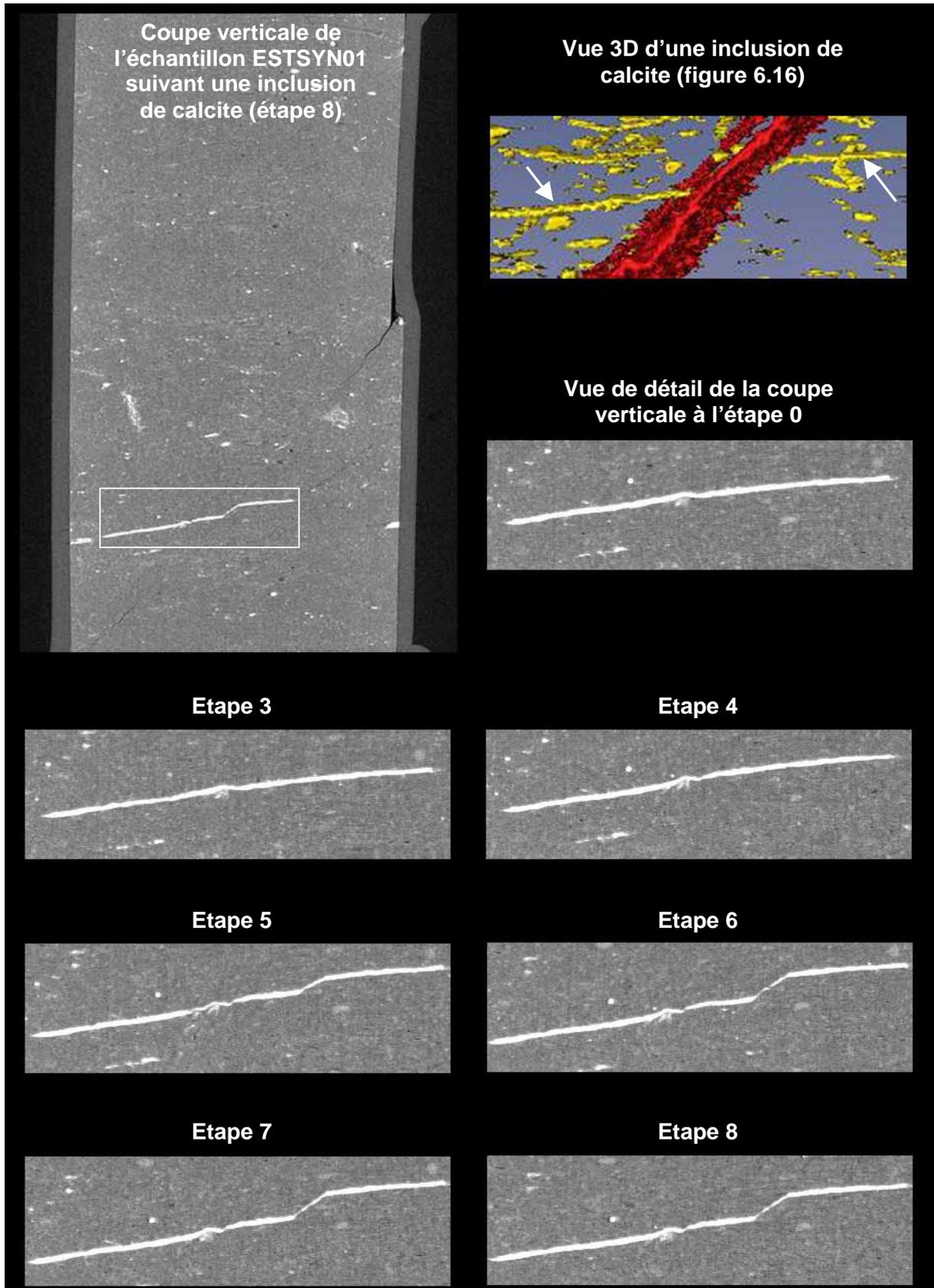


Figure 6.17 : ESTSYN01. Coupes verticales d'une inclusion de calcite située dans le centre de l'échantillon au cours de l'essai et correspondant à l'inclusion de la figure 6.16.

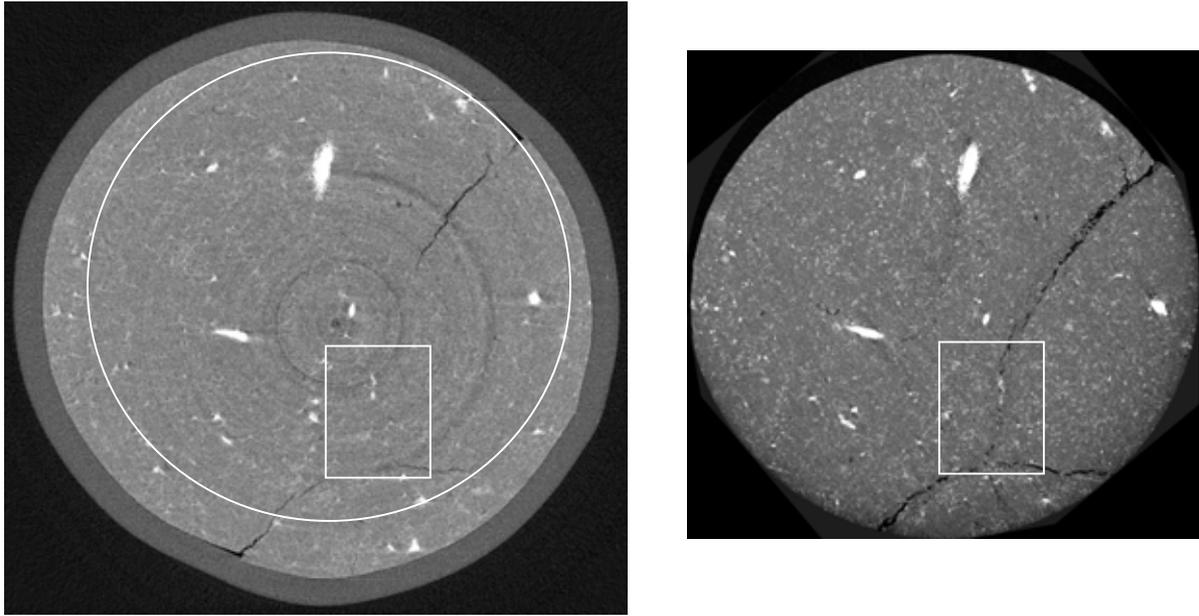


Figure 6.18 : ESTSYN01. Coupes tomographiques d'une « même » région de l'échantillon. En fin d'essai avec une résolution spatiale de  $14\ \mu\text{m}$  (à gauche) et 6 mois après essai avec une résolution spatiale de  $5\ \mu\text{m}$ . La coupe de droite montre la zone de l'échantillon correspondant au cercle blanc sur la coupe de gauche. Les deux rectangles blancs indiquent les emplacements des vues de détail de la figure 6.18.bis.

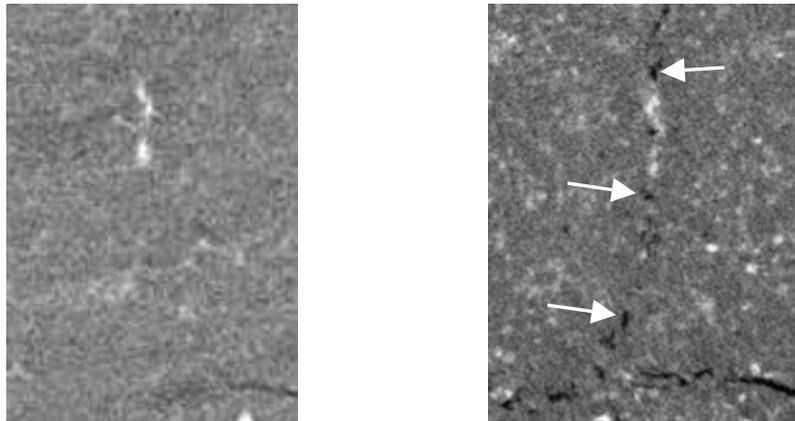


Figure 6.18.bis : ESTSYN01. Ouverture en fissure de zones « intactes » après essai au cours du stockage de l'échantillon. Vues de détail de la figure 6.18 avec à droite, les mesures après essai (résolution de  $14\ \mu\text{m}$ ) et à gauche, les mesures 6 mois après essai (résolution de  $5\ \mu\text{m}$ ). Les flèches indiquent des exemples d'ouverture en fissure. La largeur globale des vues de détail mesure  $1.8\ \text{mm}$ .

### 6.1.3 Essai ESTSYN02

L'essai ESTSYN02 est un essai pour étudier la rupture fragile. Un essai en compression simple n'aurait pas assuré une stabilité suffisante de l'échantillon pour les mesures tomographiques. Il a ainsi été choisi d'appliquer une faible pression de confinement à savoir 1 MPa.

- Réponse mécanique

La figure 6.19 montre la contrainte déviatoire en fonction de la déformation axiale. Le déviateur augmente de manière quasi linéaire jusqu'à environ 0.008 de déformation pour ensuite atteindre un pic à 0.018 de déformation avec une valeur au pic de 20 MPa. Puis, il chute brutalement à une valeur de 5 MPa pour former un plateau jusqu'à la fin de l'essai. Notons que la courbe apparaît plus épaisse car une connexion défectueuse au niveau du capteur de force a entraîné une oscillation de la mesure. La valeur moyenne est néanmoins correcte. Les chiffres placés sur la courbe correspondent aux étapes de mesures tomographiques. De plus, il existe une étape 0 en début d'essai avant l'application du confinement et une étape 6 en fin d'essai après retrait du confinement. Notons qu'à l'étape 2, le déviateur chute à cause de la relaxation de la contrainte lors de l'arrêt du chargement axial.

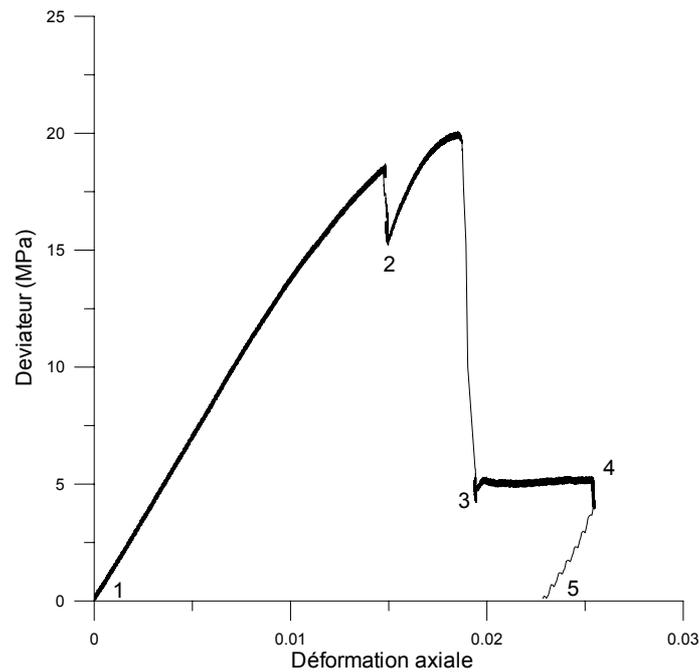


Figure 6.19 : Essai ESTSYN02. Déviateur de la contrainte en fonction de la déformation axiale. Les chiffres sur la courbe correspondent aux étapes de mesures tomographiques.

- Résultats tomographiques

Les remarques issues des observations de l'échantillon en début d'essai sont les mêmes que pour l'échantillon ESTSYN01 à savoir que l'échantillon est intact en début d'essai, que le matériau présente de nombreuses inclusions noyées dans une matrice et que les images ne présentent quasiment aucun artefact majeur.

La figure 6.20 montrent trois régions de l'échantillon au cours de l'essai (étapes 1 à 6), à l'aide de coupes horizontales issues des sections correspondants aux hauteurs 4, 5 et 6 dans la figure 6.2. Chaque colonne correspond à une région de l'échantillon et chaque ligne, à un moment de l'essai suivant la figure 6.19. La figure de localisation apparaît à l'étape 2 dans la hauteur 6 sous la forme de deux zones composées de bandes dilatantes (bandes grises foncées) et de quelques zones ouvertes (bandes noires). Les deux zones sont indiquées par des flèches sur la figure 6.19. Les hauteurs 4 et 5 ne présentent aucune figure de localisation à l'étape 2. A l'étape 3, plusieurs figures de localisation qui sont principalement des fissures ouvertes sont présentes dans les trois hauteurs (4, 5 et 6). La coupe du bas de l'échantillon (hauteur 6) montre une multitude de fissures pour la plupart plus ou moins parallèles entre elles. A l'étape 4, les fissures ont augmenté leur ouverture avec l'augmentation de la déformation axiale puis ne semblent pas évoluer en largeur ni en longueur au cours des étapes suivantes i.e. retrait du déviateur et de la pression de confinement (respectivement étapes 5 et 6). Les figures de localisation (principalement des fissures) sont « localisées » dans l'espace i.e. il n'y a pas évidence d'une zone de transition en densité à son voisinage.

L'observation des coupes verticales permet de mieux visualiser l'ensemble des fissures et leur organisation. La figure 6.21 montre au cours de l'essai deux coupes verticales dans le centre de l'échantillon et perpendiculaires entre elles. Leur orientation est indiquée sur la coupe horizontale en haut de la figure. Sur la coupe verticale a, les fissures sont visibles à partir de l'étape 3 avec une organisation classiquement observée lors d'essai de compression simple à savoir, une fissure verticale au centre de l'échantillon (*axial splitting*) et des fissures formant un cône dans le bas de l'échantillon (cône de fretage). Comme sur les coupes horizontales, les fissures augmentent leur ouverture entre les étapes 3 et 4 et ne semblent pas évoluer aux étapes suivantes (5 et 6). Notons que la fissure verticale qui est développée à l'étape 3 ne progresse pas en longueur. Enfin, nous pouvons observer à partir de l'étape 4 une fissure horizontale qui se développe à partir de la fissure verticale suivant le plan de stratification. Son ouverture augmente aux étapes 5 et 6. Sur la coupe verticale b, les figures de localisation sont visibles dès l'étape 2 et sont sous la forme de deux bandes inclinées ( 35° par rapport à l'axe de l'échantillon) situées sur les côtés de l'échantillon. Elles sont composées d'une alternance de bandes dilatantes et de fissures ouvertes. A l'étape 3, la bande inclinée à droite de l'échantillon n'a pas évolué et n'évoluera pas lors des prochaines étapes de l'essai. En revanche celle de gauche s'est ouverte en fissure quasiment sur toute sa longueur et de plus, semble s'être « réfléchi » sur l'embase inférieure du dispositif expérimental en créant une autre zone inclinée ( 45° par rapport à l'axe de l'échantillon) qui est composée de bandes dilatantes de fissures ouvertes. Lors de l'étape 4, les fissures ouvertes ont augmenté leur ouverture et ne semblent pas évoluer aux étapes suivantes.

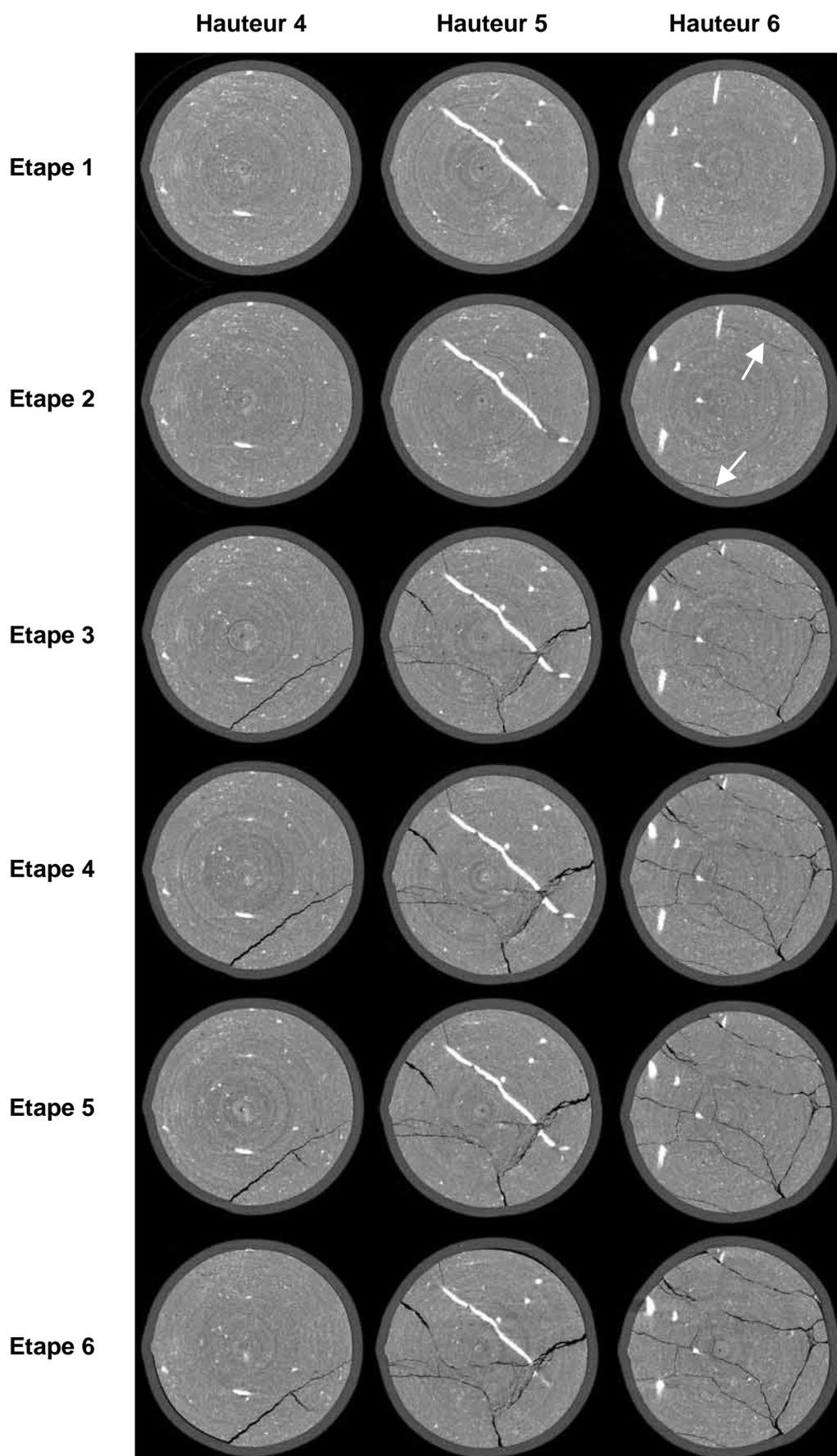


Figure 6.20 : ESTSYN02. Coupes horizontales issues de trois sections différentes (hauteurs 4,5 et 6 selon la figure 6.2) en cours d'essai (étapes 1 à 6 selon la figure 6.19).

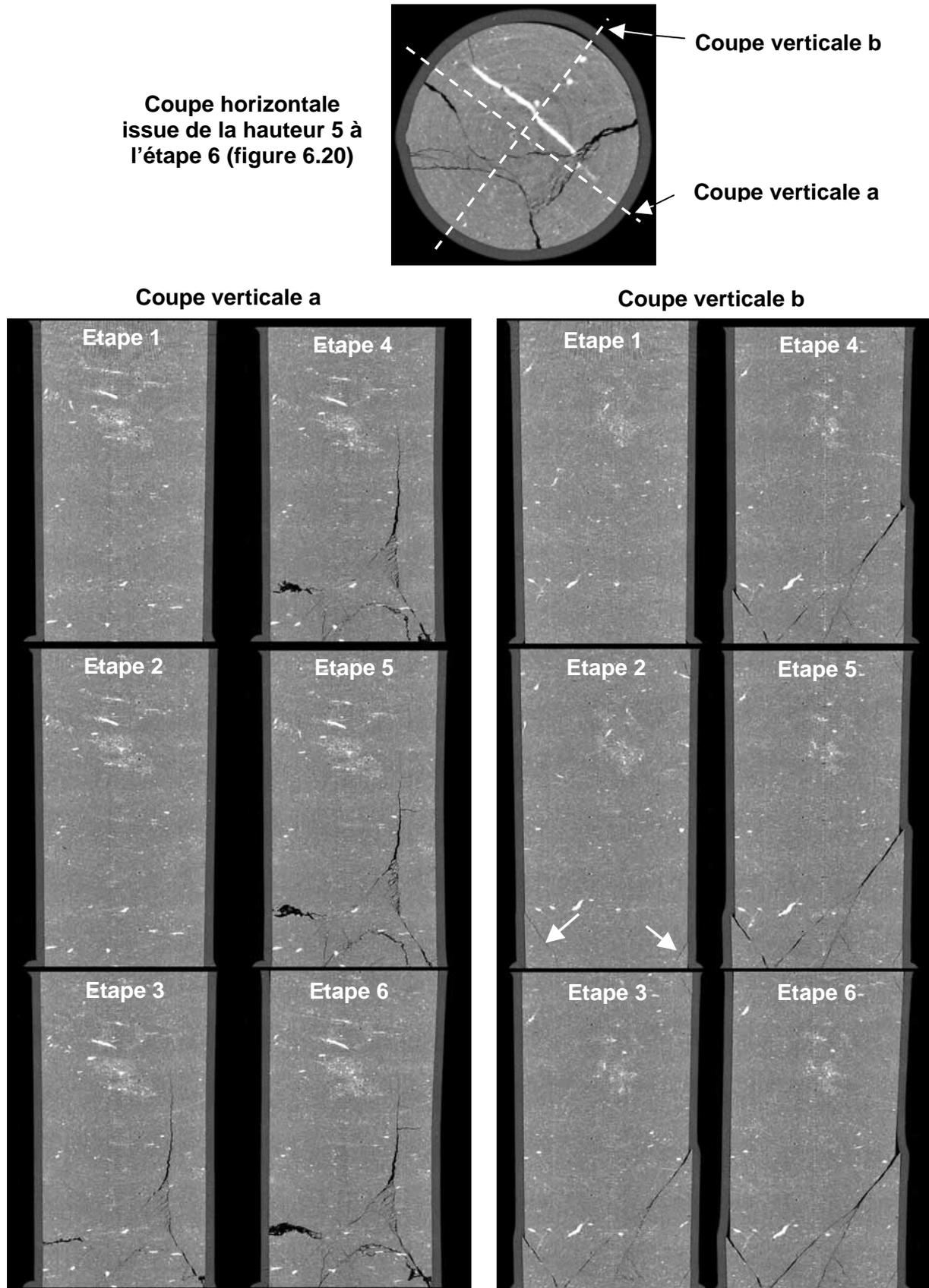


Figure 6.21 : ESTSYN02. Coupes verticales perpendiculaires aux zones localisées, en cours d'essai. L'emplacement des coupes est indiqué sur la coupe horizontale en haut de la figure.

L'ensemble des fissures constitue un réseau dont l'organisation spatiale est difficilement appréhensible avec les coupes 2D. Dans ce cas, les reconstructions 3D deviennent une représentation très utile dans la compréhension de l'organisation spatiale des figures de localisation. La figure 6.22 montre en trois dimensions l'ensemble des fissures ouvertes à différents angles de vue suivant le même principe que la figure 6.12. L'ensemble des vues montre que les fissures sont ouvertes sur quasiment toute leur longueur et pour certaines sont connectées. La vue à 0° montre la fissure verticale se prolongeant en cône dans le bas de l'échantillon, celle à 160° les fissures inclinées qui sont apparues à l'étape 2. Dans le haut de la vue à 280°, la fissure ouverte suivant la stratification selon les coupes verticales 2D est en fait inclinée (angle de 60° par rapport à l'axe de l'échantillon) et connectée sur toute sa longueur à la fissure verticale. La figure 6.23 montre les vues à 0°, 160° et 280° des fissures (en mauve) et des principales inclusions (en rouge). L'échantillon ESTSYN02 présente comme l'échantillon ESTSYN01 de nombreuses inclusions avec notamment plusieurs inclusions de calcite de forme allongée et orientées suivant la stratification. L'observation de ce type d'inclusion traversant les fissures de manière quasiment perpendiculaire (vues de détails de la figure 6.23) ne montre pas de décalage latéral des parties des inclusions présentes de part et d'autre de la fissure. Cela semble confirmer que les fissures lors de la rupture fragile de l'échantillon fonctionnent principalement en mode d'ouverture en encore mode I, en utilisant le vocabulaire de la mécanique de la rupture.

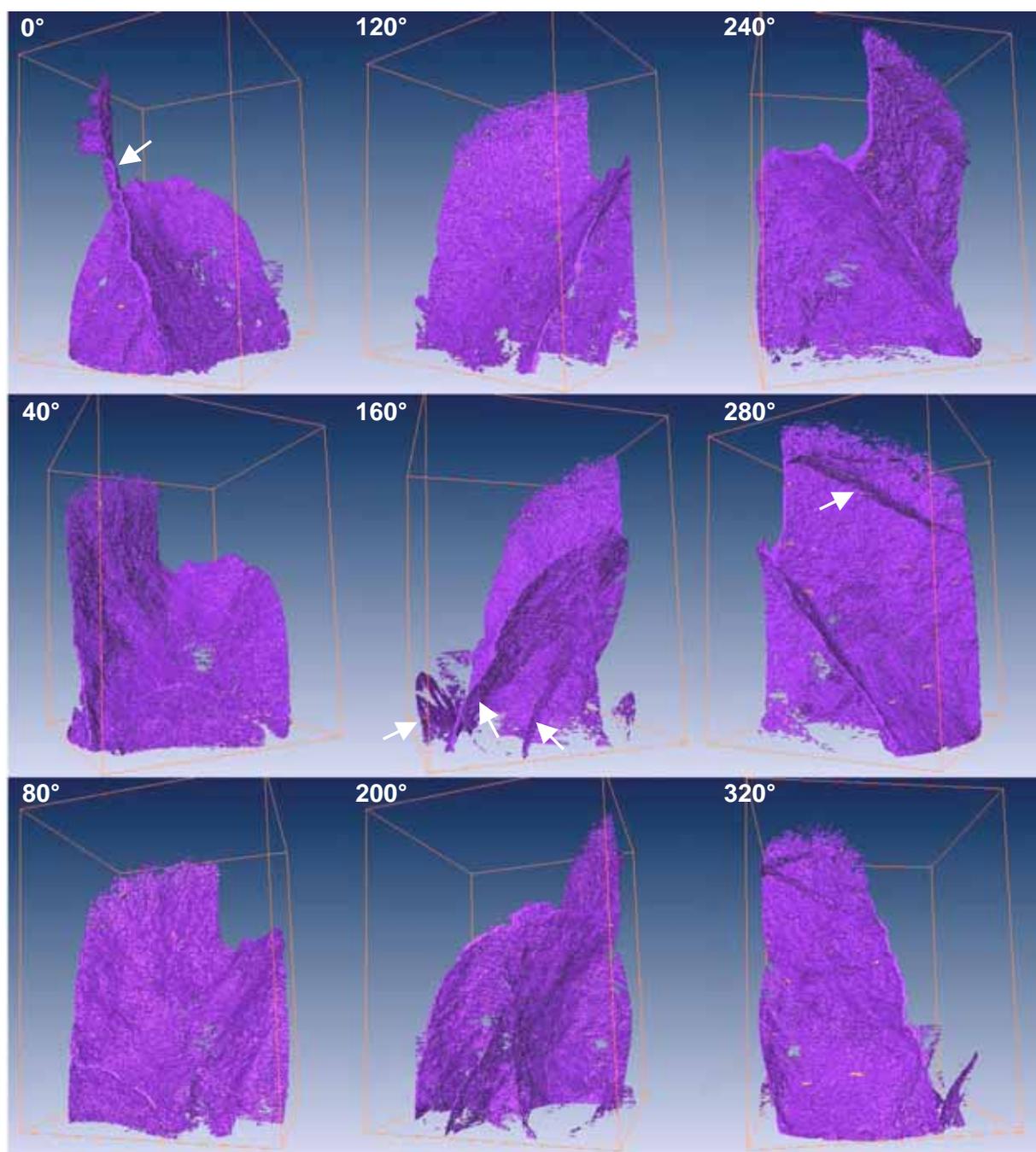


Figure 6.22 : ESTSYN02. Images 3D des fissures ouvertes à différents angles de vue. En considérant la vue à 0° comme vue de départ, les autres sont des vues avec un écart de 40° en tournant vers la droite par rapport à l'axe de l'échantillon. Le parallélépipède orange délimite l'espace dans lequel est compris l'échantillon.

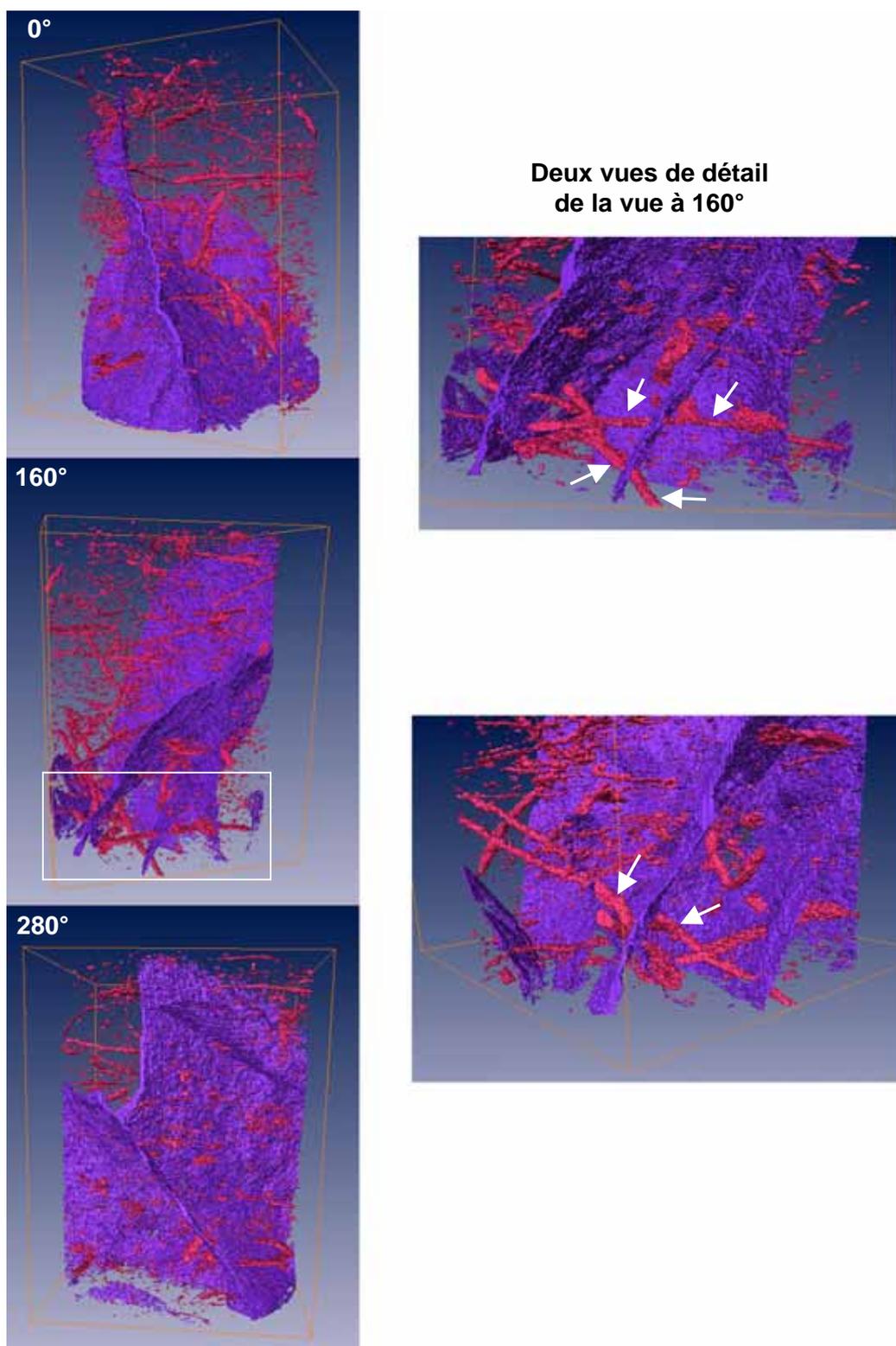


Figure 6.23 : ESTSYN02. Images 3D des fissures ouvertes (en mauve) et des principales inclusions (en rouge).

### 6.1.4 Essai Estsyn03

L'objectif étant d'étudier le matériau sous des conditions intermédiaires entre ESTSYN01 et ESTSYN02, l'essai ESTSYN03 est un essai non consolidé, non drainé avec une valeur de contrainte moyenne isotrope initiale de 5 MPa. Lors de la recherche du contact entre le piston et l'échantillon après la mise en place du confinement, un dysfonctionnement de l'affichage de contrôle du dispositif a fait que l'échantillon a été cisailé « rapidement ». Lors de la découverte du problème, l'échantillon avait déjà été mené à la rupture.

- Réponse mécanique

La figure 6.24 montre la contrainte déviatoire en fonction de la déformation axiale. Le déviateur augmente de manière quasi linéaire jusqu'à environ 0.015 de déformation pour ensuite atteindre un pic à 0.024 de déformation avec une valeur au pic de 26 MPa. Puis, il chute brutalement à une valeur de 11 MPa pour former un plateau jusqu'à la fin de l'essai. Les chiffres placés sur la courbe correspondent aux étapes de mesures tomographiques. De plus, il existe une étape 0 en début d'essai avant l'application du confinement et une étape 4 en fin d'essai après retrait du confinement mais une instabilité du rayon lors de la mesure a fait que cette dernière étape n'est pas disponible. L'étape 1 de mesure tomographique a été menée lors de la recherche du contact entre le piston et l'échantillon. En réalité, les hauteurs 4,5 et 6 (selon la figure 6.2) ont été effectuées sans application du déviateur, la hauteur 3 au cours de l'augmentation quasi linéaire du déviateur, et les hauteurs 1 et 2 après le pic.

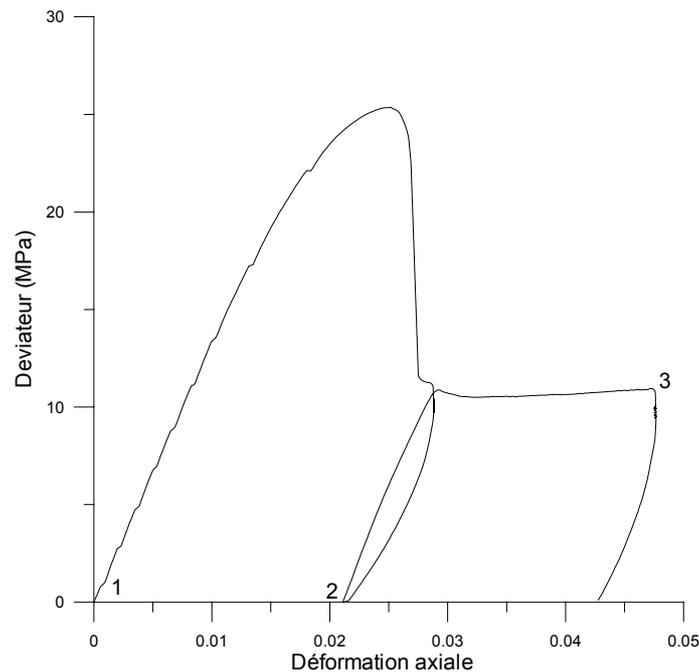


Figure 6.24 : ESTSYN03. Déviateur de la contrainte en fonction de la déformation axiale. Les chiffres sur la courbe correspondent aux étapes de mesures tomographiques.

- Résultats tomographiques

Les remarques issues des observations de l'échantillon en début d'essai sont les mêmes que pour les échantillons ESTSYN01 et ESTSYN02 à savoir que l'échantillon est intact en début d'essai, que le matériau présente de nombreuses inclusions noyées dans une matrice et que les images ne présentent quasiment aucun artefact majeur.

La figure 6.25 montre trois régions de l'échantillon au cours de l'essai (étapes 0 à 3), à l'aide de coupes horizontales issues des sections correspondants aux hauteurs 1, 2 et 3 dans la figure 6.2. Chaque colonne correspond à une région de l'échantillon et chaque ligne, à un moment de l'essai suivant la figure 6.24. La figure de localisation apparaît à l'étape 1 dans la hauteur 1 (i.e. après le pic de contrainte) sous la forme de deux zones composées de bandes dilatantes (bandes grises foncées), de quelques zones ouvertes (bandes noires) et de matériau « intact » (même niveau de gris qu'en début d'essai). Nous rappelons que les hauteurs n'ont pas été scannées au même instant de l'essai. A l'étape 2, l'ensemble des hauteurs a été scanné au même instant. La figure de localisation est présente dans les hauteurs 1, 2 et 3 sous la forme d'une bande composée d'une alternance de bandes dilatantes, de fissures ouvertes et de parties « intactes ». Comme dans les autres essais, elle est « localisée » dans l'espace i.e. il n'y a pas évidence d'une zone de transition en densité à son voisinage. A l'étape 3, les zones initialement ouvertes ont augmenté leur ouverture et se sont développées selon les zones dilatantes. Notons qu'une des deux zones localisées présentes à l'étape 1 dans la hauteur 1 n'est quasiment plus visible à l'étape 3.

La figure 6.26 montre des coupes verticales (perpendiculaires à la zone localisée) au cours de l'essai. L'emplacement des coupes est indiqué sur la coupe horizontale placée en haut de la figure. Nous rappelons qu'à l'étape 1, les hauteurs n'ont pas été assez scannées au même moment de l'essai ce qui explique le décalage visible en haut à gauche de la coupe. Nous retrouvons les mêmes observations que sur les coupes horizontales en ce qui concernent le moment d'apparition et la nature de la zone localisée. Elle apparaît à l'étape 1 dans le haut de l'échantillon (hauteurs scannées après le pic). Elle est entièrement visible à l'étape 2. Elle est globalement plane et inclinée ( $35^\circ$  par rapport à l'axe de l'échantillon). Les vues de détail b montre le haut de la zone localisée aux étapes 1, 2 et 3. Elles illustrent clairement qu'au cours de l'essai, les fissures ouvertes augmentent leur ouverture et se propagent suivant les zones dilatantes. Le glissement des deux blocs sur la zone localisée est nettement visible avec les décalages de matière présents sur les côtés de l'échantillon. De plus, cela est confirmé par un « décrochement » au niveau de la zone localisée indicateur du mouvement relatif entre les deux blocs séparés par la fissure (vue de détail a de la figure 6.26).

La figure 6.27 représente en trois dimensions la figure de localisation (en mauve) et les principales inclusions (en rouge) à différents angles de vue suivant le même principe que la figure 6.12. L'étape de mesure tomographique après retrait du confinement n'étant pas disponible, les reconstructions 3D ont été effectuées à partir des mesures à l'étape 3. L'observation en trois dimensions de la zone localisée confirme qu'elle est globalement plane, inclinée et principalement ouverte en fissure. Nous pouvons raisonnablement penser qu'elle est globalement ouverte en fissure après retrait du confinement. L'échantillon ESTSYN03 présente comme les échantillons ESTSYN01 et ESTSYN03 de nombreuses inclusions avec notamment plusieurs inclusions de calcite de forme allongée et orientées suivant la stratification. L'observation de ce type d'inclusion traversant la zone localisée de manière quasiment perpendiculaire montre un décalage des parties des inclusions présentes de part et d'autre de la zone localisée (vue de détail 3D présentée sur la figure 6.28). L'observation des deux inclusions de la vue de détail 3D sur les coupes verticales 2D (figure 6.28) montre que les inclusions peuvent être cisailées sans que l'inclusion soit séparée en deux morceaux (discontinuité faible) ou être « coupées en deux » (discontinuité forte).

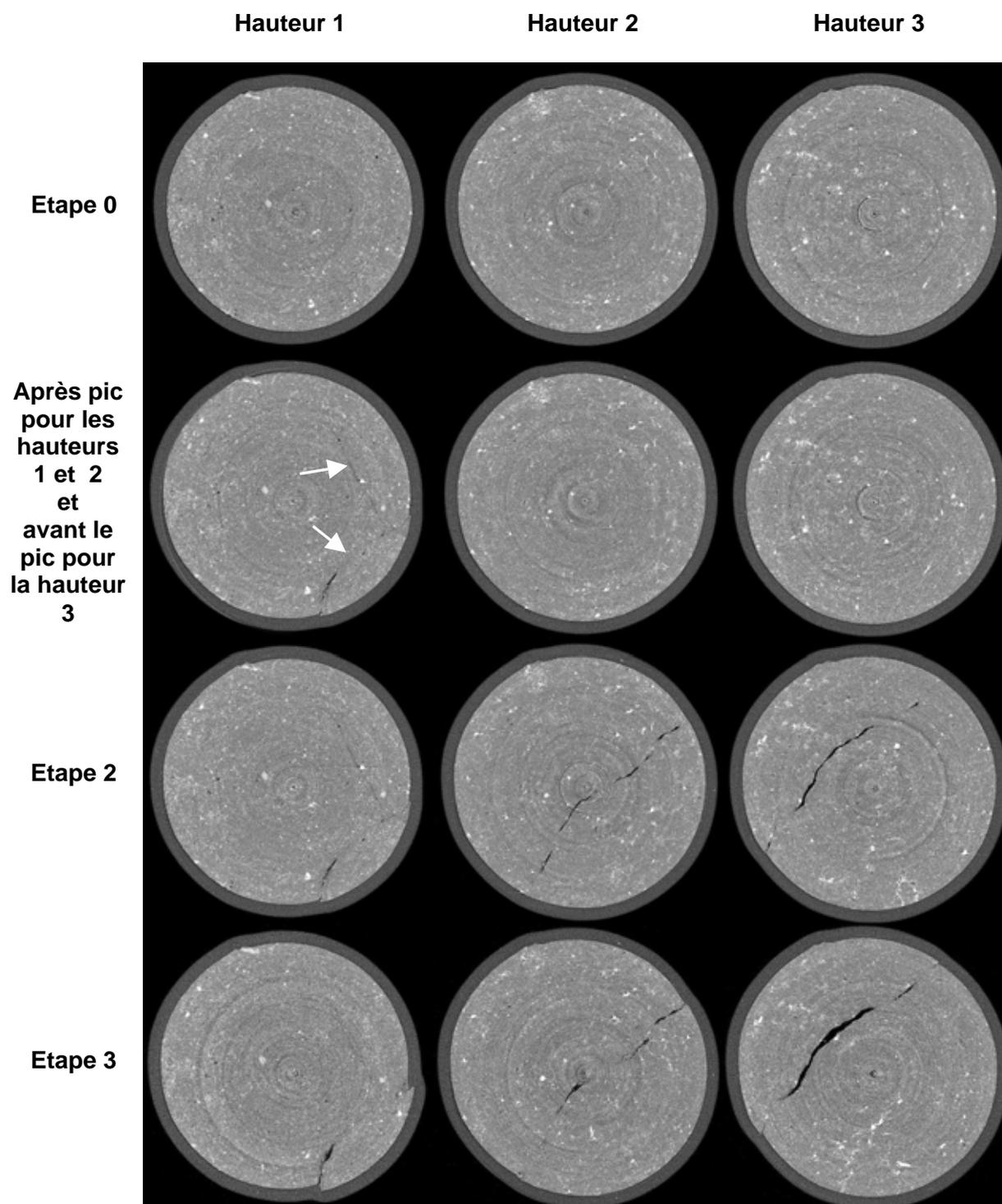


Figure 6.25 : ESTSYN03. Coupes horizontales issues de trois sections différentes (hauteurs 1,2 et 3 selon la figure 6.2) en cours d'essai (étapes 0 à 3 selon la figure 6.24)

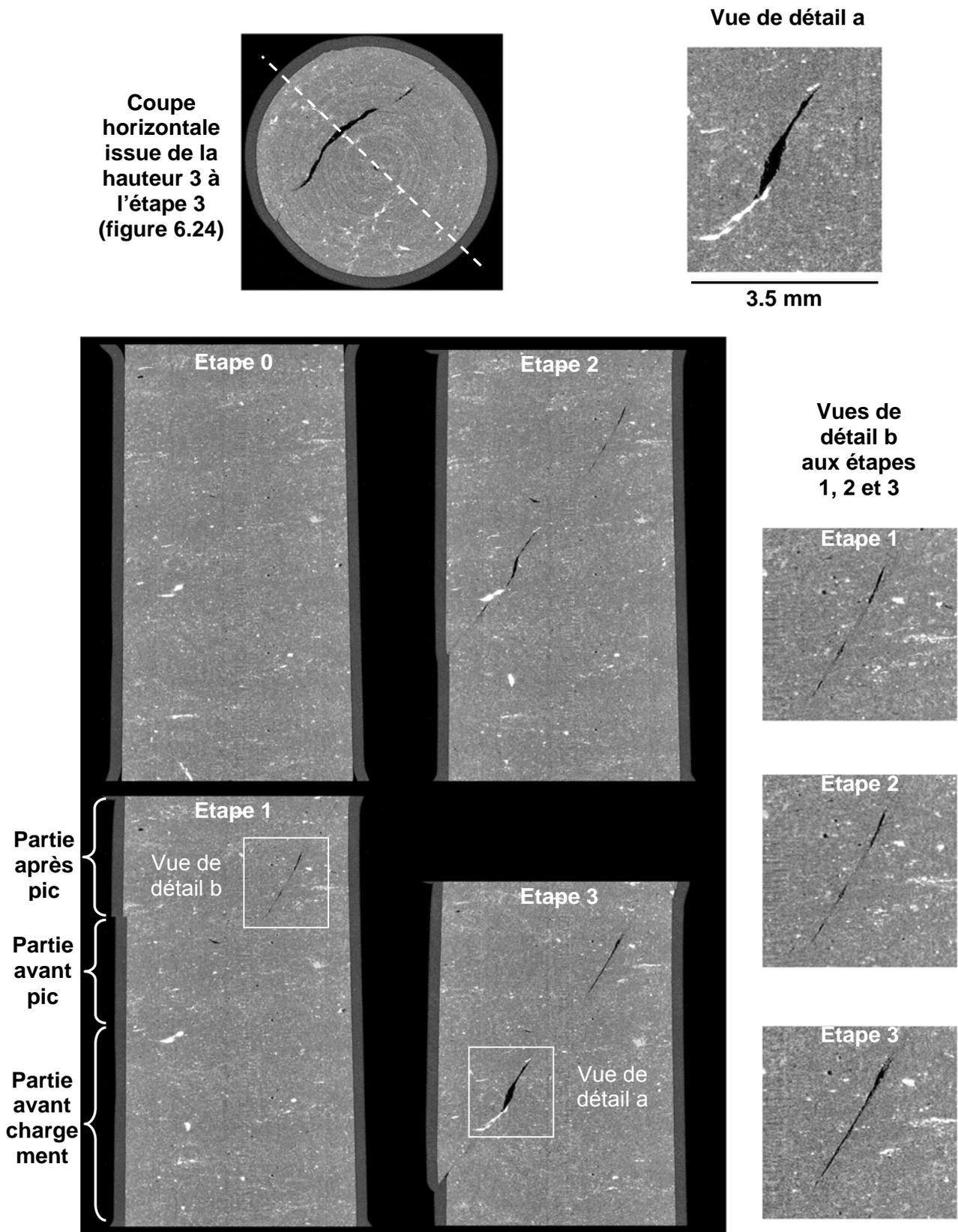


Figure 6.26 : ESTSYN03. Coupes verticales perpendiculaires à la zone localisée, en cours d'essai. L'emplacement des coupes est indiqué sur la coupe horizontale en haut de la figure.

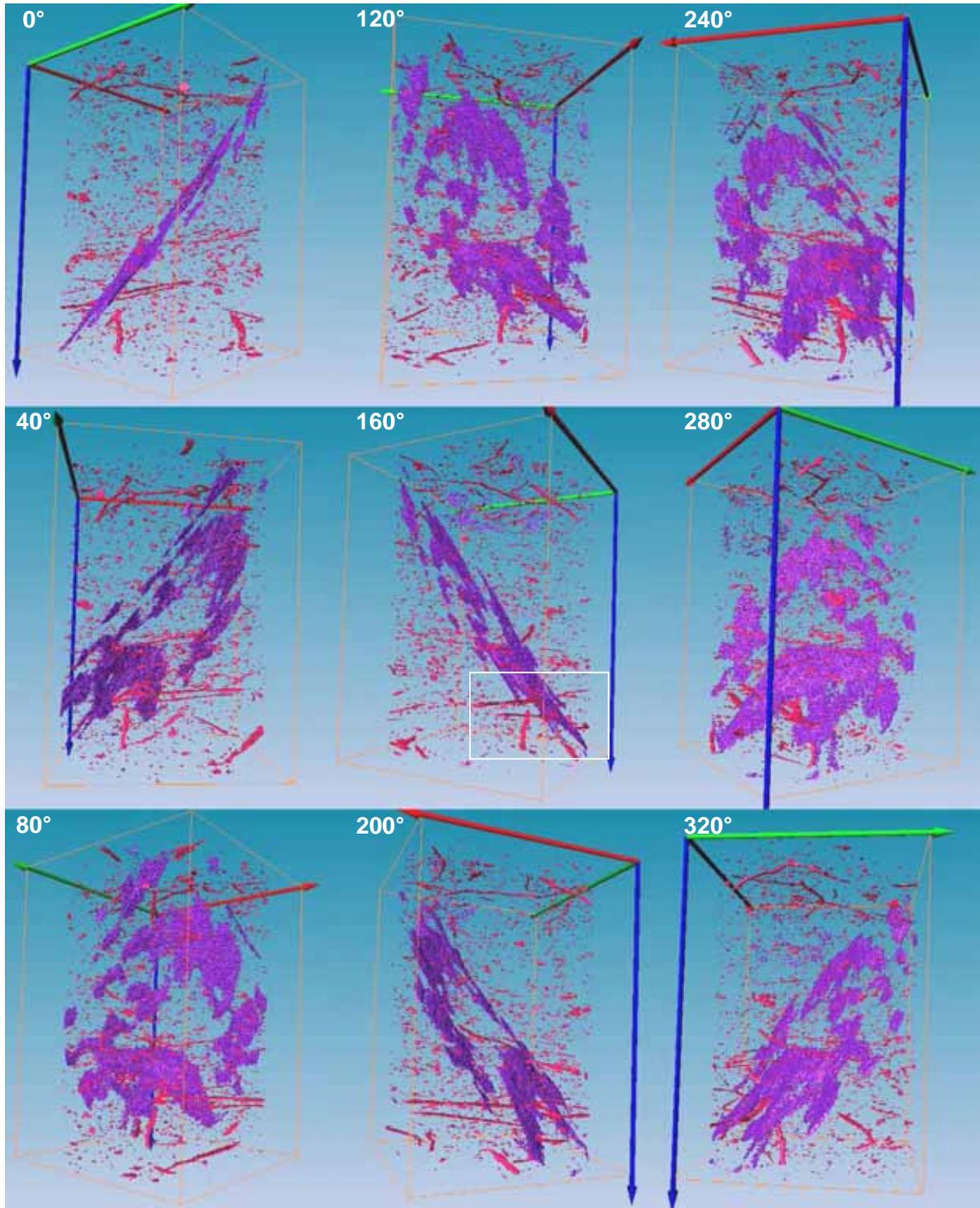


Figure 6.27 : ESTSYN03. Images 3D des zones ouvertes de la figure de localisation (en mauve) et des principales inclusions (en rouge). En considérant la vue à 0° comme vue de départ, les autres sont des vues avec un écart de 40° en tournant vers la droite par rapport à l'axe de l'échantillon. Le parallélépipède orange délimite l'espace dans lequel est compris l'échantillon.

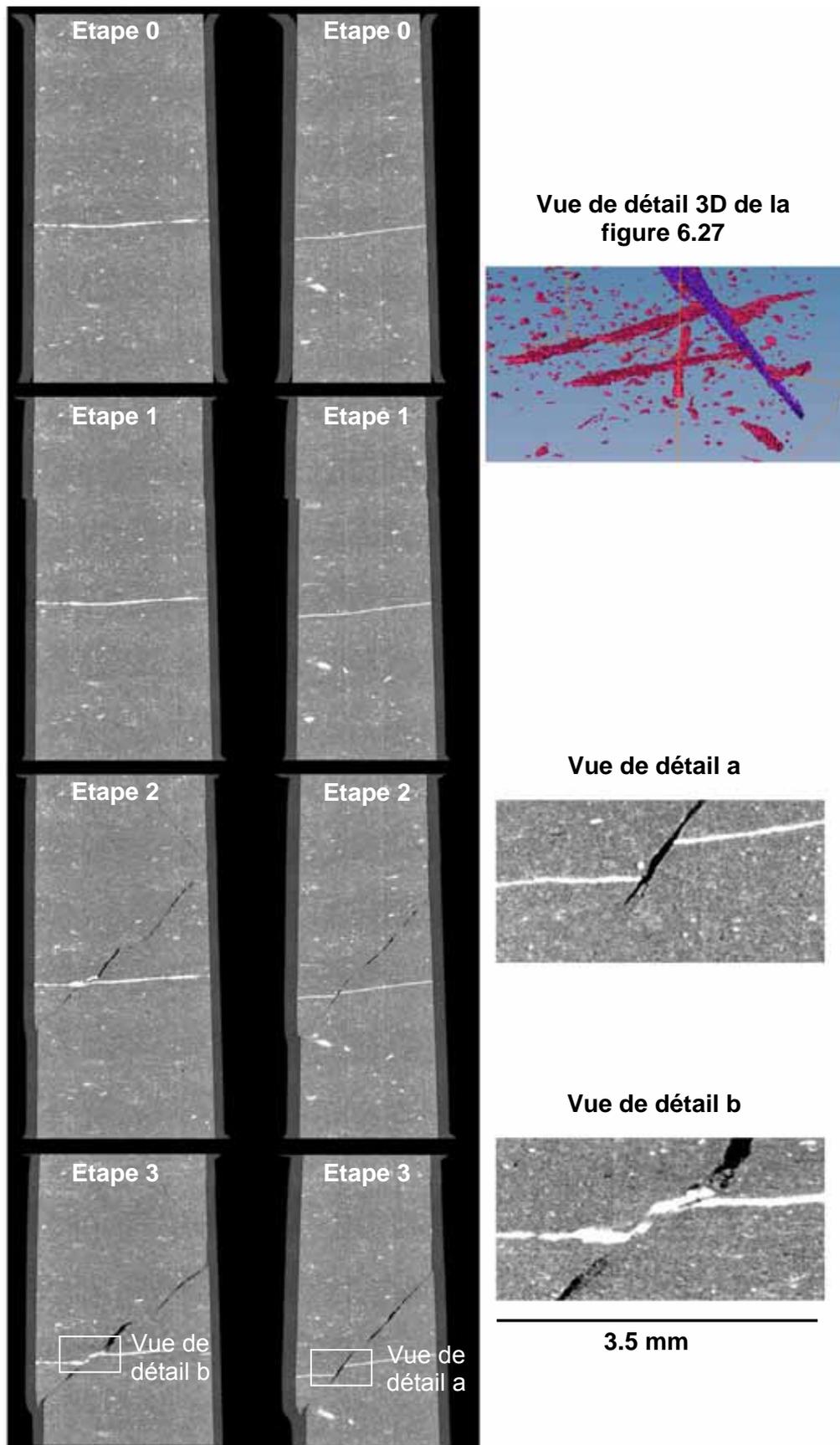


Figure 6.28 : ESTSYN03. Coupes verticales de deux inclusions de calcite situées dans le centre de l'échantillon au cours de l'essai et correspondant aux inclusions de la vue de détail de la figure 6.27.

### 6.1.5 Campagne « test »

La campagne sur l'argilite de l'Est menée en octobre 2004 était en fait prévue en juillet 2004. Lors de cette période, de nombreuses difficultés techniques sont intervenues à cause de l'utilisation d'un nouveau couple moteur/camera CCD qui permet d'améliorer le temps de mesure grâce une précision et une vitesse du moteur de rotation plus importante et un temps d'acquisition plus faible du détecteur. Le problème a été que le nouveau moteur a une capacité de chargement de 3 kg alors que notre installation expérimentale pèse quasiment 30 kg. Nous avons donc tenté de « soulager » le moteur du poids de l'ensemble de l'installation par un système de poulie et de contrepoids. Le résultat a été insatisfaisant et nous avons dû utiliser l'ancien moteur. Au final, nous avons utilisé le temps alloué par l'ESRF pour synchroniser l'ancien moteur et le nouveau détecteur en vue d'une campagne supplémentaire. Au final, nous avons mené un essai « test » pour vérifier que cela fonctionnait pour la prochaine campagne. L'essai « test » est un essai avec 10 MPa de confinement et une vitesse de chargement « rapide » (i.e. 100 $\mu$ m/min). L'échantillon provient de la cellule EST212 (profondeur 479 m). L'échantillon a été scanné uniquement dans sa partie à mi-hauteur en début d'essai et à la fin de l'essai, avant et après retrait du confinement. Le but des mesures était uniquement de valider l'utilisation du nouveau détecteur avec l'ancien moteur. Néanmoins, les quelques coupes tomographiques issues de ce « test » présentent des résultats intéressants.

La figure 6.29 montre sur la colonne de gauche des coupes à mi-hauteur d'échantillon en début d'essai et en fin d'essai (avant et après retrait du confinement). La colonne de droite présente deux autres coupes à mi-hauteur d'échantillon en fin d'essai après retrait du confinement. La coupe en début d'essai montre à nouveau que l'échantillon est intact en début d'essai. Sur la coupe en fin d'essai avant le retrait du confinement, la zone localisée est visible sous la forme d'une bande traversant l'échantillon et formée de plusieurs zones dilatantes et de parties apparaissant « intactes ». Lors du retrait du confinement, la quasi globalité de la zone s'ouvre en fissure. Ces quelques coupes montrent à nouveau que les conclusions sur la nature de la zone localisée ne dépendent pas que de la résolution spatiale d'observation mais aussi du moment d'observation au cours de l'essai. Les coupes présentées dans la colonne de droite montrent que la zone localisée peut ne pas être unique contrairement à ce qui semble être observé lors de l'essai ESTSYN01 (mêmes valeurs de contraintes moyennes isotropes, 10 MPa).

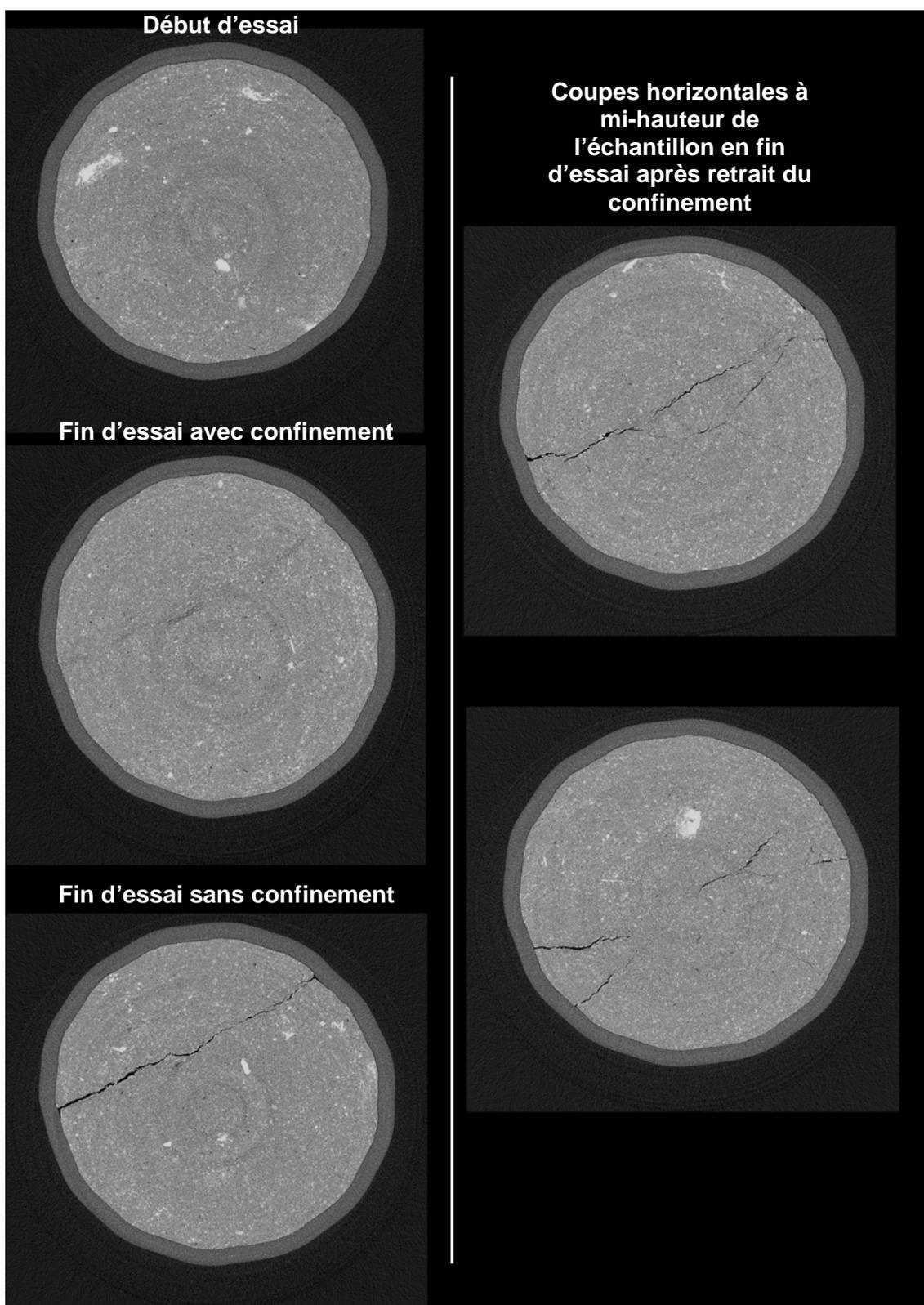


Figure 6.29 : Essai « test ». Coupes horizontales issues d'une section à mi-hauteur d'échantillon.

## 6.2 BILAN : INTERETS ET LIMITES DE L'ETUDE

Un dispositif expérimental original a été réalisé afin de combiner essais triaxiaux et mesures tomographiques sous chargement déviatoire, pour étudier l'argilite de l'Est. Un ensemble de trois essais triaxiaux a pu être mené en conditions non drainées (et sans phase de consolidation) pour différentes valeurs de la contrainte moyenne initiale : 1, 5 et 10 MPa. Les avancées technologiques et notamment la réduction importante des temps de mesure, ont permis de pouvoir scanner l'échantillon dans sa globalité tout au long de l'essai. L'endommagement localisé a pu ainsi être complètement caractérisé dans l'espace, ce qui a permis d'en obtenir des images en trois dimensions.

Pour l'essai à 10 MPa, la zone localisée est apparemment unique, globalement plane et inclinée. Elle est orientée à 45° par rapport à la direction de la contrainte principale majeure. En fin d'essai, elle est composée d'une alternance de fissures ouvertes, de zones dilatantes et de zones de matériau apparaissant « intact ». Les fissures ouvertes sont principalement situées dans la région périphérique de l'échantillon.

La zone localisée est apparue peu après le pic de la contrainte déviatoire sous la forme de quelques zones dilatantes. Ensuite, avec l'augmentation de la déformation axiale, les zones dilatantes se sont propagées et leur largeur a augmenté. A quelques endroits, elles sont devenues des fissures ouvertes. Il semblerait que les fissures s'ouvrent dans des zones initialement dilatante (avec la résolution d'observation). Une chronologie identique du phénomène a été observée lors de la campagne sur la marne de Beaucaire (voir chapitre 5). Un résultat important est que les fissures s'ouvrent principalement en fin d'essai lors du retrait de la pression de confinement. Cela montre que les conclusions sur la nature de la zone localisée dépendent évidemment de la résolution spatiale des images, mais aussi de l'état de contrainte de l'échantillon au moment où on l'observe. L'essai « test » qui était aussi un essai à 10 MPa de contraintes moyennes initiales (mais avec une vitesse de chargement axial 100 fois plus importante), confirme cette observation. En effet, la zone localisée apparaît sur les coupes tomographiques en fin d'essai mais toujours sous confinement, principalement sous la forme de zones dilatantes, alors qu'après retrait complet du confinement, elle apparaît sous la forme d'une fissure ouverte. Ce résultat est important car les observations de la zone localisée ne sont généralement pas réalisées sous chargement et portent à conclure que l'endommagement localisé dans les argilites de l'Est, se traduit uniquement sous la forme de fissures ouvertes. Dans le contexte de l'étude, cela prouve que des discontinuités créées par l'excavation des galeries dans l'EDZ (Excavated Damaged Zone) ne sont pas forcément des fissures ouvertes. Nous pouvons raisonnablement penser que les fissures observées dans les galeries excavées ne sont ouvertes en réalité que dans une faible zone, proche des parois des galeries. L'accroissement de perméabilité induite par ces fissures ouvertes n'affecterait en fait qu'une zone réduite de l'EDZ.

Une autre observation va dans le même sens. Dans le centre de l'échantillon, la zone localisée apparaît avec la résolution spatiale que nous avons utilisée, comme du matériau « intact ». L'observation d'inclusions de calcite (en forme de filon) traversant ces régions, montrent que la région n'est pas intacte mais qu'il y règne un fort cisaillement. La zone localisée est alors soit une fissure fermée fonctionnant en cisaillement (en mode 2), soit une bande de cisaillement d'épaisseur inférieure à notre résolution spatiale d'observation i.e. 14 µm. La question qui est de savoir si les discontinuités générées par des sollicitations mécaniques dans ces roches argileuses, sont des discontinuités fortes i.e. des fissures, ou des discontinuités faibles i.e. des bandes de cisaillement, n'a pas de réponse claire. En fait, cela dépend de l'état de contrainte du matériau (et aussi ne l'oublions pas de l'échelle d'observation).

Pour l'essai à 5 MPa, la zone localisée est apparemment unique, globalement plane et inclinée. Elle est orientée à 35° par rapport à la direction de la contrainte principale majeure. En fin d'essai, elle est composée principalement de fissures ouvertes et de quelques zones dilatantes ou de matériau apparaissant « intact ». Lors de cet essai, les mesures tomographiques après retrait du confinement ne sont pas disponibles à cause d'un problème de stabilité du faisceau synchrotron lors de la mesure. Néanmoins, aux vues des observations faites pendant l'essai à 10 MPa lors du retrait du confinement, nous pouvons penser que la zone localisée serait sans doute apparue après retrait du confinement sous la forme d'une fissure ouverte traversant l'échantillon.

Comme pour l'essai à 10 MPa, la zone localisée est apparue peu après le pic de contrainte déviatoire. Ensuite avec l'augmentation de la déformation axiale, les fissures ouvertes ont continué à s'ouvrir et à se propager en suivant des zones précédemment dilatantes. L'observations des filons de calcite traversant des régions de matériau apparemment « intact » montre qu'une discontinuité existe où il règne du cisaillement. Cela prouve à nouveau que la zone localisée lorsqu'elle est partiellement observable grâce à des zones dilatantes ou des fissures ouvertes principalement situées en périphérie de l'échantillon, est en réalité continue et traverse complètement l'échantillon.

Pour l'essai à 1 MPa, la rupture est fragile. L'ensemble des zones localisées est complexe. Il est composé d'un réseau de fissures ouvertes avec d'une part, une figure classiquement observée en compression simple ou pour de faible confinement i.e. une fissure verticale au centre de l'échantillon (*axial splitting*) et des fissures formant un cône dans le bas de l'échantillon, et d'autre part, un ensemble de plans de fissures inclinés. L'endommagement localisé est apparu peu avant le pic de la contrainte déviatoire sous la forme de quelques zone dilatantes et de quelques fissures ouvertes. Elle est ensuite complètement développée après le pic. Avec l'augmentation de la déformation axiale, les fissures ensuite continuent à s'ouvrir puis leur ouverture se stabilise pendant la fin de l'essai (i.e. retrait du déviateur et de la pression de confinement).

L'atout de cette campagne par rapport à la campagne menée sur la marne de Beaucaire, est que l'échantillon a été scanné dans sa globalité ce qui a permis de reconstruire la zone localisée en trois dimensions. Ces images permettent d'apporter des informations supplémentaires. Dans l'essai à 1 MPa, l'organisation spatiale des fissures est tellement complexe que les images 3D sont indispensables pour comprendre cette complexité du réseau de fissures créé. Dans l'ensemble des essai, les inclusions majeures n'ont apparemment pas joué de rôle important dans le phénomène de localisation, sauf dans l'essai à 10 MPa. Les image 3D ont pu montrer plus clairement que les coupes tomographiques, qu'une inclusions de grande taille avait influencé la propagation de la zone localisée. En effet, il apparaît clairement que le zone localisée a été déviée par cette inclusion et a suivi sa forme. De plus, quelques fissures secondaires ont été créées dans cette zone d'interaction entre la zone localisée et l'inclusion.

La principale limite est comme nous venons de le voir, la résolution spatiale, et cela se traduit de deux façons. La première est qu'il est parfois impossible de conclure sur la nature de la zone localisée. En effet, lorsque la zone localisée est visible sous la forme d'une zone dilatante ayant une largeur inférieure à 2-3 fois la résolution, elle peut être, soit une bande de cisaillement dilatante de la largeur observée, soit une fissure dont l'ouverture est inférieure à la largeur de la figure observée.

La deuxième limite liée à la résolution spatiale mais aussi à la technique utilisée, est que dans certains cas, la zone localisée ne peut tout simplement, pas être détectée. Par exemple, l'observation d'inclusion de calcite en forme de filon, nous a permis de prouver que des régions de matériau apparaissant « intact » dans nos images, sont en fait traversées par une discontinuité. Si sa taille et/ou les variations volumiques qu'elle engendre, sont trop faibles, la discontinuité n'est pas visible dans les coupes tomographiques. En effet, la méthode tomographique que nous avons utilisée, la tomographie RX par transmission, est

limitée en résolution de densité. Une autre technique de tomographie RX, la tomographie par contraste de phase, est alors plus appropriée lorsque les phénomènes que l'on veut étudier, se traduisent par de très faibles variations de densité (voir le chapitre 2 de l'ouvrage de Baruchel et al. (2000)).

Dans notre étude, ces limites évoquées ne nous ont pas permis de détecter dans l'espace et dans le temps, l'initiation de localisation de la déformation dans les coupes tomographiques. Comme nous l'avons vu dans les essais à 5 et à 10 MPa, la zone localisée est apparue dans les images tomographiques seulement après le pic de la contrainte déviatoire, alors qu'il est raisonnable de penser que la localisation s'initie avant le pic.

### 6.3 CORRELATION D'IMAGES

Les techniques de mesures de champ de déplacements en surface d'échantillon par corrélation ou stéréo-corrélation d'images numériques, très proches dans leur principe de ceux de la vélocimétrie par images de particules utilisée en mécanique des fluides, ont prouvé leur intérêt dans l'étude des réponses mécaniques des matériaux (par exemple, Touchal et al. (1997), Vacher et al. (1999), Bornert et Doumalin (2000), Viggiani et Desrues (2004)). Grâce aux progrès informatiques des ordinateurs personnels et l'accessibilité croissante à des systèmes « imageurs » de bonne qualité, leur utilisation tend à devenir courante dans la caractérisation du comportement mécanique des matériaux. Un groupement de recherches dont notre équipe fait partie, a été créé (GDR CNRS 2519) pour le développement de ces techniques. La présentation du GDR est disponible à l'adresse suivante : <http://www.ifma.fr/lami/gdr2519/presentation/>. Les nombreuses références citées montrent le développement et l'intérêt grandissant dans l'utilisation de ces techniques expérimentales. Le principal problème de la méthode est le caractère surfacique. Les mesures ne représentent pas le comportement volumique du matériau sauf quand les champs à mesurer sont parfaitement plans ce qui est rarement le cas en pratique. Depuis quelques années, ce problème peut être évité grâce aux développements des techniques d'imagerie en trois dimensions qui ont permis d'étendre les techniques de corrélation d'images aux mesures de champs cinématiques tridimensionnels (par exemple, Bay et al. 1999, Verhulp et al. 2004).

Nous avons souhaité appliquer ces techniques de corrélation étendues aux données tridimensionnelles dans l'analyse de nos données tomographiques et à cette fin, nous avons collaboré avec M. Bornert (Laboratoire de Mécanique des Solides à Palaiseau) qui a développé un logiciel de mesure de champs de déplacements tridimensionnels par corrélation d'images. En effet, l'observation directe de nos images tomographiques a montré ses limites dans la caractérisation spatio-temporelle de la localisation de la déformation car la zone localisée peut ne pas induire de variations locales de densité (variations volumiques) assez importantes pour être mesurées avec la technique et/ou la résolution utilisée. Dans ce cas, elle ne permet pas de détecter l'initiation de la localisation de la déformation suggérée par la réponse mécanique de l'échantillon. Les techniques de corrélation d'images permettent de mesurer des champs de déplacements incrémentaux. Une fois obtenus, les tenseurs de déformation incrémentale correspondants peuvent être calculés par dérivation spatiale. Notre but avec l'utilisation de ces techniques, est d'étudier l'initiation de la localisation de la déformation en calculant les déformations de cisaillement (partie déviatoire du tenseur de déformation incrémentale).

Après avoir exposé la méthode, nous présentons les résultats issus de l'analyse de nos données tomographiques. La présentation de la technique et du logiciel utilisé est largement inspiré de trois papiers (Bornert et al. (2004a), (2004b) et (2005)). Nous conseillons vivement

au lecteur désirant de plus amples détails, de consulter la référence Bornert et al. (2005) qui est la plus complète sur la présentation et la validation de la technique utilisée.

- Principe

Le principe de la méthode consiste à obtenir des images d'un échantillon à différents états (ici, à différents moments d'un essai mécanique) puis à comparer des images à deux états différents (image de référence et image déformée) afin d'en déduire le champ de déplacements correspondant. Pour ce faire, une grille virtuelle de points est créée dans l'image de référence et la technique consiste à rechercher les points correspondants dans l'image déformée en s'appuyant sur la reconnaissance des niveaux de gris d'une zone entourant chaque point. Cela nécessite la présence de contrastes locaux (mouchetis) qui peuvent être ajoutés artificiellement lorsque le matériau n'en présente pas naturellement. Notons que le contraste local autour de chaque point doit être à une échelle plus fine que celle des gradients de déformations. L'outil développé par M. Bornert et utilisé dans le cadre de cette thèse, est une extension de la technique de mesure de champ de déplacements bidimensionnels par corrélation aux images tridimensionnelles. La précision de mesure peut descendre jusqu'à 0.01 voxel.

La démarche est la suivante. Une grille virtuelle régulière tridimensionnelle est créée sur l'image de référence (figure 6.30.a). Chaque point est ensuite recherché dans l'image déformée en se basant sur la correspondance des niveaux de gris d'un domaine D défini autour de chaque point. Le domaine D appelé *domaine de corrélation*, est un ensemble de voxels choisi de forme cubique qui est modifié par la déformation subie. Soient  $\underline{X}$  et  $\underline{x}$  les coordonnées d'un même point matériel dans les deux images et  $\phi$  la transformation matérielle liant les deux configurations telle que  $\underline{x} = \phi(\underline{X})$  (figure 6.30.b). Pour le domaine D entourant le point matériel  $\underline{X}_0$ , la transformation du domaine est approchée par un développement limité du premier ordre, un mouvement de corps rigide combiné à une déformation homogène. Pour des déformations locales faibles, l'approximation de la transformation par une translation simple peut être suffisante en pratique. Les meilleurs paramètres caractérisant cette transformation sont ceux qui minimisent un certain coefficient de corrélation C mesurant la ressemblance entre les niveaux de gris du domaine D et de sa transformée par  $\phi$ . Le coefficient C peut être formulé de plusieurs façons (Chu et al 1985, Grant 1997) et celui retenu est un paramètre adimensionnel de type « produit scalaire normalisé » de l'écart des niveaux de gris par rapport à la moyenne sur le domaine de corrélation.

$$C = 1 - \frac{\sum_{\underline{X} \in D} (f(\underline{X}) - \bar{f}_D) \cdot (g(\phi(\underline{X})) - \bar{g}_D)}{\sqrt{\sum_{\underline{X} \in D} (f(\underline{X}) - \bar{f}_D)^2 \cdot \sum_{\underline{X} \in D} (g(\phi(\underline{X})) - \bar{g}_D)^2}} \quad (6.1)$$

où  $\underline{X}$  se réfèrent aux voxels de D, f et g sont les niveaux de gris des images des référence et déformée, et  $\bar{f}_D$  et  $\bar{g}_D$  leurs moyenne sur D et  $\phi(D)$ . Cette formulation est adaptée pour les images pouvant présenter des fluctuations de contraste ou de luminosité comme le seuillage et le recodage en 8 bit des images tomographiques peuvent introduire.

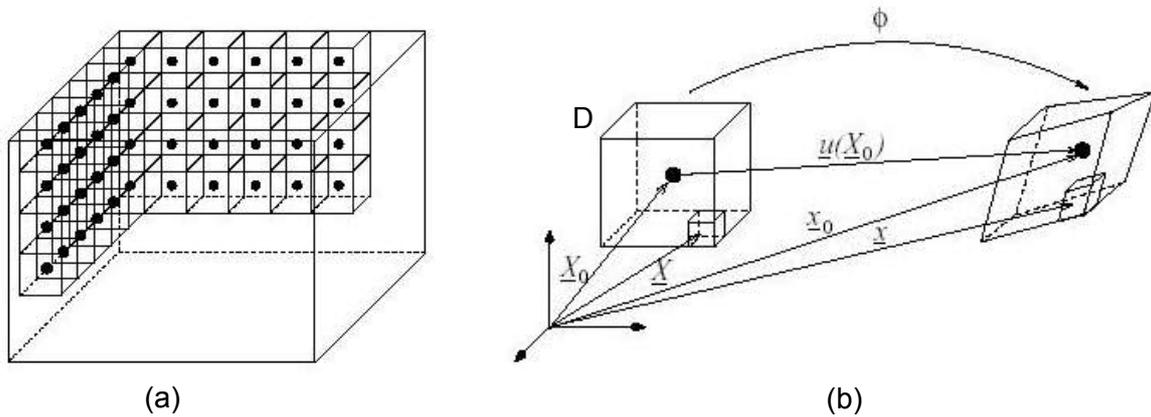


Figure 6.30 : Grille virtuelle des points analysés dans le volume (figure a) et transformation matérielle volumique (figure b) (Bornert et al. 2005).

Le traitement se déroule en deux étapes. La première est une recherche au voxel près, des positions des points de référence dans l'image déformée. Dans cette étape, la démarche est incrémentale et consiste à rechercher le minimum du coefficient de corrélation  $C$  dans un *domaine de recherche* centré sur une position a priori déduite par translation à partir du point précédent. La deuxième étape consiste à optimiser la position des points en obtenant une précision « sub-voxel ». A partir des positions aux voxels près, la recherche du minimum de  $C$  est effectuée par une méthode de descente de gradient utilisant le premier gradient du coefficient de corrélation. Une interpolation trilineaire des niveaux de gris est utilisée pour évaluer les variations de niveaux de gris entre deux voxels adjacents ce qui permet d'obtenir une précision « sub-voxel » de l'emplacement de  $D$ . En pratique, la première étape est semi-automatique. Grâce à un logiciel interactif qui permet de visualiser les images de référence et déformée, les points de référence (grille virtuelle) sont créés à partir de quatre points choisis dans l'image de référence et définissant un parallélogramme. Notons que lorsque la géométrie traitée n'est pas régulière (géométrie de l'échantillon ou zones de l'échantillon ne présentant pas de contraste), certains points de référence peuvent être ensuite invalidés. Puis, le premier point de la recherche est placé manuellement sur l'image déformée ainsi que ceux pour lesquels le traitement par corrélation ne fonctionne pas à cause de la présence d'artefacts dans les images ou d'une évolution locale du matériau trop importante. La seconde étape est entièrement automatique.

A l'issue de ce calcul, nous disposons d'une estimation du déplacement des centres des *domaines de corrélation* où le calcul a pu être mené. A partir de ce champ de déplacements, les déformations locales selon le tenseur de Green-Lagrange peuvent être calculées. Cela nécessite de calculer le gradient de la transformation. Dans notre cas, la déformation locale en un point est calculée comme la valeur moyenne du gradient de la transformation sur un domaine centré sur le point de calcul et dont la taille correspond à celle du domaine de corrélation. Ce calcul nécessite de connaître les valeurs de déplacement en tout point du domaine. Le champ de déplacements étant discret, il est nécessaire d'interpoler le déplacement entre les points. Cette interpolation est effectuée à l'aide de fonctions de forme d'éléments finis cubiques à huit nœuds. En pratique, un maillage régulier d'éléments finis dont les nœuds coïncident avec les centres des *domaines de corrélation* est défini et les déformations locales sont calculées à partir des fonctions de forme associées. Ce traitement est mené avec le code de calcul Cast3M (<http://www-cast3m.cea.fr/>) qui permet de lire les valeurs de déplacement et les positions des points de référence, de calculer les déformations locales et de visualiser les résultats à l'aide de coupes à travers l'échantillon.

- Résultats

Les techniques de mesure de champ de déplacements par corrélation d'images reposent sur la reconnaissance de niveaux de gris. Dans notre cas, nous supposons que les changements locaux de densité ne sont pas significatifs entre chaque étape de mesures tomographiques et que le mouchetis (contrastes locaux de niveaux de gris) nécessaire à la mesure est donné par la composition naturelle de la matrice. Nous supposons que la déformation globale de l'échantillon en cours d'essai est principalement due à la déformation de la matrice ainsi lors du recodage en 8 bit des images (voir chapitre 4 et annexe 4-1), les bornes ont été choisies afin que le nombre de niveaux de gris caractérisant la matrice soit le plus important. La transformation des *domaines de corrélation* est supposée être une simple translation. Le pas de la grille virtuelle et la taille du domaine de corrélation sont identiques afin d'utiliser l'ensemble de l'information. La taille choisie pour le *domaine de corrélation* est de 20 voxels. Le *domaine de recherche* est un cube de 10 voxels de côté. Le nombre de points analysés est d'environ 90000. Les éléments utilisés pour le calcul sont des briques à huit nœuds dénommées « CUB8 » dans le code Cast3M.

Les essais ESTSYN01 et ESTSYN02 ont été analysés. Du fait du caractère fragile de la rupture lors de l'essai ESTSYN02, les variations de contrastes locaux de niveaux de gris induites par l'endommagement sont trop importantes pour que la technique fonctionne. Par contre, une rupture moins fragile comme dans l'essai ESTSYN01 n'engendre pas de variations de contraste significatives ainsi la mesure par corrélation est possible. Nous allons présenter la partie déviatoire du tenseur de déformation incrémentale (déformations de cisaillement) lors de deux incréments de l'essai ESTSYN01 correspondants aux moments avant et après le pic dans la figure 6.3. Les résultats sont présentés suivant des coupes horizontales et verticales dont les positions sont indiquées sur la figure 6.31. Nous évoquerons ensuite quelques résultats de la partie volumique du tenseur de déformation incrémentale.

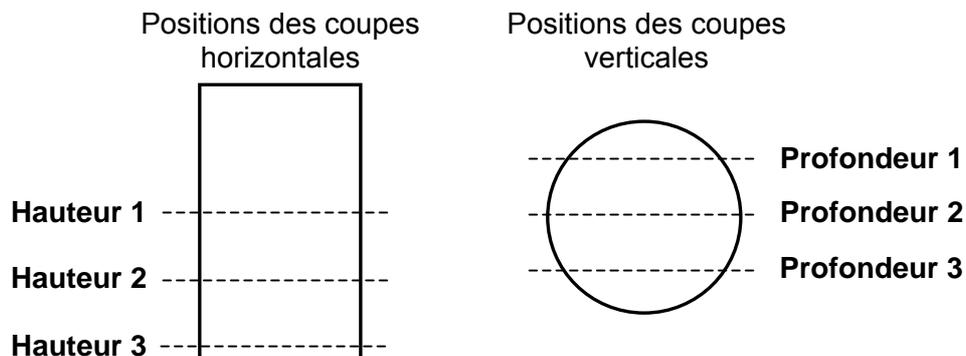


Figure 6.31 : Positions des coupes horizontales (à gauche) et verticales (à droite) présentées dans les figures 6.32 et 6.33.

Observons dans un premier temps l'incrément correspondant au moment avant le pic dans la figure 6.3 (i.e. de l'étape 2 à l'étape 3). La figure 6.32 présente la partie déviatoire du tenseur de déformation incrémentale correspondant à l'incrément « pre-pic ». A gauche de la figure se trouvent les coupes horizontales et à droite les coupes verticales dont les positions sont définies dans la figure 6.31. L'image en bas à droite est une vue globale de l'échantillon. Le maillage représente les domaines de corrélation définis dans l'image de référence (étape 2). L'échelle des déformations est indiquée et va de 0 à 0.15 (les déformations plus grandes que 0.15 sont représentées avec une valeur de 0.15 dans les figures). Notons que l'objectif avec l'utilisation de la tomographie n'étant pas de mesurer des champs de déformations, les valeurs issues de la mesure par corrélation ne sont que des indications. Une mesure plus fine des déformations aurait nécessité une meilleure résolution spatiale pour les mesures tomographiques.

Les résultats montrent une zone de concentration des déformations de cisaillement dans le bas de l'échantillon. Elle est visible sur la coupe horizontale correspondant à la hauteur 3 sous la forme d'une zone circulaire proche de l'extérieur et épousant la forme de l'échantillon, et sur les coupes verticales profondeurs 2 et 3, sous la forme d'une bande inclinée. Les coupes horizontales hauteurs 1 et 2 ainsi que la coupe verticale profondeur 1 ne présentent aucune zone de localisation de la déformation. Les bandes bleu clair en dehors de la zone localisée sont des artefacts générés par la technique de mesure par corrélation. Ces résultats montrent que la localisation de la déformation apparaît avant le pic alors qu'aucune figure de localisation n'est visible dans les images tomographiques correspondant à ce moment de l'essai.

La figure 6.33 montre la partie déviatoire du tenseur de déformation incrémentale correspondant à l'incrément « post-pic » (i.e. de l'étape 3 à l'étape 4 dans la figure 6.3) suivant la même organisation que la figure 6.32. La zone localisée est clairement visible et est complètement développée. Elle est sous la forme d'une bande inclinée globalement plane. Notons que la largeur de la zone est surestimée car les *domaines de corrélation* (20 voxels) ont une taille bien plus importante que la zone localisée comme le montrent les mesures tomographiques (4-5 voxels). L'emplacement et la forme de la zone localisée coïncide avec les observations tomographiques en fin d'essai où la zone localisée est clairement visible. Cela permet de confirmer que les figures de localisation observées en fin d'essai sont apparues peu avant le pic comme il est généralement admis pour les géomatériaux (pour une synthèse voir l'ouvrage de Vardoulakis et Sulem 1995). Notons que dans la coupe horizontale hauteur 3, la zone localisée est de forme circulaire à l'incrément « pre-pic ». A l'incrément suivant (« post-pic »), nous constatons que la zone localisée s'est développée sur une partie seulement de la zone initialement circulaire et que le reste de cette zone a disparu (en terme de déformation incrémentale) ce qui signifie qu'elle a cessé d'être active. La localisation de la déformation apparaît donc peu avant le pic et la zone localisée prend sa forme définitive peu après le pic.

Enfin, nous pouvons constater dans les coupes horizontales hauteurs 1 et 2, dans la coupe verticale profondeur 3 et la vue globale de l'échantillon qu'une deuxième zone inclinée s'est créée. Elle correspond à la fissure « secondaire » créée par l'inclusion massive composée de calcite et de pyrite (figures 6.6 et 6.15). Cette fissure n'est visible dans les images tomographiques qu'à la fin de l'essai après retrait du confinement. Les mesures par corrélation permettent donc de détecter la présence de discontinuité même de faible ampleur (bande très fine ou fissure peu ou pas ouverte) avant que les mesures tomographiques la montrent.

Le but de cette analyse est d'accéder aux déformations de cisaillement. Néanmoins afin d'être complet, nous présentons les résultats de déformation volumique. La figure 6.34 présente la partie volumique du tenseur de déformation incrémentale correspondant à l'incrément « pre-pic » (i.e. de l'étape 2 à l'étape 3 dans la figure 6.3) et la figure 6.35 pour un incrément plus important (i.e. de l'étape 2 à l'étape 4). L'organisation des figures ainsi que l'emplacement des coupes présentées sont identiques à ceux des figure 6.32 et 6.33.

Comme la tomographie RX est une mesure de densité, les variations mesurées sont liées aux déformations volumiques. Ainsi sans surprise, les mesures de déformation volumique par corrélation sont en adéquation avec les mesures tomographiques à savoir que les déformations volumiques (ici, principalement ouverture en fissure) apparaissent après le pic et principalement sur la partie périphérique de l'échantillon.

- Conclusions

Les résultats de mesure de déplacements par corrélation ont prouvé leur intérêt majeur dans l'analyse des images tomographiques pour étudier la localisation de la déformation. D'une part, elles permettent de détecter dans l'espace et dans le temps l'initiation de la zone localisée ce qui dans notre cas, s'est avéré impossible avec la tomographie RX uniquement. La zone localisée avec les mesures par corrélation apparaît clairement peu avant le pic et se développe ensuite suivant sa forme définitive peu après le pic. Dans les images tomographiques, les discontinuités ne sont principalement visibles qu'en fin d'essai, lorsqu'elles sont sous la forme de fissures ouvertes. Les mesures par corrélation prouvent que les discontinuités sont en effet présentes peu avant le pic et sous la forme de zones étroites d'intenses déformations de cisaillement. Ces résultats vont dans le sens du scénario suggéré par Desrues (1995) et Scavia et al. (1997) à savoir que des zones d'intenses déformations se développent et que les fissures se créent ensuite à partir de ces zones. D'autre part, la complexité géométrique de la zone localisée est mesurée. Pour l'essai ESTSYN01, les mesures par corrélation montrent que la zone localisée n'est localement pas plane et qu'elle est composée de zones où les déformations de cisaillement sont plus ou moins intenses.

Ces résultats ouvrent de nouvelles perspectives dans l'utilisation de la tomographie RX dans l'étude du comportement mécanique des géomatériaux. Ils montrent que les techniques de mesures par corrélation sont applicables aux données tomographiques de roches argileuses. Les contrastes locaux dans les images, dus à l'hétérogénéité naturelle des matériaux, sont suffisants pour permettre les mesures. De plus, ils prouvent leur nécessité dans la caractérisation spatio-temporelle de l'initiation de la localisation de la déformation. Les limites de la technique concernent l'étude des ruptures fragiles où les contrastes locaux induits par la rupture peuvent être trop importants pour permettre la mesure. De plus, la technique nécessite beaucoup de temps à l'utilisateur. Elle n'est pas complètement automatique et une fois la mesure effectuée (ce qui prend quelques heures sur une machine performante), il est nécessaire de corriger manuellement des points manifestement inexacts. Cette dernière opération de correction se révèle la plupart du temps bien plus longue que la mesure en elle-même.

Ces limites sont tout de même peu pénalisantes et surtout que provisoires. En effet, ces techniques n'en sont qu'à leur début et nous pouvons raisonnablement pensé que l'amélioration des algorithmes de corrélation associés à l'amélioration des résolutions spatiales des images permettra de réduire considérablement les limites évoquées. Ainsi, la combinaison des techniques de tomographie RX et de mesures par corrélation d'images tridimensionnelles s'avère être un nouvel et formidable outil dans l'étude de l'endommagement localisé des roches argileuses.

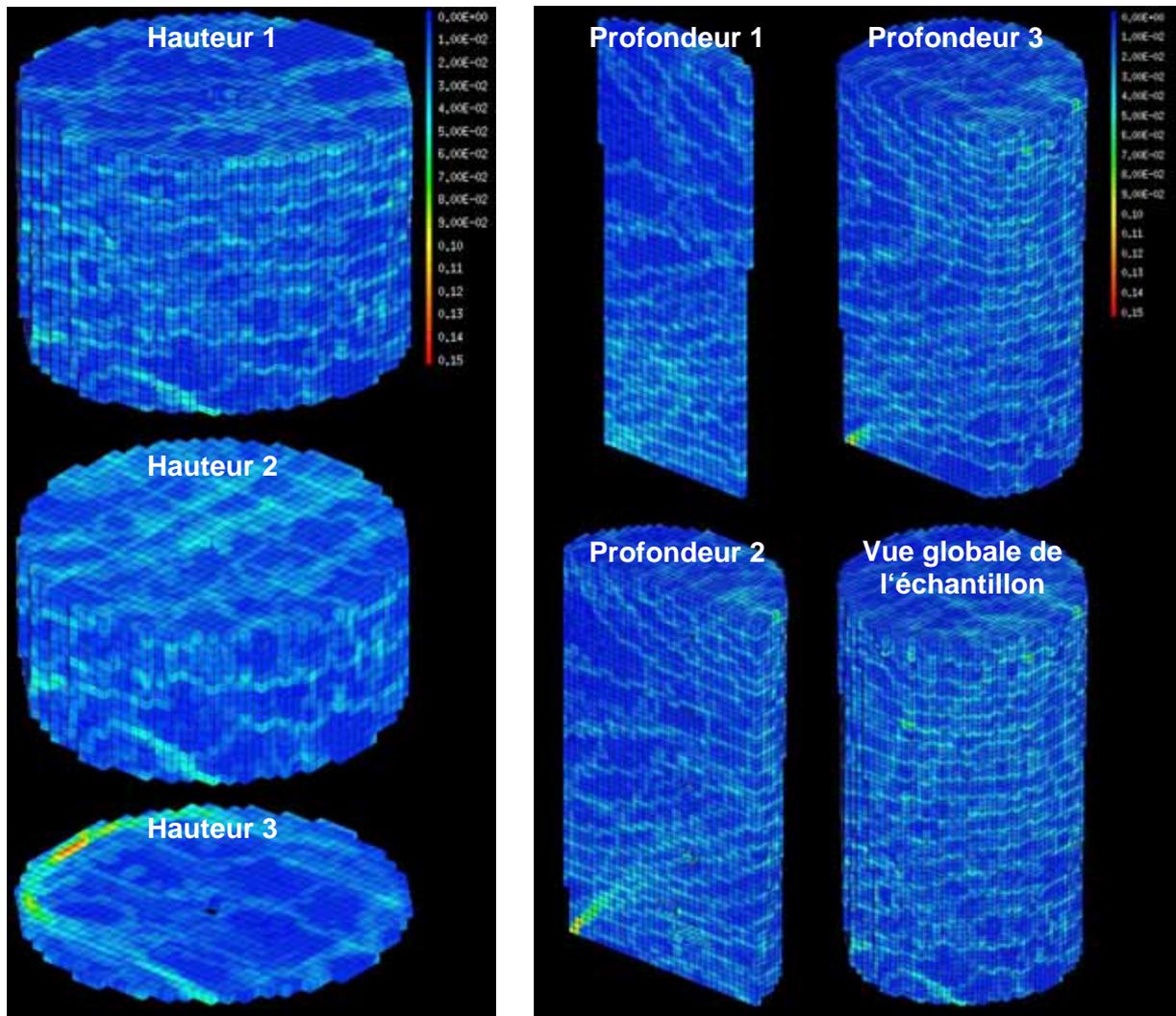


Figure 6.32 : ESTSYN01. Champ de déformations de cisaillement incrémentales lors de l'incrément « pre-pic » (i.e. de l'étape 2 à l'étape 3 dans la figure 6.31). Les coupes horizontales sont présentées à gauche de la figure et les coupes verticales à droite. Le maillage représente les domaines de corrélation définis dans l'image de référence.

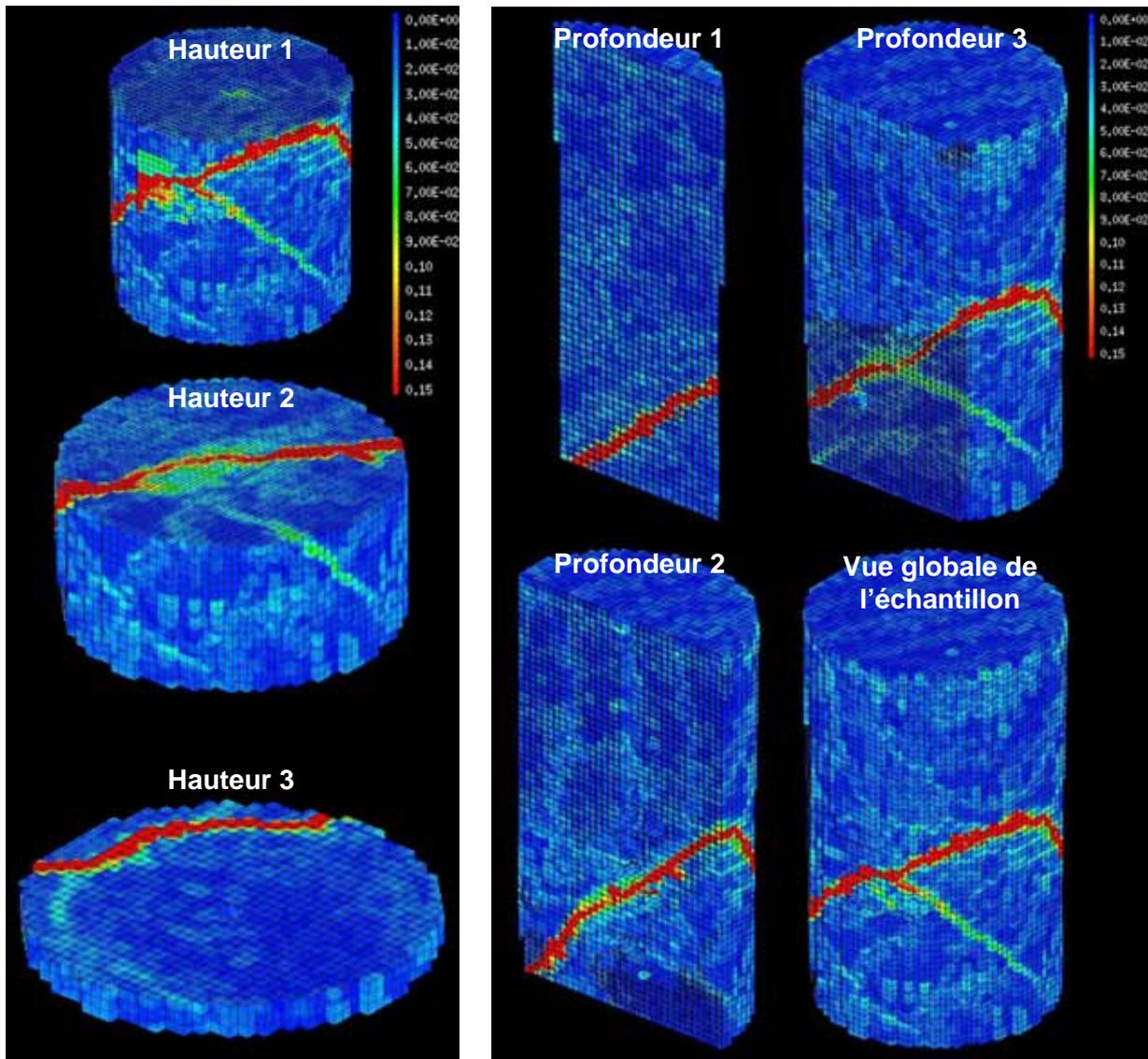


Figure 6.33 : ESTSYN01. Champ de déformations de cisailement incrémentales lors de l'incrément « post-pic » (i.e. de l'étape 3 à l'étape 4 dans la figure 6.31). Les coupes horizontales sont présentées à gauche de la figure et les coupes verticales à droite. Le maillage représente les domaines de corrélation définis dans l'image de référence. A cette incrément, le maillage n'est pas régulier car les domaines de corrélation utilisés dans l'image de référence sont ceux donnés par la mesure « pre-pic ».

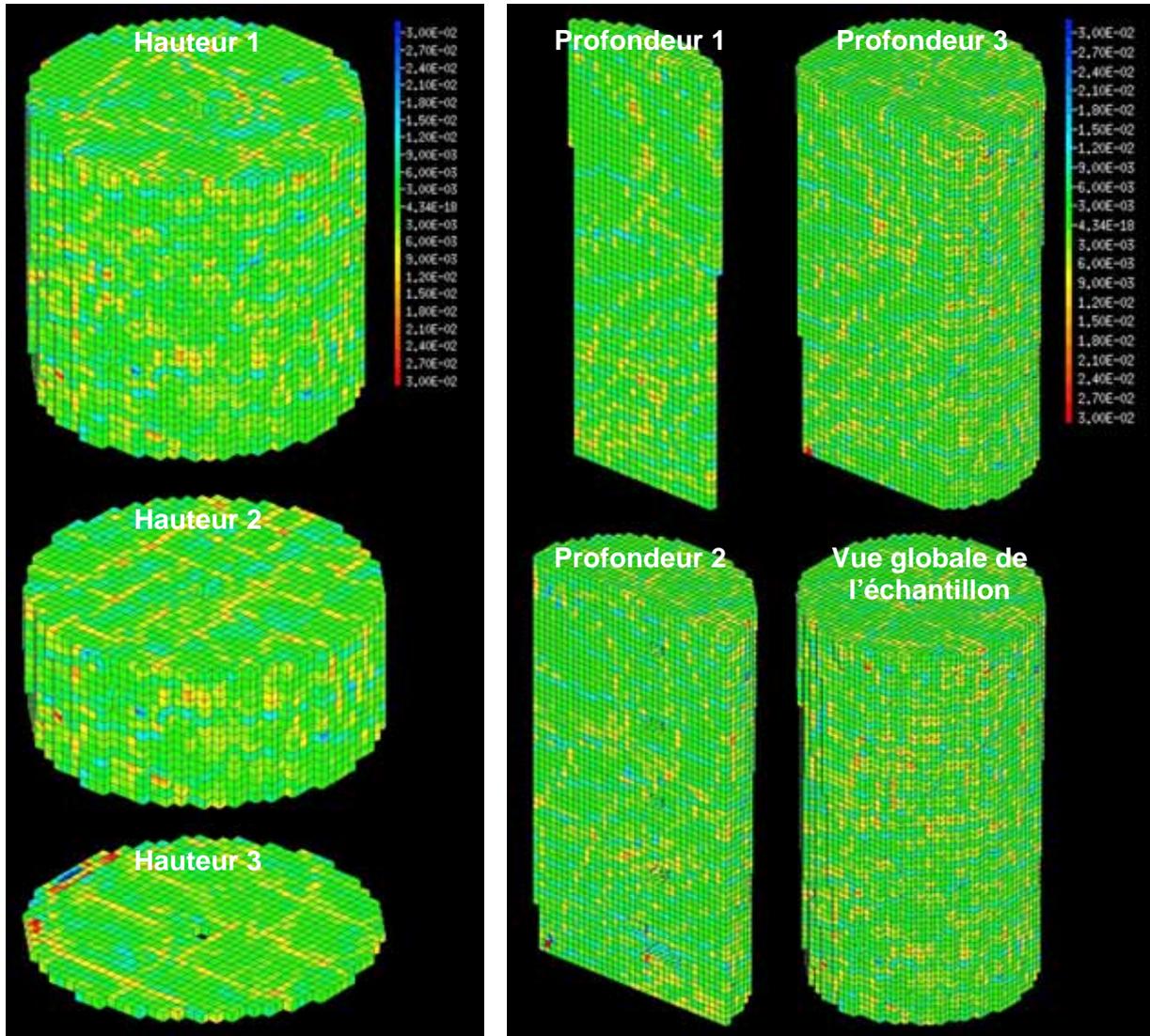


Figure 6.34 : ESTSYN01. Champ de déformations volumiques incrémentales lors de l'incrément « pre-pic » ( i.e. de l'étape 2 à l'étape 3 dans la figure 6.31). Les coupes horizontales sont présentées à gauche de la figure et les coupes verticales à droite. Le maillage représente les domaines de corrélation définis dans l'image de référence.

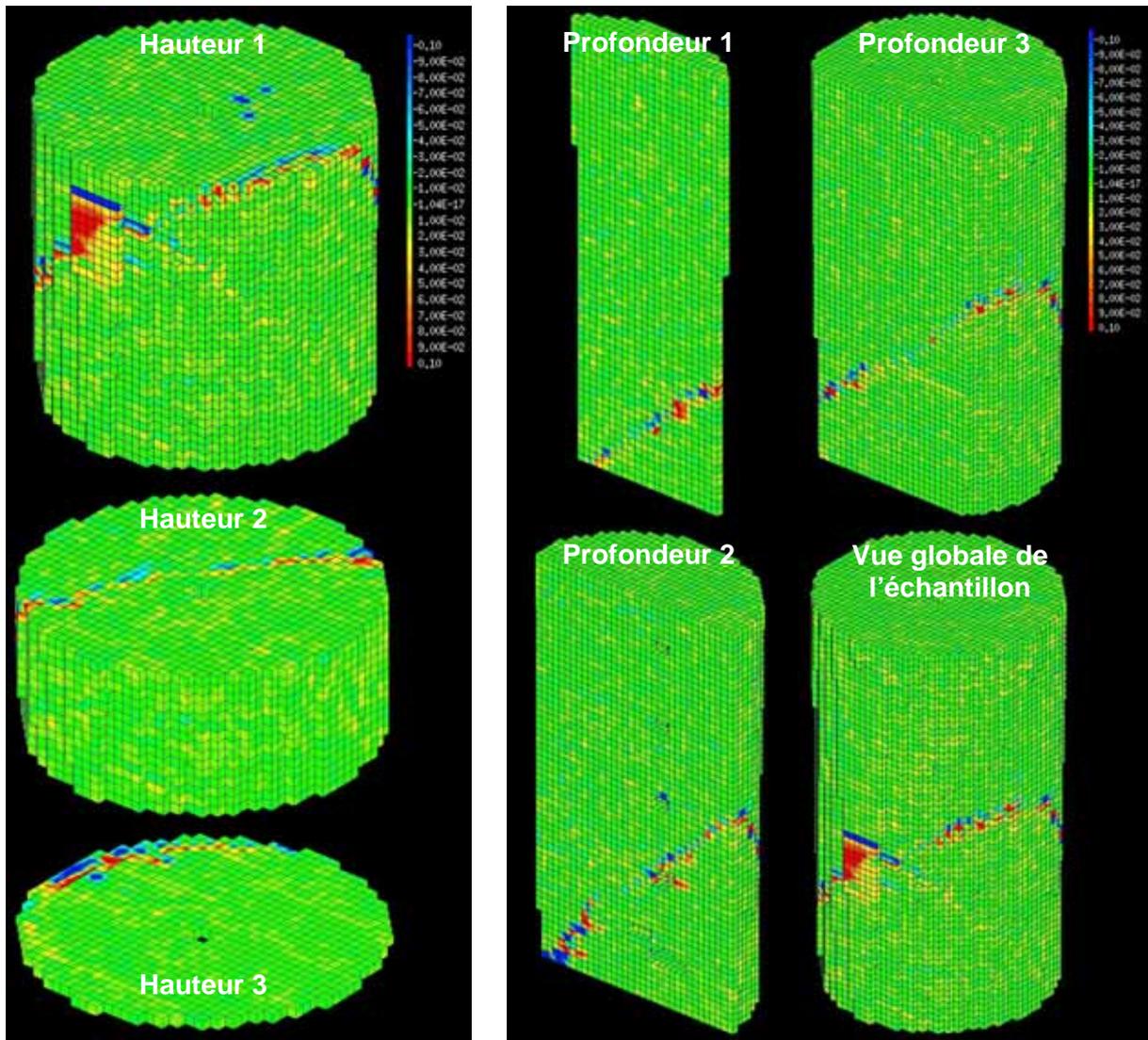


Figure 6.35 : ESTSYN01. Champ de déformations volumiques incrémentales lors de l'incrément « pre-post pic » ( i.e. de l'étape 2 à l'étape 4 dans la figure 6.31). Les coupes horizontales sont présentées à gauche de la figure et les coupes verticales à droite. Le maillage représente les domaines de corrélation définis dans l'image de référence.

**Chapitre 7 :**  
**CONCEPTION D'UNE CELLULE  
TRIAXIALE AVEC MESURE DE  
PERMEABILITE POUR L'ARGILITE  
DE L'EST**



Dans le cadre des études de sûreté du stockage des déchets radioactifs en formation géologique profonde, la connaissance de l'évolution de la perméabilité de la couche hôte en fonction de son endommagement est un des points essentiels. Comme l'accroissement de la perméabilité dans l'EDZ (Excavated Damage Zone) est principalement dû à la fissuration (perméabilité de fissure), nous l'avons caractérisée, comme nous l'avons vu, à l'aide de la tomographie RX. L'objectif maintenant est de lier ces mesures tomographiques à des mesures d'évolution de perméabilité en fonction de l'endommagement. Cependant, les études de mesure de perméabilité sur les roches argileuses étudiées dans le contexte du stockage des déchets radioactifs, sont peu nombreuses du fait des difficultés expérimentales énormes liées aux très faibles perméabilités de ces matériaux. Le nombre réduit de données, notamment sur les argilites de l'Est (voir chapitre 2), nous ont motivé à développer un dispositif adapté pour étudier l'évolution de la perméabilité des argilites de l'Est sous chargement déviatoire.

Plusieurs méthodes de laboratoire existent pour mesurer la perméabilité d'un milieu poreux et sont adaptées selon l'ordre de grandeur des perméabilités à mesurer. Pour des perméabilités fortes à faibles, les méthodes dites stationnaires basées sur l'établissement d'un écoulement permanent dans le milieu poreux conviennent. Pour des perméabilités faibles à très faibles, les méthodes transitoires basées sur la diffusion d'une onde de pression sont plus adaptées. En effet, la méthode stationnaire est basée sur l'établissement d'un régime permanent à l'aide d'un gradient hydraulique. Cela nécessite des temps très longs pour établir le régime permanent, et la mesure précise de volumes de fluide, ce qui devient quasiment impossible tellement les volumes à mesurer sont petits avec des perméabilités très faibles. De plus, des problèmes expérimentaux classiques comme les variations de température ou des fuites dans les systèmes hydrauliques ont alors une influence très grande sur la qualité des résultats. La transition entre les deux types de mesure se situe pour des perméabilités de l'ordre de  $10^{-17}$ - $10^{-18}$  m<sup>2</sup> d'après Brace et al. (1968), Brace (1980) et Trimmer (1982). La méthode adoptée par l'ensemble des auteurs ayant étudié la perméabilité des argilites de l'Est (Heitz (1998), Coste (1999), Escoffier (2002), Bounneni (2002)), est la méthode transitoire dite du « pulse test ».

La mise en œuvre des mesures par « pulse test » est difficile. La méthode nécessite d'avoir une pression de pore homogène en début d'essai, ce qui implique de pouvoir mesurer et contrôler la pression interstitielle et ses variations. En pratique, ces exigences sont extrêmement difficiles à respecter pour des perméabilités très faibles. De plus, il est indispensable d'adapter le dimensionnement des dispositifs expérimentaux ce qui n'est pas toujours évident (Hiesh et al. (1981), Trimmer (1982), Wang et Hart (1993), Escoffier (2002)). Enfin, l'établissement d'une pression de pore homogène demande beaucoup de temps (plusieurs semaines pour un échantillon de taille standard). En pratique, les hauteurs d'échantillons sont réduites afin de diminuer les longueurs de drainage et ainsi les temps de drainage. Cependant, d'un point de vue mécanique, la réduction de la hauteur d'échantillon augmente les effets de bord et ainsi n'assure pas des conditions d'essai suffisamment homogènes. Pour éviter ce problème, il est recommandé de tester des échantillons d'élanement 2. Cependant, une taille standard d'échantillon d'élanement 2 (diamètre 40 mm et hauteur 80 mm), impliquerait des temps d'essai beaucoup trop long. Escoffier et al. (2005) qui ont mesuré la perméabilité des argilites de l'Est sous chargement isotrope, indiquent que cette phase nécessite au moins 3 semaines sur des échantillons d'une hauteur de 15 mm.

L'idée que nous avons eu est de développer une installation triaxiale adaptée aux mesures de « pulse test » qui permette de tester des échantillons de « petite » taille et d'élanement 2. Les motivations sont doubles. La première est que, réduire la taille de l'échantillon et pas seulement sa hauteur, permet à la fois de réduire les temps de drainage et de conserver un élanement permettant d'assurer au mieux des conditions homogènes d'essai.

La deuxième motivation est que comme nous l'avons vu, nous avons pu caractériser l'endommagement sous chargement déviatoire à l'aide de la tomographie RX. Cette technique implique d'utiliser des échantillons de « petite » taille. Comme l'endommagement mécanique est la principale cause de l'évolution de la perméabilité (perméabilité de fissure), le but final est d'utiliser la même taille d'échantillon utilisée lors de nos mesures tomographiques, afin de pouvoir confronter les mesures de perméabilité et de tomographie RX. Cela pourrait constituer un ensemble de données intéressant pour les modèles multi-échelles développés dans l'étude du comportement hydromécanique des roches argileuses.

Nous avons réalisé une cellule triaxiale complète afin de combiner essais triaxiaux et mesures de perméabilité sur des échantillons d'argilite de l'Est de « petite » taille. Cette installation se nomme *microperméabilité*. Après avoir expliqué la méthode du « pulse test » et les spécificités à prendre en compte dans le dimensionnement des dispositifs expérimentaux pour de telles mesures, nous présentons l'ensemble de l'installation développée.

## 7.1 MESURE DE PERMEABILITE PAR « PULSE TEST »

Après avoir défini la notion de perméabilité, nous présentons le principe de la technique, les méthodes de traitement des données et les adaptations indispensables des dispositifs expérimentaux. Nous ne rentrons pas ici dans les détails de la méthode. Nous conseillons vivement au lecteur désirant utiliser ce type de mesure l'article de Brace et al. (1968) qui ont proposé pour la première fois cette méthode et les travaux de Hsieh et al. (1981), Neuzil et al. (1981), Wang et Hart (1993) qui ont contribué à son amélioration. Enfin, nous conseillons les travaux de thèse de Escoffier (2002) qui propose une étude globale et détaillée de la méthode.

### 7.1.1 Définition de la perméabilité

La perméabilité est une caractéristique physique qui représente la facilité qu'a un matériau à permettre le transfert d'un fluide au travers d'un réseau connecté. Le mot « perméabilité » désigne en fait deux grandeurs physiques distinctes : la conductivité hydraulique  $K$  [m/s] qui est caractéristique des conditions d'écoulement dans un matériau donné pour un fluide donné, et la perméabilité intrinsèque  $k$  [m<sup>2</sup>] qui caractérise le milieu poreux. Les deux grandeurs sont liées et la relation entre  $K$  et  $k$  s'écrit :

$$K = \frac{\gamma_w}{\mu_w} k \quad (7.1)$$

avec  $\gamma_w$  le poids volumique du fluide [kg/m<sup>3</sup>] et  $\mu_w$  la viscosité dynamique du fluide [Pas].

Dans la suite du manuscrit, la perméabilité désignera la perméabilité intrinsèque.

### 7.1.2 Principe de la mesure

La méthode du « pulse test » a été introduite par Brace et al. en 1968 et consiste à étudier la diffusion d'un saut de pression dans un échantillon saturé. Elle permet de mesurer des perméabilités très faibles dans des temps relativement courts tout en tenant compte de la compressibilité du fluide et du solide.

La figure 7.1 présente un schéma de principe de la méthode. Un échantillon cylindrique est connecté à deux réservoirs de fluide (nommés réservoir inférieur et supérieur). Une pression interstitielle identique  $P^0$  est appliquée de chaque côté de l'échantillon. Après la saturation de l'échantillon et l'homogénéisation des pressions interstitielles, un saut de pression soudain est généré dans un des réservoirs, appelé réservoir supérieur. Sous l'effet de ce déséquilibre de pression entre les deux réservoirs, un phénomène de diffusion s'établit entre les deux réservoirs. A partir des mesures de l'évolution des pressions dans les réservoirs, la perméabilité peut être déterminée. Brace et al. (1968) ont appliqué cette méthode avec succès sur un granite. Ils ont déterminé la perméabilité en se plaçant sous les hypothèses d'un emmagasinement spécifique de la roche négligeable, d'un écoulement unidimensionnel, et d'une variation de la contrainte totale nulle. Plus tard, Hiesh et al. (1981) précisent que l'hypothèse d'emmagasinement spécifique négligeable n'est pas applicable pour des matériaux comme les shales ou les argilites, et proposent une solution analytique générale adaptée aux roches ayant un emmagasinement spécifique non négligeable. Si le dimensionnement du dispositif expérimental est adapté, la perméabilité et l'emmagasinement spécifique de l'échantillon peuvent être déterminés.

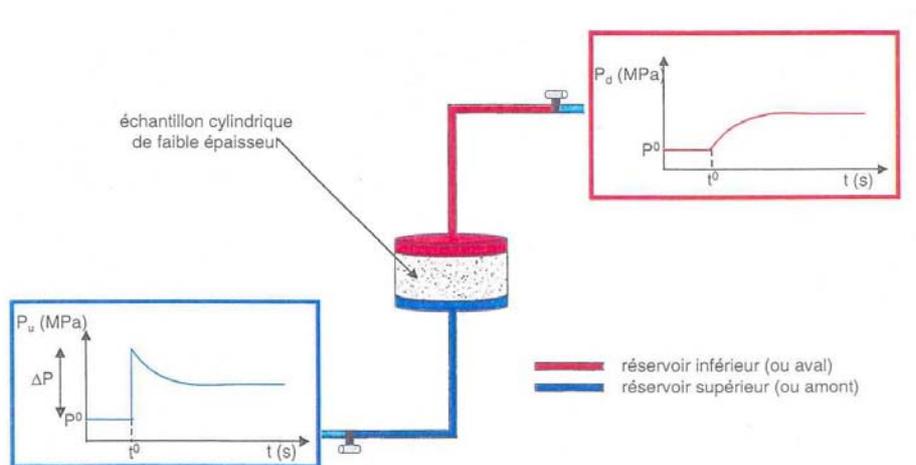


Figure 7.1 : Schéma de principe du pulse test (Esoffier 2002).

### 7.1.3 Traitement des données

Le traitement des données nécessite de résoudre une équation de diffusion de la pression d'un fluide compressible dans un milieu poreux et saturé. Dans le cas unidimensionnel, cette équation s'écrit de la manière suivante :

$$\frac{\partial^2 P}{\partial^2 x} - \frac{S_s}{K_h} \frac{\partial P}{\partial t} = 0 \quad (7.2)$$

où  $K_h$  [ $\text{ms}^{-1}$ ] est la conductivité hydraulique,  $S_s$  [ $\text{m}^{-1}$ ] l'emmagasinement spécifique de la roche,  $P$  la pression,  $x$  la position et  $t$  le temps.

L'emmagasinement est défini comme la quantité de fluide par unité de longueur à introduire dans un réservoir pour augmenter sa pression d'une unité et s'exprime en  $\text{m}^2$ . L'emmagasinement d'une roche est égal à l'emmagasinement spécifique  $S_s$  de la roche multiplié par le volume de l'échantillon :  $S_{\text{ech}} = S_s V_{\text{ech}}$ .

Sous l'hypothèse d'un état de contrainte totale constant,  $S_s$  peut s'exprimer à l'aide des paramètres poroélastiques  $K_u$ ,  $K_0$  et  $M$  (Coussy 1991) :

$$S_s = \gamma_w \frac{K_u}{K_0 M} \quad (7.3)$$

où  $K_0$  et  $K_u$  [Pa] sont respectivement les modules de rigidité isotherme en condition drainée et non drainée et  $M$  le module de Biot [Pa].

En fonction des caractéristiques physiques de la roche, le coefficient d'emmagasinement spécifique s'écrit :

$$S_s = \gamma_f n \left[ \frac{1}{K_f} + \frac{1}{n K_0} - \left( \frac{1+n}{n} \right) \frac{1}{K_s} \right] \quad (7.4)$$

Avec  $\gamma_f$  le poids volumique du fluide [ $\text{Nm}^{-3}$ ],  $n$  la porosité,  $K_s$  le module de rigidité isotherme en condition drainée de la matrice et  $K_w$  celui du fluide [Pa].

Afin d'analyser les réponses en pression obtenues au niveau des réservoirs, Hsieh et al. (1981) ont présenté une solution analytique général en fonction de trois variables adimensionnées :

- $\alpha = (K_h t)/(h^2 S_s)$  qui est fonction de la conductivité hydraulique  $K_h$ , du temps  $t$ , de l'emmagasinement spécifique de la roche  $S_s$  et de la hauteur de l'échantillon  $h$ .
- $\beta = (S_s A h)/S_u$  qui exprime le rapport entre l'emmagasinement de l'échantillon et l'emmagasinement du réservoir supérieur avec  $S_s$  l'emmagasinement spécifique de la roche,  $A$  la surface transversale de l'échantillon,  $h$  sa hauteur et  $S_u$  l'emmagasinement du réservoir supérieur.
- $\gamma = S_d/S_u$  qui exprime le rapport entre l'emmagasinement du réservoir inférieur  $S_d$  et celui du réservoir inférieur  $S_u$ .

Deux méthodes sont possibles pour le traitement des données : la méthode directe i.e. déterminer la perméabilité et l'emmagasinement spécifique à partir d'abaques établis à l'aide de la solution analytique proposée par Hsieh et al. (1981), et la méthode inverse. Le but n'est pas ici de rentrer dans le détail des méthodes d'analyse. Nous conseillons au lecteur désireux de plus amples détails sur ces méthodes, les travaux de Neuzil et al. (1981) qui ont proposé une méthode graphique basée sur le calage d'abaques adimensionnels (méthode directe), et les travaux de Escoffier (2002) où l'algorithme d'analyse inverse qu'ils ont utilisé est présenté en détails (méthode inverse).

#### 7.1.4 Adaptation des dispositifs expérimentaux

Le dimensionnement du dispositif expérimental, et plus particulièrement de l'emmagasinement des réservoirs inférieur et supérieur, est une étape clé dans la mise en place d'un essai de mesure de perméabilité par la technique de « pulse test » (Hsieh et al. (1981), Trimmer (1982), Wang et Hart (1993), Escoffier (2002), Coll (2005)). En effet, pour une roche donnée et une taille d'échantillon fixée, l'emmagasinement des réservoirs déterminera la sensibilité de la réponse du système à une impulsion de pression par rapport à la perméabilité de la roche et à son emmagasinement spécifique. La perméabilité influence le temps de réponse et l'emmagasinement spécifique de la roche, la forme de la réponse obtenue.

Il n'existe pas de méthode à proprement parler pour dimensionner les réservoirs mais seulement des recommandations. Les différentes études existant (Hsieh et al. (1981), Wang et Hart (1993), Escoffier (2002)) montrent que la meilleure sensibilité du système est obtenue avec une valeur de  $\beta$  comprise entre 0.03 et 3 (valeur optimale proche de 1) pour une valeur de  $\gamma$  égale à 1 et un temps adimensionnel  $\alpha\beta = K_h t A / h S_u$  compris entre 1 et  $10^{-2}$ .

Pour une taille d'échantillon donnée et en se basant sur des valeurs a priori de la perméabilité et de l'emmagasinement spécifique de la roche, l'expérimentateur doit dimensionner au mieux les réservoirs afin de suivre ces recommandations mais aussi, afin d'obtenir un temps de réponse « raisonnable ».

En effet, si le temps de réponse est très court (quelques secondes), il y a perte trop importante d'informations pour que la mesure soit exploitable. A l'inverse, si le temps de réponse est extrêmement long (plusieurs jours), l'effet de la perméabilité et du coefficient d'emmagasinement spécifique de la roche se retrouve entaché d'erreurs dues aux variations

de température, ou aux instabilités du dispositif expérimental, ou encore à d'éventuelles réactions entre le fluide et la matrice (Escoffier 2002).

Le tableau 7.1 montre les temps de réponse du système en fonction des perméabilités estimées des argilites de l'Est et de plusieurs valeurs d'emménagement du réservoir supérieur, pour la taille d'échantillon que nous désirons utilisée i.e. celle utilisée lors des essais avec tomographie RX (à savoir, diamètre 10 mm, hauteur 20 mm).

Pour des temps de réponse « raisonnables », l'emménagement des réservoirs devra être compris entre  $10^{-13}$  et  $10^{-14}$  m<sup>2</sup>. De plus, la sensibilité globale du dispositif est optimale pour une valeur de proche de 1. Il est évident que l'ajustement de l'emménagement des réservoirs (i.e. en pratique, ajustement des volumes des réservoirs) se fera par retour d'expérience.

<b>k (m<sup>2</sup>)</b>	<b>Su (m<sup>2</sup>)</b>	<b><math>\alpha\beta = 10^{-2}</math></b>	<b><math>\alpha\beta = 1</math></b>
10 <sup>-20</sup>	5.10 <sup>-11</sup>	32 h	131 jours
	5.10 <sup>-12</sup>	3 h	13 jours
	5.10 <sup>-13</sup>	2 min	3 h
	5.10 <sup>-14</sup>	11 s	19 min
10 <sup>-21</sup>	5.10 <sup>-11</sup>	32 h	131 jours
	5.10 <sup>-12</sup>	3 h	13 jours
	5.10 <sup>-13</sup>	19 min	32 h
	5.10 <sup>-14</sup>	2 min	3 h
10 <sup>-22</sup>	5.10 <sup>-11</sup>	13 jours	1316 jours
	5.10 <sup>-12</sup>	32 h	131 jours
	5.10 <sup>-13</sup>	3 h	13 jours
	5.10 <sup>-14</sup>	19 min	32 h

Tableau 7.1: Temps de réponse en fonction de la perméabilité, de l'emménagement du réservoir et d'un temps adimensionnel  $\alpha\beta$  compris entre 1 et  $10^{-2}$  (échantillon de diamètre 10 mm et de hauteur 20 mm)

## 7.2 DISPOSITIF EXPERIMENTAL

### 7.2.1 Spécificités prises en compte lors de la conception

Les objectifs de la cellule *microperméabilité* sont les suivants. Le premier est comme nous l'avons vu, de réduire les temps d'essais. Ainsi, les échantillons sont de taille réduite i.e. des cylindres de 10 mm de diamètre et d'élanement 2, et le drainage de l'échantillon doit être effectué par les deux extrémités de l'échantillon. Notons que ce dernier objectif est de toute façon, indispensable pour les mesures de pulse test.

Pour étudier les différents comportements de l'argilite de l'Est (comportements fragile et ductile), la cellule doit permettre d'appliquer des niveaux de contraintes élevés. Nous avons choisi d'après la littérature (par exemple, Heitz (1998), Chiarelli (2000), Escoffier (2002)), de pouvoir appliquer des pressions de confinement jusqu'à 60 MPa et des pressions interstitielles jusqu'à 20 MPa.

Enfin, comme nous l'avons vu, la cellule doit être adaptée aux mesures de perméabilité par « pulse-test » (dimensionnement des réservoirs adaptés). Pour un fluide donné, l'emmagasinement des réservoirs dépend de leur volume interne et de leur rigidité. En pratique, ajuster l'emmagasinement des réservoirs revient à ajuster leur volume interne. Dans notre cas, les réservoirs inférieur et supérieur sont composés par l'ensemble des pièces situées entre des vannes qui permettent d'isoler les réservoirs et l'échantillon soit : des disques poreux placés aux extrémités de l'échantillon afin d'appliquer de manière homogène les contre-pressions, les circuits de drainage dans les embases inférieure et supérieure et des tubes en acier.

Afin d'être capable d'avoir la plus grande liberté possible dans l'ajustement du volume interne des réservoirs, l'objectif lors de la conception, a été de minimiser au maximum le volume interne des réservoirs. Cela devra permettre d'ajuster facilement le volume des réservoirs en modifiant la longueur des tubes en acier. En pratique, nous avons réduit au maximum les circuits de drainage dans les embases supérieur et inférieur, et choisi des tubes en acier d'un diamètre interne réduit (0.5 mm).

### 7.2.2 Description du dispositif

La figure 7.2 est un schéma de principe de la cellule *microperméabilité* et la figure 7.3 une photo de l'ensemble du dispositif. L'échantillon (1) est placé entre deux disques en acier poreux (2) en acier fritté qui permettent d'appliquer la contre-pression aux extrémités de l'échantillon de manière homogène. L'ensemble (échantillon + disques poreux) est placé sur l'embase inférieure (5) qui possède un circuit de drainage afin d'appliquer la contre-pression en pied de l'échantillon. Le chargement axial est appliqué à l'aide d'un piston (8) qui est percé afin d'appliquer la contre-pression en tête de l'échantillon. Nous expliquons ultérieurement ce choix d'application de la contre-pression à l'aide du piston de chargement axial. Notamment, cette solution a nécessité de placer les tirants (4) qui reprennent les efforts de chargement déviatoire à l'intérieur de la cellule de confinement (3) et de décomposer l'embase supérieure en deux parties (7) et (6). Notons que les tirants (4) sont au nombre de 3.

L'étanchéité entre le fluide de confinement et l'échantillon est assuré par une membrane en néoprène. La pression de confinement est appliquée à l'aide d'une pompe de type Gilson (capacité 60 MPa) présentée figure 7.4. Le fluide de confinement (huile hydraulique) est acheminée dans la cellule de confinement (3) par des tubes haute pression reliant l'embase inférieure (5) et la pompe.

Le chargement axial est appliqué via le piston (8) à l'aide du dispositif de chargement (9) développé pour les cellules *microtomotriax* (voir chapitre 4). Nous rappelons qu'il permet d'appliquer un chargement de 7.5 kN soit une contrainte d'environ 90 MPa sur échantillon de 10 mm de diamètre. La vitesse de chargement est comprise entre 0.1 et 100  $\mu\text{m}/\text{min}$ . Le dispositif de chargement (9) est placé sur la pièce (7).

Les circuits de drainage (non représentés dans la figure 7.2) sont constitués de tubes hautes pressions en inox dont le diamètre intérieur est de 0.5 mm, et d'un ensemble de vannes permettant d'isoler les réservoirs. Des capteurs de pression sont placés dans les parties des circuits de drainage qui constituent les réservoirs supérieur et inférieur, afin de mesurer les réponses en pression des réservoirs lors des mesures de perméabilité.

Les contre-pressions sont générées à l'aide de bouteilles d'air comprimé. La pression maximale désirée étant de 20 MPa, ce qui est largement supérieure à la pression maximale délivrée par une bouteille d'air comprimé (1 MPa), nous avons développé deux dispositifs de démultiplication de pression (figure 7.5). Leur principe de fonctionnement est simple et basé sur l'utilisation d'un piston qui possède plusieurs sections différentes. La figure 7.5.bis présente un schéma de principe du piston. La pression d'air est appliquée d'un côté du piston sur la surface de la couronne nommée  $S_1$ . L'autre côté du piston est relié au circuit de drainage où réside le fluide interstitiel. La pression d'air déplace le piston qui comprime le fluide interstitiel. Le rapport entre la surface  $S_1$  et la surface  $S_2$  permet d'obtenir une pression de sortie de 20 MPa avec une pression d'entrée de 1 MPa. L'avantage de ce système est qu'il permet de mesurer le déplacement du piston (à gauche sur la figure 7.5). Cela permet de mesurer indirectement les variations volumiques de l'échantillon en déduisant du déplacement du piston, les volumes de fluide interstitiel absorbé et expulsé par l'échantillon. Les volumes étant très faibles du fait de la taille « réduite » de l'échantillon et des très faibles perméabilités des argilites de l'Est, les capteurs utilisés pour la mesure du déplacement des pistons de chaque système, sont des LVDT de grande précision dont on se sert en métrologie. L'avantage de ce système est qu'il est simple à mettre en place. L'inconvénient est que la mesure de déformation volumique est influencée par le frottement des joints d'étanchéité placés sur les pistons. Afin de minimiser ces frottements, des joints spécifiques en polymère qui génèrent peu de frottement sont utilisés.

Enfin, les variations de température sont extrêmement nuisibles pour les mesures de perméabilité (Escoffier (2002), Coll (2005)). Il est important de pouvoir réguler précisément la température. Ainsi, l'ensemble du dispositif est placé dans une enceinte thermique suivant le même dispositif développé par Coll (2005).

Revenons maintenant sur le piston de chargement (numéroté (8) sur la figure 7.2). Comme nous l'avons vu, l'application de la contre-pression doit être effectuée aux deux extrémités de l'échantillon. Une solution « classique » est que l'échantillon repose sur l'embase inférieure. Un circuit de drainage est présent dans l'embase et permet d'appliquer la contre-pression en pied d'échantillon. En ce qui concerne l'application de la contre-pression en tête d'échantillon, une pièce percée indépendante est placée sur l'extrémité de l'échantillon, et est reliée à une des embases par un capillaire. Au sein de notre équipe, des essais triaxiaux avec mesures de perméabilité ont été menés sur des roches argileuses (Boom clay et Opalinus clay) (Coll 2005). Le système d'application des contre-pressions utilisé lors de ces travaux, est celui que nous venons de décrire. Lors de ces essais, il s'est avéré que le capillaire même en étant fin et relativement souple, peut perturber par sa rigidité, l'homogénéité du champ de contrainte appliqué. Si pour des tailles d'échantillon « standard », les perturbations sont minimales, pour nos tailles « réduites », l'utilisation d'un tel système perturberait de manière trop significative l'homogénéité du champ de contrainte appliqué.

La solution choisie est d'appliquer la contre-pression en tête d'échantillon via le piston de chargement axial (8). La figure 7.6 présente une photo du piston de chargement. Il est percé sur toute sa longueur et une pièce est placée à l'extrémité du piston (du côté dispositif de

chargement i.e. à droite sur la figure 7.6) afin de pouvoir acheminer le fluide interstitiel en tête d'échantillon, en reliant cette pièce au circuit de pression à l'aide d'un capillaire. Le fluide interstitiel peut ainsi circuler dans le piston, jusqu'à la tête de l'échantillon (à gauche sur la figure 7.6). La conséquence d'un tel système est que lorsque la pression de confinement est appliquée, la tête de l'échantillon est isolée du fluide de confinement. Les contraintes appliquées ne sont donc pas isotropes. Une solution serait d'appliquer ces contraintes en tête d'échantillon à l'aide du système de chargement, mais cela nécessiterait d'asservir l'application de la pression de confinement avec celle du système de chargement axial, ce qui est assez difficile. De plus, les capacités du système de chargement ne seraient pas suffisantes pour pouvoir appliquer la contrainte isotrope et une contrainte déviatoire suffisante pour mener l'échantillon à la rupture. La solution choisie pour permettre d'appliquer une contrainte isotrope en début d'essai sans utiliser le système de chargement, est d'avoir une différence de section dans la partie supérieure du piston. Dans la pièce nommée (6) dans la figure 7.2, un circuit hydraulique permet d'acheminer le fluide de confinement dans une chambre où se situe la différence de section du piston. La surface de la couronne nommée  $S_c$  dans la figure 7.2, correspond exactement à la section de l'échantillon. Cela permet de manière « indirecte » d'appliquer une contrainte totale isotrope à l'aide du fluide de confinement.

Cette solution d'application de la contre-pression en tête d'échantillon implique un montage de l'éprouvette dans la cellule suivant le protocole suivant. L'échantillon est placé dans une membrane en néoprène avec les deux disques poreux (2) à chaque extrémité. L'ensemble est ensuite placé sur l'embase inférieure (5). Puis, il faut mettre en contact la tête de l'échantillon et le piston (8). Cela implique préalablement, de mettre en place les tirants (4) afin de relier les embases supérieur et inférieur (i.e. (5) avec (6)+(7)). Une fois que le montage de l'échantillon avec le piston est réalisé, il ne reste plus qu'à mettre en place la cellule de confinement (3). Cette dernière opération s'effectue en amenant la cellule de confinement par le « bas » de l'ensemble du dispositif expérimental.

L'ensemble des mesures est enregistré via un conditionneur, par une carte d'acquisition externe branchée directement sur le port USB d'un ordinateur qui assure en même temps le contrôle du dispositif de chargement. Le logiciel de gestion est LabView (National Instrument). Les différentes mesures effectuées sont :

- force axiale appliquée, grâce à un capteur HBM (type C2) de capacité 10 kN, intercalé entre le piston et le système de chargement.
- déplacement axial, grâce à un LVDT RDP (type D5/100AG) solidaire du piston.
- pressions interstitielles grâce à deux capteurs DRUCK (type PMP4010) de capacité 20 MPa, placés dans les parties des circuits de drainage qui constituent les réservoirs supérieur et inférieur.
- déplacements des pistons des générateurs de contre-pression grâce à deux LVDT RDP (type GTO500Z).

La mesure de pression de confinement est réalisée en enregistrant directement le signal donné par le capteur interne de la pompe (capteur servant à l'asservissement de la pompe).

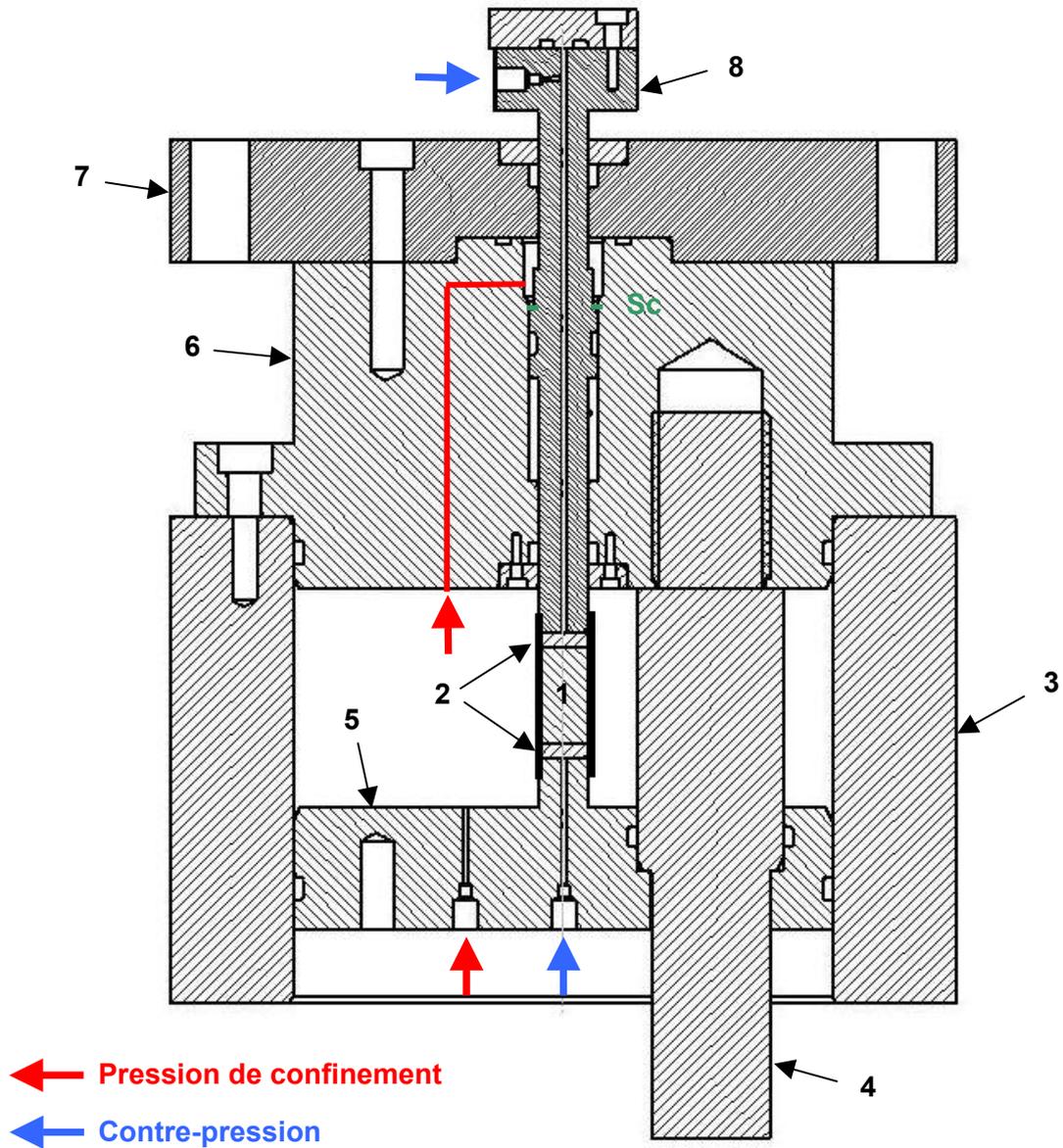


Figure 7.2 : Schéma de principe de la cellule « microperméabilité ». (1) échantillon, (2) disques poreux, (3) cellule de confinement, (4) tirants, (5) embase inférieure, (6)+(7) embase supérieure et (8) piston de chargement axial.

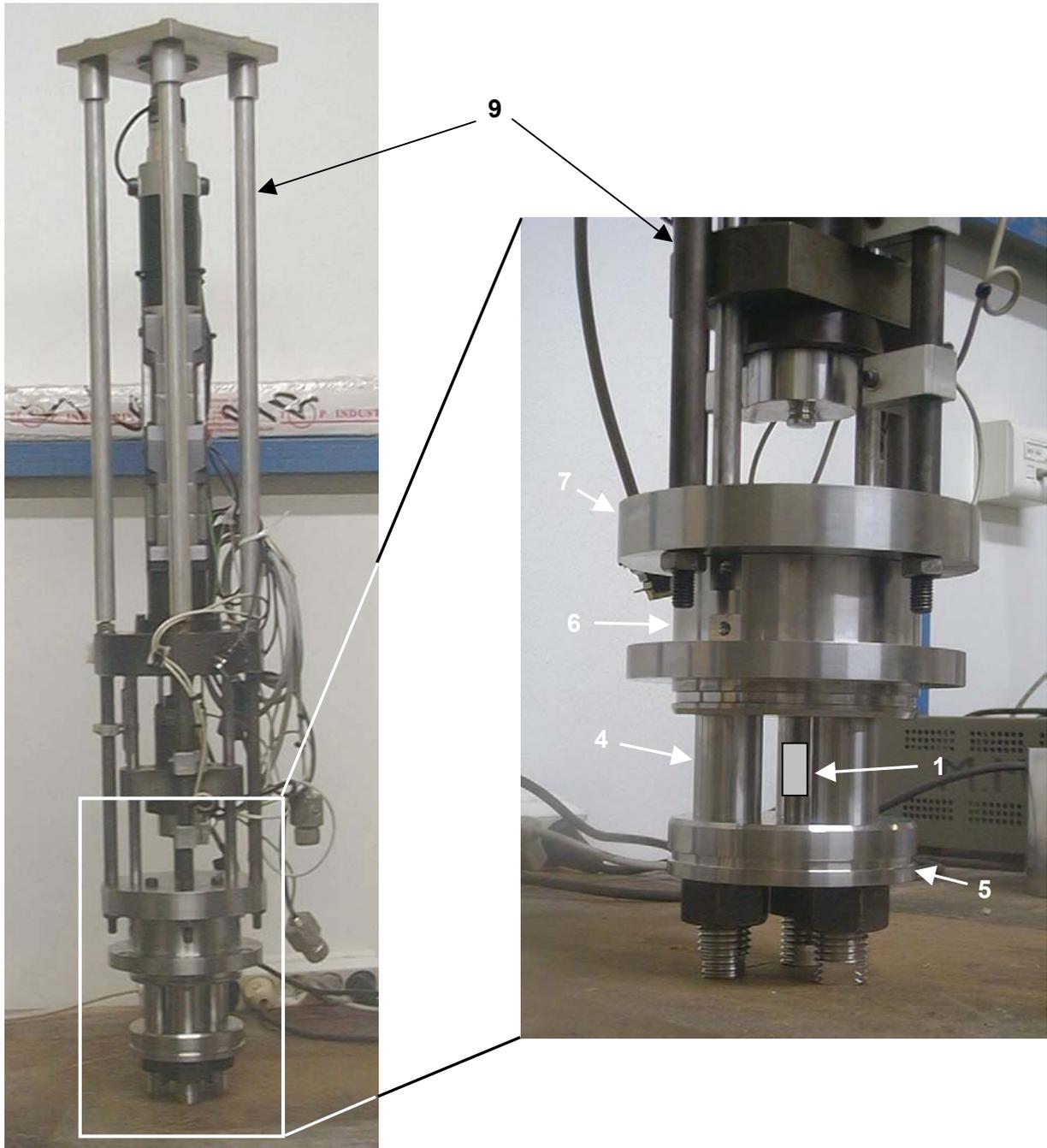


Figure 7.3 : Cellule « microperméabilité ». La photo à gauche montre l'ensemble de la cellule avec le système de chargement autonome (9). La photo de droite est un détail. La numérotation correspond à celle de la figure 7.2.



Figure 7.3.bis : Vue de détail de la cellule « microperméabilité » avec la cellule de confinement (3).



Figure 7.4 : Générateur de pression de confinement (pompe de type Gilson d'une capacité 60 MPa).

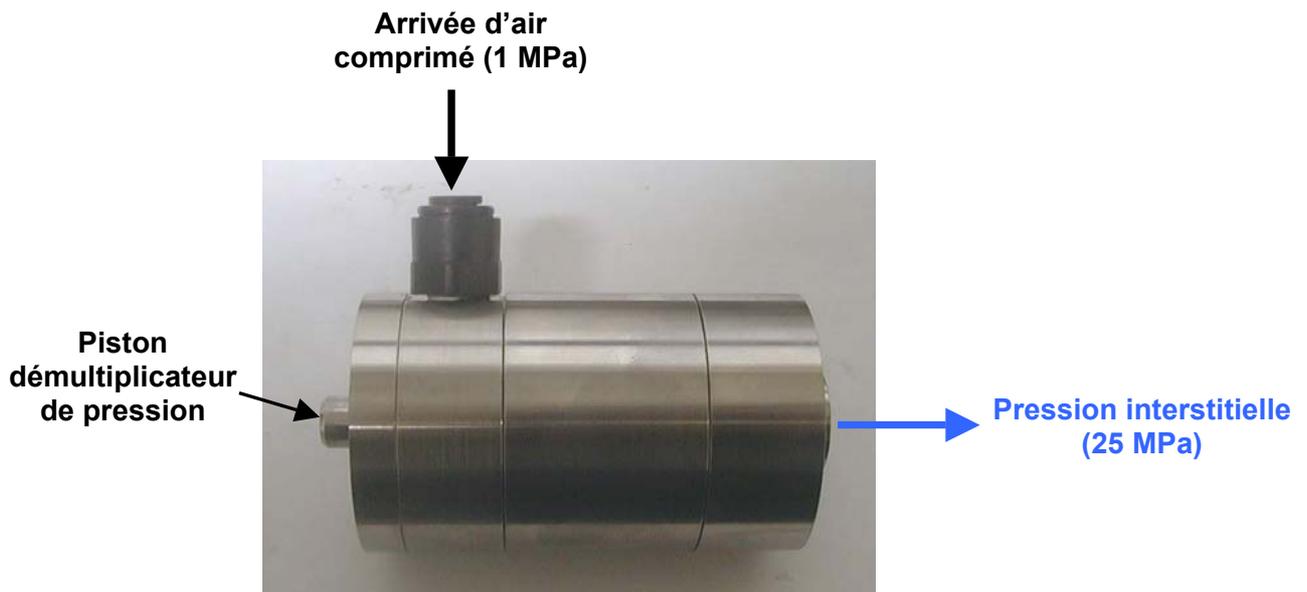


Figure 7.5 : Système de génération de pression interstitielle.

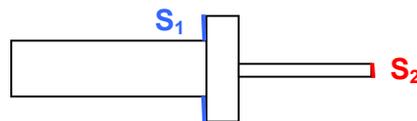


Figure 7.5.bis : Schéma de principe du piston du système de génération de pression interstitielle.

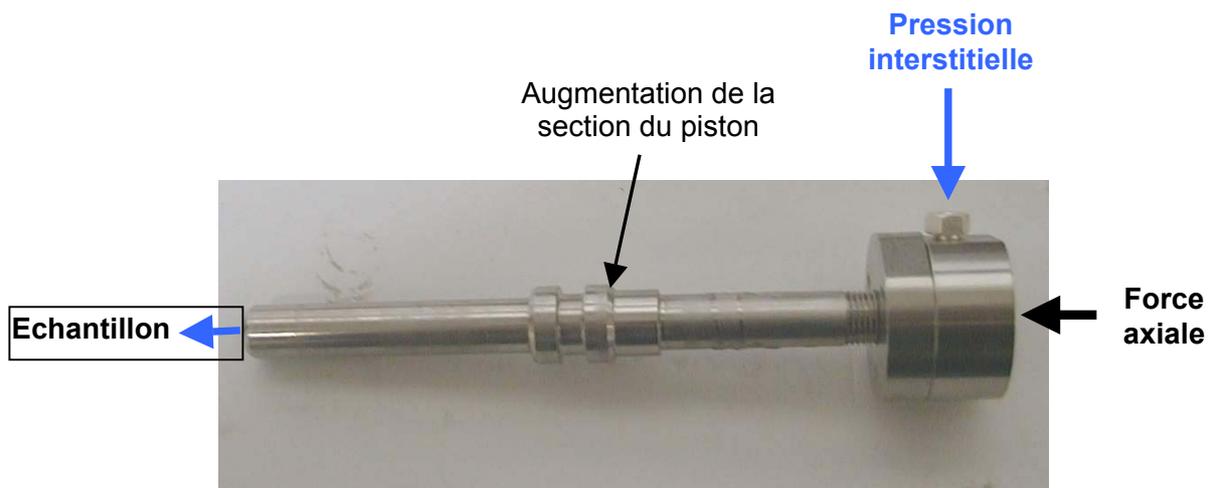


Figure 7.6 : Piston de chargement axial.



# **Chapitre 8 :**

# **CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES**



## 8.1 CONCLUSIONS GENERALES

Dans le contexte du stockage des déchets radioactifs en couches géologiques profondes, l'évolution de la perméabilité induite par la fracturation dans l'EDZ (Excavated Damaged Zone) est un des points cruciaux des études de sûreté des centres de stockage. Les outils de modélisation nécessitent des données expérimentales précises sur la caractérisation de la l'endommagement et la rupture localisée des roches argileuses, et leurs conséquences sur les propriétés de perméabilité. Dans ce cadre, nous avons proposé une approche expérimentale novatrice basée sur d'une part, l'utilisation de la microtomographie RX pour caractériser l'endommagement localisé en fonction de la contrainte déviatoire, et d'autre part, sur le développement d'une installation triaxiale haute pression permettant de mesurer sur des échantillons de « petite » taille, l'évolution de la perméabilité en fonction de la contrainte déviatoire. Pour cette dernière, la taille « non standard » d'échantillon devra permettre de réduire considérablement les temps d'essai très longs, qui sont une des principales difficultés des mesures de perméabilité sur des matériaux présentant de très faibles perméabilités comme les argilites.

Un ensemble de dispositifs expérimentaux originaux a été réalisé afin de caractériser à l'aide de la microtomographie RX, l'endommagement localisé en fonction de la contrainte déviatoire dans les roches argileuses. Plusieurs campagnes d'essais ont ainsi pu être menées au synchrotron de Grenoble (*European Synchrotron Radiation Facility*).

Les bilans principaux de ces campagnes sont d'une part, que la combinaison d'essais triaxiaux et de la microtomographie RX sur une ligne synchrotron, a montré son intérêt dans la caractérisation précise lors du chargement déviatoire, de l'endommagement localisé et de son évolution spatio-temporelle, et d'autre part, que le phénomène de localisation s'avère extrêmement complexe.

La combinaison nouvelle sur les roches argileuses, des mesures tomographiques et des techniques de corrélation d'images étendues aux images tridimensionnelles, ont permis de mesurer des champs incrémentaux tridimensionnels de déformation et ainsi, d'enrichir substantiellement l'analyse des données tomographiques, en permettant notamment de mieux caractériser l'initiation du phénomène de localisation de la déformation.

Un ensemble d'essais *in situ* en conditions drainées et non drainées a été réalisé sur la marne de Beaucaire. Deux valeurs de contrainte effective moyenne initiale ont été appliquées et ont permis d'étudier le comportement du matériau dans les domaines fragile et ductile. L'ensemble des résultats obtenus sur la marne de Beaucaire est décrit dans le paragraphe 5.4.

Les résultats majeurs sont que pour une valeur de contrainte effective moyenne initiale relativement faible (150 kPa), l'endommagement localisé se traduit sous la forme d'une zone étroite globalement plane et inclinée, composée d'une alternance de zones dilatantes, de fissures ouvertes et de régions de matériau apparaissant « intact » (avec notre résolution spatiale, qui est de 14  $\mu\text{m}$ ). Avec l'augmentation de la déformation axiale, des zones contractantes peuvent apparaître en fin d'essai. Au vu des résultats obtenus lors d'une campagne *post-mortem* menée préalablement, l'hypothèse la plus raisonnable sur l'origine de ces zones contractantes est que la géométrie locale de la zone localisée associée à la cinématique du phénomène, crée des zones de compression. Enfin, lors des essais à contrainte effective moyenne initiale faible, la largeur de la zone localisée est apparue quasiment deux fois plus importante en conditions non drainées par rapport aux conditions drainées. Il serait nécessaire de réaliser des essais supplémentaires pour pouvoir confirmer ce dernier résultat. Pour les essais avec une valeur de contrainte effective moyenne initiale relativement élevée (600 kPa), le résultat majeur est que pour les niveaux de déformation axiale atteints, la localisation de la déformation est apparue en conditions non drainées mais pas en conditions drainées.

Un ensemble d'essais sur l'argilite de l'Est a été réalisé à trois niveaux différents de contrainte moyenne initiale, la valeur la plus élevée (10 MPa) correspondant à un comportement toujours fragile mais beaucoup moins accentué que pour la valeur la plus basse (1 MPa). L'ensemble des résultats sont largement décrits dans le paragraphe 6.2. Pour le comportement fragile, la rupture de l'échantillon se traduit par la création d'un réseau complexe de fissures ouvertes. Les reconstructions en trois dimensions se sont avérées indispensables dans ce cas pour appréhender l'organisation spatiale des fissures. Le réseau observé est composé d'une figure typique des ruptures fragiles des roches à savoir une fissure verticale au centre de l'échantillon qui se prolonge par des fissures formant un cône dans le bas de l'échantillon, et de plusieurs plans inclinés de fissures. Une fois que les fissures se sont développées, une observation intéressante est qu'avec l'accroissement de la déformation axiale, leur ouverture augmente puis se stabilise lors du retrait du déviateur et de la pression de confinement.

Pour les comportements « moins » fragiles, l'endommagement localisé se traduit par une zone étroite globalement plane et inclinée qui est composée de zones dilatantes, de fissures ouvertes (principalement en fin d'essai) et de région de matériau apparaissant « intact ». Avec l'augmentation de la contrainte moyenne initiale, la zone localisée accentue son inclinaison par rapport à la direction du chargement axial et les zones de fissures ouvertes se situent de plus en plus dans la partie périphérique de l'échantillon. Un des résultats majeurs observés lors de ces comportements « moins » fragiles, est que les fissures ouvertes apparaissent principalement en fin d'essai lors du retrait du confinement. Cette observation montre clairement que les conclusions sur la nature de la zone localisée dépendent bien évidemment de la résolution spatiale d'observation mais aussi de l'état de contrainte de l'échantillon. Enfin, l'observation d'inclusions de calcite dans les zones apparaissant « intactes », ont montré qu'en fait, elles ne le sont pas et qu'il y règne un fort cisaillement. Cela suggère que la zone localisée est continue et traverse entièrement l'échantillon. Cette dernière remarque a été confirmée par des mesures de champs incrémentaux de déformation à l'aide des techniques de corrélation d'images, qui ont montré que l'endommagement localisé s'initie peu avant le pic de la contrainte déviatoire dans une zone étroite de concentration d'intenses déformations de cisaillement, et qu'il est complètement développée au pic de la contrainte déviatoire.

Aux vues des différents résultats obtenus sur les deux matériaux étudiés (la marne de Beaucaire et l'argilite de l'Est) à l'aide des techniques de tomographie RX et de corrélation d'images, un scénario commun sur l'initiation et le développement de l'endommagement localisé en fonction de la contrainte déviatoire, peut être proposé. Le phénomène s'initie peu avant le pic de la contrainte déviatoire avec la concentration d'intenses déformations de cisaillement dans une zone étroite de l'échantillon. La zone localisée se développe ensuite pour être complète au pic de la contrainte déviatoire. Puis, avec l'augmentation de la déformation axiale, des zones de fissures ouvertes se créent et se développent (en longueur et en largeur) selon des régions précédemment dilatantes.

Enfin, une installation triaxiale haute pression originale a été réalisée afin de pouvoir mesurer l'évolution de la perméabilité en fonction de la contrainte déviatoire sur des échantillons de « petite » taille. Ce dispositif est en cours de validation. Les prochains résultats devront permettre grâce à une taille commune d'échantillon avec les essais menés au synchrotron, d'obtenir un ensemble riche de données expérimentales pour nourrir les modèles de couplage hydromécanique.

## 8.2 PERSPECTIVES

Les perspectives à ce travail, les plus immédiates, concernent le dispositif de mesure de perméabilité. Il faut mener une campagne d'essais complète puis associer dans les outils de modélisation, les résultats obtenus avec ceux issus des mesures tomographiques.

En ce qui concerne les perspectives générales, les outils mis en œuvre dans ce travail de recherche, la microtomographie RX et les mesures de champ tridimensionnel de déformation par corrélation d'images, sont des techniques du futur dans l'étude de l'endommagement des roches argileuses (et des géomatériaux en général). Ces outils n'en sont qu'à leur début et les améliorations technologiques rapides dans ces domaines, permettront dans un proche avenir d'une part, d'obtenir des résultats de plus en plus précis et d'autre part, d'élargir les champs d'investigation.

Par exemple, nous pouvons raisonnablement penser que l'amélioration des résolutions spatiales et des temps de mesure des scanners industriels qui sont plus accessibles qu'un synchrotron, permettront de mener des études nécessitant des temps d'essais longs. La première perspective serait d'effectuer la même campagne d'essais menés sur l'argilite de l'Est mais en conditions drainées afin d'étudier les différences de comportement entre les conditions drainées et non drainées. Les essais que nous avons menés sur la marne de Beaucaire nous ont montré que ces différences existent et il serait intéressant de les étudier aussi sur l'argilite de l'Est.

Une autre possibilité serait de combiner microtomographie RX et mesures de perméabilité afin d'obtenir un couple de données encore plus précis.

De nombreuses autres possibilités sont envisageables comme suivre à l'aide de la tomographie RX, la propagation d'un fluide dans des fissures générées sous chargement déviatoire, afin d'étudier l'évolution des propriétés de transport des roches argileuses en fonction de leur endommagement. Dans le cadre des études de sûreté des centres de stockage de déchets, ce type d'étude apporterait de précieuses données.

Enfin, nous avons montré que les mesures de champ sont indispensables dans l'étude de l'endommagement des roches argileuses et qu'elles présentent un intérêt encore plus grand lorsqu'elles sont combinées avec d'autres types de mesures de champ. Une autre combinaison possible que la tomographie RX et la corrélation d'images, qui nous semble intéressante à développer est la combinaison de la tomographie RX et la tomographie ultra-sonore. Les données ultra-sonores permettraient de guider l'expérimentateur pour décider des moments où il faut scanner l'échantillon en cours d'essais, notamment lors de l'initiation de l'endommagement.



## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Alshibli K.A., Sture S., Costes N.C., Franck M.L., Lankton M.R., Batiste S.N., Swanson R.A. (2000), Assessment of localized deformation in sand using X-ray computed tomography. *Geotechnical Testing Journal* 23: 274-299.
- Anderson S.H., Peyton R.L., Wigger J.W., Gantzer C.J. (1992), Influence of aggregate size on solute transport as measured using computed tomography, *Geoderma* 53, 387-398.
- ANDRA (1999), Référentiel géologique du site de l'Est, Rapport ANDRA A.RP.ADS.99-005/B.
- ANDRA (1994), Forage EST361, Rapport de mesure (RDM), DRP0GTR 04-009 A.
- Aublivé N. (2000), Etude bibliographique sur les modèles d'endommagement appliqué au béton, Rapport ANDRA n° D BIB LMSC 00-001.
- Baruchel J., Buffière J.Y., Maire E., Merle P., Peix G. (2000), *X-ray Tomography in Materials Science*, Hermes, Paris.
- Bay B.K., Smith T.S., Fyhrie D. P., Saad M. (1999), Digital image correlation : three dimensional strain mapping using X-ray tomography, *Experimental mechanics*, vol. 39, No 3, pp217-226.
- Beall et al. (1996), Analysis of porosity in lower Ismay phylloid algal packstone using high-resolution computed tomography, *American Association of Petroleum Geologists, Annual Meeting Abstracts* 5, 13.
- Bescond B. et Serratrice J.F. (1986), Comportement mécanique d'une marne en compression et extension, Rapport interne FAERE 1 06 53 3 du Laboratoire CETE Méditerranée.
- Bésuelle P., Desrues J. and Raynaud. S., (2000), Experimental characterisation of the localisation phenomenon inside a Vosges sandstone in a triaxial cell. *Int. J. Rock Mech. Mining Sci.*, Vol. 37, n° 8, pp. 1223-1237.
- Bésuelle, P. (2004). X-ray CT observations of strain localization and failure in two porous sandstones. *X-ray CT for geomaterials: Solis, Concrete, Rocks – Balkema*, pp287-292.
- Boidy E. (2002), Modélisation numérique du comportement différé des cavités souterraines, Thèse de doctorat, Grenoble.
- Bornert M., Doumalin P. (2000), Micromechanical applications of digital image correlation techniques. *Interferometry in Speckle Light, Theory and Applications proceedings*, p. 67-74, P. Jacquot and J.M. Fournier Eds., Springer, Lausanne.
- Bornert M., Doumalin P., Maire E., Moulinec H. (2004a), Full 3D investigation of the local strain field in particulate metal matrix composites, *Advances in experimental mechanics — Proceedings of the 12th international conference on experimental mechanics*, C. Pappalettere Edt., McGraw-Hill, p. 445-446.

Bornert M., Doumalin P., Maire E. (2004b), Mesure tridimensionnelle des champs de déformation par corrélation d'images microtomographiques, Photomécanique 2004, Berthaud et al Eds, GAMAC & École des Mines d'Albi Carmaux, p. 33-40.

Bornert M., Chaix J.M., Doumalin P., Dupré J.C., Fournel T., Jeulin D., Maire E., Moreaud M. et Moulinec H., (2005), Mesure tridimensionnelle de champs cinématiques par imagerie volumique pour l'analyse des matériaux et des structures. Instrumentation, Mesure, Métrologie. Volume 4 N°3-3/2004, p. 43 a 88.

Bossi R.H., Friddel K.D., Lowrey A.R. (1990), Computed tomography. Non destructive testing of fiber-reinforced plastic composites, Ed John Summerscales Ed, Elsevier Applied Science, 2:201-252.

Bounenni A. (2002), Etude expérimentale de l'effet de l'endommagement sur la perméabilité des roches, Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.

Brace W. F., Walsh J. B., Frangos W. T. (1968), Permeability of granite under high pressure, Journal of Geophysical Research, Vol. 73, No 6, pp 2225-2236.

Brace (1980), Permeability of crystalline and argillaceous rocks, Int. J. Rock Mech. Min. & Sci. & Geomech. Abstr., Vol. 17, pp 241-251.

Charrier P., Desrues J., Lenti L., Viggiani G. (2001) - Experimental observation of strain localization in plane strain compression of Beaucaire Marl. GRC project on "Macro-modeling of softening in cohesive and non-cohesive soils", Final Report to IGS.

Chiarelli A. S., Karami M., Sibai M., Shao J. F. (1998), Etude du comportement mécanique des argilites de l'Est en fonction de la profondeur, Rapport ANDRA B RP 0LML 98-004/A.

Chiarelli A. S. (2000), Etude expérimentale et modélisation du comportement mécanique de l'argilite de l'Est, Thèse de doctorat, Université Lille I.

Coles M.E. et al. (1996), Characterization of reservoir core using computed tomography, SPE Journal, Vol. 1(3), pp 295-301.

Coll C. (2004), Endommagement des roches argileuses et perméabilité induite au voisinage d'ouvrages souterrains, Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier, Grenoble.

Cook J. (1999), The effects of pore pressure on the mechanical and physical properties of shales. Oil & Gas Science and Technology – Rev. IFP, Vol. 54, No.6.

Costes F. (1999), Couplage entre la perméabilité et l'endommagement dans les matériaux des sites du Gard, de l'Est et de la Vienne. Rapport ANDRA B RP 0G3S 1999-004/A.

Coussy O. (1991), Mécanique des milieux poreux, Ed. Technip., Paris.

Curry T. S., Dowdey J. E., Murry R. C. (1990), Christensen's physics of diagnostic radiology, Lea and Febiger, London.

Demetriou D.M., Hanan C.J., Veasey C., Di Michiel M., Lenoir N., Ustundag E., Johnson L. W. (2006), Mechanism of collapse of amorphous metallic foam, Advanced Materials, soumis.

Denison C., Carlson W. D., Katcham R. A. (1997), Three-dimensional quantitative textural analysis of metamorphic rocks using high-resolution computed X-ray tomography: part I, Methods and techniques, Journal of Metamorphic geology 15 (1), 29-44.

Desrues J. (1984), La localisation de la déformation dans les matériaux granulaires. Thèse de Doctorat es Science, USMG & INPG, Grenoble.

Desrues J. (1995), Analyse stéréophotogrammétrique de la fissuration progressive. Photomécanique 95, Y. Berthaud, D. Paraskevas & M. Taroni Eds., Éditions Eyrolles, Paris, 149-162.

Desrues J., Chambon R., Mokni M., Mazerolle F. (1996), Void ratio evolution inside shear bands in triaxial sand specimens studied by computed tomography, Géotechnique 46 529-546.

Di Michiel et al. (2005), Fast microtomography using high energy synchrotron radiation, Review of Scientific Instruments, Vol76, 043702.

Escoffier S. (2002), Caractérisation expérimentale du comportement hydromécanique des argilites Meuse/Haute Marne, Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine.

Escoffier S., Homand F., Giraud A., Hoteit N., Su K. (2005), Under stress permeability determination of the Meuse/Haute-Marne mudstone, Engineering Geology, in print.

Fabre G. (2005), Fluage et endommagement des roches argileuses : évolution de la microstructure et modélisation phénoménologique, Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier, Grenoble.

Freissmuth H. (2002), L'influence de l'eau sur le comportement mécanique des roches argileuses, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris.

Freissmuth H., Tijani M., Hoteit N., Su K., (2003), Influence de l'eau sur le comportement mécanique des argilites, Journée MINANDRA, Ecole des Mines de Paris, pp 21-22.

Gasc-Barbier M., Tessier., Ghoreychi M. (1999), Comportement mécanique des roches argileuses profondes – indice de la texture. Compte rendu du 9<sup>ième</sup> congrès international de mécanique des roches, Paris.

Gasc-Barbier M. (2002), Etude des mécanismes de déformations des roches argileuses profondes : apport de la microstructure et des analyses pétrographiques, Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie (Paris VI).

Geraud Y., Raynaud S., Duplay J., Liewig N. (1998), Rapport de fin de programme, GdR FORPRO, Action 98-IV.

Geraud Y., Mazerolle F., Raynaud S., Lebon P., Crack location in granitic samples submitted to heating, low confining pressure and axial loading, Geophys. J. Int., Vol. 133, 553-567.

Giraud et Homand (1995), Mesure des paramètres thermiques et des caractéristiques thermomécaniques des marnes du Callovo-Oxfordien de la Haute Marne, Rapport ENSG pour l'ANDRA n° B RP 0 ENG 95-009.

Grangeat et al. (2002), La tomographie, Hermes, Paris.

Heitz J. F. (1998), Lien entre les sollicitations thermiques et mécaniques et la perméabilité dans les argilites de l'Est. Rapport ANTEA D RP 0ANT 98-053/A.

Heitz J. F. et al. (1998), Site Est – Représentativité du laboratoire souterrain et impact du creusement d'ouvrages sur la formation hôte, Rapport ANDRA n° B RP ANT 97-079.

Heitz J. F. (1999), Site de Meuse/Haute Marne, argilites du Callovo-Oxfordien, détermination en laboratoire de coefficients poromécaniques et calculs poromécaniques 2D d'ouvrages souterrains de stockage. Rapport ANTEA B RP 0ANT 99-072/A.

Hicher P.Y., Wahyudi H., Tessier D. (1994), Microstructural analysis of strain localisation in clay. *Computers & Geotechnics* 16: 205-222.

Hsieh P. A., Tracy J. V., Neuzil C. E., Bredehoeft J. D., Silliman S. E. (1981), A transient laboratory method for determining the hydraulic properties of tight rocks-I Theory, *Int. J. Rock Mech. Min. & Sci. & Geomech. Abstr.*, Vol.18, pp 245-252.

Johns R.A., Steude J.S., Castanier L.M., Roberts P.V. (1993), Non destructive measurements of fracture aperture in crystalline rock cores using X-ray computed tomography, *Journal of Geophysical Research*, 98, B2, 1889-1900.

Ketcham R. A. et Carlson W. D. (2001), Acquisition, optimization and interpretation of X-ray computed tomographic imagery : applications to the geosciences, *Computers & Geosciences* Vol. 27, pp 381-400.

Kirkpatrick W.M. et Belshaw D.J. (1968), On the interpretation of the triaxial test, *Géotechnique*, 18(3), 336-350.

Kouznetsova V., Geers M., Brekelmans W. (2004), Multi-scale second-order computational homogenization of multi-phase materials: a nested finite element solution strategy , *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 193( 48-51):5525-5550.

Landis E.N. et Nagy E.N. (2000), Three-dimensional work of fracture for mortar in compression, *Engineering Fracture Mechanics* 65, 223-234.

Landis E.N., Nagy E.N., Keane D.T. (2003). Microstructure and fracture in three dimensions. *Engineering Fracture Mechanics* 70: 911-925.

Lefevre E., Homand F. (1995), Caractérisation physicochimique et mécanique sommaire des matériaux argilo-marneux prélevés dans la cible Callovo-Oxfordienne de la Meuse, Rapport ANDRA n° B RP 0ENG 95-001.

Marcher, T. (2002), Resultate eines Versuchsprogramms an Beaucaire Mergel, Report of the Institute of Geotechnical Engineering, Universität de Stuttgart.

Marello S. (2004), Etude du comportement des argiles raides et des marnes, Thèse de doctorat, Politecnico di Torino/Université Joseph Fourier Grenoble.

Marello S. (2005), Communication personnelle.

Mees et al. (2003), Applications of X-ray Computed Tomography in Geosciences, *GSL Special Publications*, Geological Society, London.

Miehe C. (2003), Computational micro-to-macro transitions for discretized micro-structures of heterogeneous materials at finite strains based on the minimization of averaged incremental energy, *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 192:559-591.

Morgensten M.R et Tchalenko J.S. (1967), Microscopic structures in kaolin subjected to direct shear, *Géotechnique*, Vol.37, 309-327.

Neuzil C. E., Cooley C., Silliman S. E., Bredehoeft J. D., Hiesh P. A. (1981), A transient laboratory method for determining the hydraulic properties of tight rocks-II Application, *Int. J. Rock Mech. Min. & Sci. & Geomech. Abstr.*, Vol.18, pp 253-258.

Otani J., Mukunoki T., Obara Y. (2000), Application of X-ray CT method for characterization of failure in soils. *Soils and Foundations* 40 : 111-118.

Otani J., Mukunoki T., Obara Y. (2002a), Characterization of failure in sand under triaxial compression using an industrial X-ray scanner. *Int. J. of Physical Modelling in Geo-technics* 1: 15-22.

Otani J., Mukunoki T., Kikuchi Y. (2002b), Visualization for engineering property of in-situ light weight soils with air foams, *Soils and Foundations*, Vol. 42, No 3, 93-105.

Otani J. (2004), State of the art report on geotechnical X-ray CT research at Kumamoto University, X-ray CT for geomaterials: Solis, Concrete, Rocks – Otani & Obara (eds) Balkema.

Otani et Obara (2004), X-ray CT for geomaterials: Solis, Concrete, Rocks - Balkema.

Raynaud (2005), Communication personnelle.

Ren J. et Ge X.R. (2002), Computerized tomography examination of failure tests on rocks under triaxial loading, *Num. Methods in Geotech. Eng., Mestat (ed.)*, Presses de l'ENPC/LCPC, Paris.

Renard F., Bernard D., Thibault X., Boller E., (2004), Synchrotron 3D microtomography of halite aggregates during experimental pressure solution creep and evolution of the permeability, *Geophysical research Letters*, Vol. 31, L07607.

Roscoe K.H. (1970), The influence of strains in soils mechanics, *Géotechnique*, 20: 129-170.

Rousset-Tournier B., Mazerolle F., Geraud Y., Jeanette D. (2003), Rock drying tests monitored by X-ray computed tomography – the effect of saturation methods on drying behaviour, *Applications of X-ray Computed Tomography in Geosciences*, Geological Society, London, Special Publications, 215, 117-125.

Sammartino S. et Buschaert S. (2005), Microstructure and porous network characterization of calcareous and clayey rocks using high-resolution X-ray microtomography and petrophysical tools, *Proc. Clays in Natural & Engineered Barriers for Radioactive Waste Confinement*, Tours 2005, pp553.

Saraf D. N. (1981), Methods of in-situ saturation determination during core test involving multiphase flow, *Petroleum recovery Institute*, report 1981-6.

Scarpelli G. et Wood D.M. (1982), Experimental observations of shear band patterns in direct shear tests, *Proc. IUTAM Conf. Def. Fail. Gran. Med.*, Balkema, 473-484.

Scavia C., Viggiani G., Castelli M., Desrues J. (1997) - An experimental and numerical study of shear fracture propagation in rock. In: *Deformation and Progressive Failure in Geomechanics*, Proceedings of IS-Nagoya'97, A. Asaoka, T. Adachi, F. Oka eds., Pergamon, 175-180.

Spanne et al. (1994), Synchrotron computed microtomography of porous media, *Physical Review Letters*, Vol73 No14.

- Su K., Freissmuth H., Tijani M. (2003), Influence de l'eau sur le comportement mécanique des argilites, Recherche pour le stockage des déchets radioactifs : Bilan des études et travaux 2003, Andra, 116-121.
- Sun H, Chen J.F, Ge X.R. (2004), Deformation characteristics of silty clay subjected to triaxial loading, by computerised tomography, *Géotechnique* 54, No 5, 307-314.
- Thorel L. (1995), Argile de Haute Marne : Caractérisation géomécanique. Essais de laboratoire, Rapport ANDRA n° B RP 0.G3S 95.003.
- Tillard D. (1992) - Etude de la rupture dans les géomatériaux cohésifs. Application à la marne de Beaucaire. Thèse de Doctorat es Sciences, UJF, Grenoble, France.
- Tillard-Ngan D., Desrues J., Raynaud S., and Mazerolle F. (1993). Strain localisation in Beaucaire marl. Proc. Int. Symp. on Hard Soils and Soft Rocks, Athens, 2, 1679-1686.
- Touchal S., Morestin F., Brunet M. (1997), Mise au point d'une nouvelle méthode de mesure de champs de déformations par corrélation directe d'images numériques, *European Journal of Mechanical Engineering*, BSMEE N°4, Vol.42. p.197 -204.
- Trimmer D. (1982), Laboratory measurements of ultralow permeability on geologic materials, *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 53 (8).
- Van Geet M., Swennen R., Wevers M. (2000), Quantitative analysis of reservoir rocks by microfocus X-ray computerised tomography, *Sedimentary Geology* Vol. 132, pp25-36.
- Van Geet M. (2001), Optimisation of microfocus X-ray computer tomography for geological research with special emphasis on coal components (macerals) and fractures (cleats) characterization, PhD thesis, Katholieke Universiteit Leuven.
- Vacher P., Dumoulin S., Morestin F., Touchal S. (1999), Bidimensional strain measurement using digital images, *IMechE.*, Vol.213. , p.811 -817.
- Vardoulakis I. et Graf B. (1982), Imperfection sensitivity of the biaxial test on sand, *Proc. IUTAM Conf. Def. Fail. Gran. Med.*, Balkema, 485-491.
- Vardoulakis I. et Sulem J. (1995), *J. Bifurcation Analysis in Geomechanics*, Blackie Academic and Professional.
- Verhulp E., Van Rietbergen B., Huiskes R. (2004), A three dimensional digital correlation for strain measurements in microstructures, *Journal of Biomechanics*, vol. 37, pp1313-1320.
- Viggiani G., Rampello S., Georgiannou V.N. (1993), Experimental analysis of localisation phenomena in triaxial tests on stiff clays. *Proc. Int. Symp. on Hard Soils and Soft Rocks*, Balkema (1): 849-856.
- Viggiani G., Finno R.J., Harris W.W. (1994), Experimental observations of strain localisation in plane strain compression of a stiff clay. In R. Chambon et al. (eds), *Localisation and Bifurcation Theory for Soils and Rocks*, Balkema, 189-198.
- Viggiani G., Desrues J. (2004), Experimental observation of shear banding in stiff clay. In: *Geotechnical Innovations (studies in honour of Prof. Pieter A. Vermeer on occasion of his 60th birthday)*, R.B.J. Brinkgreve et al. Eds., Verlag Glückauf Essen, 649-658.

Viggiani G., Lenoir N., Bésuelle P., Desrues J., Di Michiel M. (2004), X-ray microtomography for studying localized deformation in fined-grained geomaterials under triaxial compression, *C. R. Mécanique* 332, 819-826.

Walters D.A., Wong R.C.K., Katzas A. (1998), The application of computerized-assisted tomography in the analysis of fracture geometry, *Geotechnical Testing Journal*, 21(4), 328-335.

Wang H.F. et Hart D.J (1993), Experimental error for permeability and specific storage from pulse test in triaxial tests on stiff clays, *Geotechnical Engineering of Hard Soils – Soft Rocks*, Anagnostopoulos (eds), pp 849-856.

Wellington S. L. et Vinegar H. J. (1987), X-ray computerized tomography. *Journal of Petroleum Technology*, August, pp 885-898.

Wright H. (2001), Rôle de la minéralogie, de la texture et de la structure dans la déformation et la rupture des argilites de l'Est, Thèse de doctorat, Ecole National des Ponts et Chaussées.



## LISTE DES FIGURES

Figure 2.1 : Coupe géologique du site du laboratoire souterrain de Meuse/Haute Marne (www.andra.fr)	9
Figure 2.2 : Résultats de mesure par porosimétrie mercure sur EST362 et EST222 (proportion de volume de mercure injecté en fonction des diamètres de pores)	11
Figure 2.3 : Volumes cumulés lors d'une phase d'intrusion/extrusion en fonction du diamètre de pores pour EST362.	12
Figure 2.4 : Courbes granulométriques pour EST362 et EST222.	14
Figure 2.5 : Résultats de diffraction X sur roche totale	15
Figure 2.6 : Structure type : matrice d'argile englobant des grains de quartz et calcite. (Escoffier 2002).	16
Figure 2.7 : a) Glomérule de pyrite sous forme fromboïdale (Wright 2002) ; b) Agrégat de fromboïdes de pyrite traversé par une fissure (Fabre 2005).	17
Figure 2.8 : Structures de forme allongée, constituées de calcite et observées dans le plan de stratification (Chiarelli 2000).	18
Figure 2.9 : Courbe contrainte-déformation avec cycle charge/décharge d'un essai de compression uniaxial (Chiarelli 2000).	20
Figure 2.10 : Courbe contrainte-déformation d'un essai de compression isotrope (Chiarelli 2000).	20
Figure 2.11 : a) Influence du confinement sur le module d'Young initial, b) influence du confinement sur le coefficient de Poisson initial (Chiarelli 2000).	21
Figure 2.12 : Influence de la teneur en eau sur la contrainte à la rupture (Gasc-Barbier et al. 1999).	22
Figure 2.13 : Fissures principales dans le sens de la contrainte majeure lors d'un essai en compression simple (à gauche) et inclinée lors d'un essai triaxial (à droite) (Chiarelli 2000)	27
Figure 2.14 : Coupe verticale d'un échantillon testé en compression simple. Fissure principale dans le sens du chargement en haut et cône dit de frettage en bas. (Fabre 2005).	27
Figure 2.15 : Fissure s'interrompant pour réapparaître ensuite (Chiarelli 2000) ;	28
Figure 2.16 : Clivage dans un grain de calcite (Chiarelli 2000).	28
Figure 2.17 : Endommagement diffus (à gauche) et fissuration (à droite) de la matrice argileuse avec réorientation face contre face des particules argileuses le long des micro-plans de cisaillement (Fabre 2005).	28
Figure 2.18 : Zone d'endommagement avec micro-plan de cisaillement et microfissuration et fracturation de cristaux de calcite (Boidy 2002).	29

---

Figure 2.19 : Déviation et microfissuration autour d'un grain de quartz (Fabre 2005).	29
Figure 2.20 : Fissure déviée par une hétérogénéité composée de calcite et de matière organique (Chiarelli 2000).	29
Figure 2.21 : Microfissures parallèles à la stratification générées lors de la préparation de la lame mince (Chiarelli 2000).	
Figure 2.22 : Microfissures parallèles à la stratification générées lors de la préparation de la lame mince.	31
Figure 3.1 : Schéma de principe de la tomographie RX (Otani et al. 2000).	37
Figure 3.2 : Représentation schématique d'une coupe (composée de $n \times n$ voxels).	38
Figure 3.3 : Schémas de principe de l'absorption électrique (a) et de la diffraction de Compton (b). N représente le noyau de l'atome. (Curry et al. 1990)	39
Figure 3.4 : Coefficient d'atténuation linéique en fonction de l'énergie des rayons X pour différents minéraux dans les roches (en ordre croissant sur le graphique, quartz, orthoclase, calcite et almandine). (Ketcham et Carlson 2001).	43
Figure 3.5 : Schéma de principe de la méthode de reconstruction par transformation inverse (Van Geet 2001).	44
Figure 3.6 : Mesure d'un échantillon cylindrique avec un faisceau de rayons parallèles.	44
Figure 3.7 : Générations d'appareil de mesure pour la tomographie RX (Otani 2004)	46
Figure 3.8 : Influence des paramètres suivant la configuration matérielle	48
Figure 3.9 : Exemples d'artéfacts (effet de tasse, strie et ring).	51
Figure 3.10 : Relation entre la taille des grains et celle du voxel (Otani et al. 2002a).	54
Figure 3.11 : Influence de la résolution spatiale dans l'étude de la localisation de la déformation.	55
Figure 3.12 : Radiographie RX d'un sable lors d'un essai en conditions planes. Les bandes sombres représentent des bandes de cisaillement dilatantes (Roscoe 1970).	55
Figure 3.13 : Structures complexes de bandes de cisaillement (zones sombres) observées sur des sables en fin d'essai triaxial. A gauche, Desrues et al.1996 et à droite, Alshibili et al.(2000).	57
Figure 3.14 : Réponse mécanique d'un sable lors d'un essai triaxial (Otani et al. 2000b)	58
Figure 3.14.bis : Coupes tomographiques de 5 hauteurs différentes de l'échantillon au cours de l'essai présenté figure 3.14. (Otani et al. 2000b)	58
Figure 3.15 : Etude in situ sur un grès (Ren et al. 2002).	60
Figure 3.15.bis : Coupes tomographiques d'une hauteur de l'échantillon en cours d'essai (Ren et al. 2002)	60

---

Figure 3.16 : Etude in situ sur un sable (Sun et al. 2002).	61
Figure 3.16.bis : Coupes tomographiques de 4 hauteurs de l'échantillon en cours d'essai (Sun et al. 2002)	61
Figure 3.17 : Réponse mécanique d'un échantillon de mortier au cours d'un essai de compression simple (Landis et Nagy 2000)	63
Figure 3.17.bis : Coupes tomographiques à mi-hauteur d'échantillon de mortier en cours d'essai de compression simple. (Landis et Nagy 2000)	63
Figure 3.18 : Radiographie RX d'un échantillon d'argilite de l'Est (Freissmuth 2002).	65
Figure 3.19 : Coupes tomographiques de l'argilite de l'Est (Freissmuth 2002).	65
Figure 3.20 : Coupes tomographiques de la marne de Beaucaire (Tillard 1992).	67
Figure 3.21 : Coupes tomographiques verticales de l'échantillon en fin d'essai (Tillard 1992).	67
Figure 3.22 : Coupes tomographiques horizontales de l'échantillon en début et en fin d'essai (Tillard 1992).	67
Figure 4.1 : Principe de la mesure sur la ligne ID15.	72
Figure 4.2 : Schéma de principe de l'ensemble du système sur la ligne synchrotron.	73
Figure 4.3 : Effet néfaste des tirants dans les images tomographiques. Avec tirants à gauche et sans à droite (Otani et al 2002a).	76
Figure 4.4 : Schéma de principe du dispositif de chargement axial.	77
Figure 4.5 : Dispositif microtomotriax1 en place sur la ligne synchrotron	79
Figure 4.6 : Schéma de principe de microtomotriax2	80
Figure 4.7 : Système de mesure de la variation volumique à l'aide d'une microburette	81
Figure 4.8 : Dispositif microtomotriax2 en place sur la ligne synchrotron	82
Figure 4.8.bis : Vue de détail de la figure 4.8.	83
Figure 4.9 : Dispositif microtomotriax3 en place sur la ligne synchrotron	84
Figure 4.10 : Dispositif de générations de cylindres en place sur la scie à fil.	86
Figure 5.1 : Prélèvement de blocs de marne de Beaucaire directement en paroi d'une carrière.	90
Figure 5.2 : Observations au MEB de la marne de Beaucaire (communication personnelle de S. Raynaud 2005).	91
Figure 5.3 : Texture de la marne de Beaucaire (communication personnelle de S. Raynaud 2005).	91

---

Figure 5.4 : Essai de compression oedométrique sur la marne de Beaucaire (Marello 2004).	92
Figure 5.5 : Résultats d'essais biaxiaux en conditions drainées et non drainées (Charrier et al. 2001).	93
Figure 5.6 : Résultats d'essais triaxiaux en conditions drainées (Marcher 2002).	94
Figure 5.7 : Résultats d'essais triaxiaux en conditions non drainées (Marcher 2002).	94
Figure 5.8 : Schéma de principe de l'appareil biaxial.	95
Figure 5.9 : Echantillon MBLL14 avec indication des prélèvements pour l'étude post mortem.	97
Figure 5.10 : Coupe tomographique de l'échantillon MBLL14_1	98
Figure 5.11 : Coupe tomographique de l'échantillon MBLL14_4	98
Figure 5.12 : Coupe tomographique de l'échantillon MBLL16_2	100
Figure 5.12.bis : Création de zones de vide et de compression due à la combinaison du mouvement global et de à la géométrie locale de la zone localisée.	100
Figure 5.13 : Coupe de MBLL03_1	101
Figure 5.14 : Coupe de MBSM03_1	101
Figure 5.15 : MBLL03. Observations au MEB à deux grossissements différents d'une bande dense visible dans les coupes tomographiques (communication personnelle de S. Raynaud 2005).	102
Figure 5.16 : MBLL16_2. Observations au MEB à deux grossissements d'une bande dense visible dans les coupes tomographiques. (communication personnelle de S. Marello 2005).	102
Figure 5.17 : Essai LBSY11. Déviateur en fonction de la déformation axiale	104
Figure 5.18 : LBSY11. Schéma avec indication des zones localisées et des hauteurs de coupe (à gauche) et photo de l'échantillon en fin d'essai (à droite).	105
Figure 5.19 : LBSY11. Coupes tomographiques à la fin de l'essai à 5 hauteurs différentes.	106
Figure 5.20 : LBSY11. Coupes tomographiques à mi-hauteur en début d'essai (sans confinement), au pic et en fin d'essai (avec confinement).	107
Figure 5.21 : LBSY06. Coupe tomographique suivant la section indiquée sur la photo de l'échantillon après essai.	108
Figure 5.22 : LBSY01 .Coupe tomographique à mi-hauteur en fin d'essai (à gauche) et 3 mois après essai (à droite).	109
Figure 5.23 : Photographies des échantillons plusieurs mois après essai.	111
Figure 5.24 : Schéma de principe des positions des tomographies.	111

Figure 5.25 : Essai LBD02. Déviateur et déformation volumique en fonction de la déformation axiale.	113
Figure 5.26 : LBD02. Coupe à mi hauteur en début d'essai	114
Figure 5.27 : LBD02. Coupes tomographiques de trois hauteurs en cours d'essai	118
Figure 5.27.bis : LBD02. Vues de détail de la figure 5.27.	117
Figure 5.28 : LBD02. Coupes tomographiques de la zone localisée à différentes hauteurs en fin d'essai.	119
Figure 5.28.bis : LBD02. Vue de détail de la figure 5.28.	120
Figure 5.29 : LBD02. Evolution du coefficient d'atténuation massique des hauteurs bas, milieu et haut en cours d'essai.	121
Figure 5.30 : Essai LBU01. Déviateur et excès de pression interstitielle en fonction de la déformation axiale.	122
Figure 5.31 : LBU01. Coupes tomographiques de la zone localisée à différentes hauteurs en fin d'essai.	
Figure 5.31.bis : Vues de détail de la figure 5.31	122
Figure 5.32 : LBU04. Déviateur et excès de pression interstitielle en fonction de la déformation axiale.	123
Figure 5.33 : Essai LBD05. Déviateur et déformation volumique en fonction de la déformation axiale.	123
Figure 5.34 : Coupes tomographiques du milieu en fin d'essai. LBU04 à gauche et LBD05 à droite.	124
Figure 5.35 : LBD02. Lame mince dans le sens horizontal.	126
Figure 5.36 : LBD02. Observation au MEB de la zone localisée dans une lame mince verticale.	127
Figure 6.1 : Photographies des échantillons après essai.	134
Figure 6.2 : Schéma de principe des positions des sections tomographiques.	135
Figure 6.3 : ESTSYN01. Déviateur de la contrainte en fonction de la déformation axiale.	136
Figure 6.4 : ESTSYN01. Coupe horizontale à mi-hauteur en début d'essai	137
Figure 6.5 : ESTSYN01. Fissure pré-existante dans le haut de l'échantillon en début d'essai avant l'application du confinement.	138
Figure 6.6 : ESTSYN01. Inclusion composée de calcite et de pyrite.	138
Figure 6.7 : ESTSYN01. Coupes tomographiques horizontales d'une région de l'échantillon en cours d'essai.	140

---

Figure 6.7.bis : ESTSYN01. Vues de détail de la figure 6.7	139
Figure 6.8 : ESTSYN01. Coupes verticales perpendiculaires à la zone localisée d'une région de l'échantillon en cours d'essai.	141
Figure 6.9 : ESTSYN01. Distribution spatiale et coalescence de fissures	142
Figure 6.10 : ESTSYN01. Fermeture de la fissure pré-existante	143
Figure 6.11 : ESTSYN01. Représentation en 3D des zones ouvertes de la figure de localisation (en rouge) et des principales inclusions (en jaune).	144
Figure 6.12 : ESTSYN01. Vue à 0° de la figure 6.11	145
Figure 6.13 : Vue 3D d'inclusions de calcite en forme de « filon ».	146
Figure 6.14 : Vue 3D d'une inclusion de calcite organisée en « amas ».	146
Figure 6.15 : Interaction de la figure de la localisation avec une inclusion majeure.	146
Figure 6.16 : Inclusion de calcite en forme de « filon » cisailée et décalée par la zone localisée dans le centre de l'échantillon.	146
Figure 6.17 : ESTSYN01. Coupes verticales d'une inclusion de calcite située dans le centre de l'échantillon au cours de l'essai et correspondant à l'inclusion de la figure 6.16.	148
Figure 6.18 : ESTSYN01. Coupes tomographiques d'une « même » région de l'échantillon. En fin d'essai avec une résolution spatiale de 14 µm (à gauche) et 6 mois après essai avec une résolution spatiale de 5 µm.	149
Figure 6.18.bis : ESTSYN01. Ouverture en fissure de zones « intactes » après essai au cours du stockage de l'échantillon.	149
Figure 6.19 : Essai ESTSYN02. Déviateur de la contrainte en fonction de la déformation axiale.	150
Figure 6.20 : ESTSYN02. Coupes horizontales issues de trois sections différentes en cours d'essai	152
Figure 6.21 : ESTSYN02. Coupes verticales perpendiculaires aux zones localisées, en cours d'essai.	153
Figure 6.22 : ESTSYN02. Images 3D des fissures ouvertes à différents angles de vue	155
Figure 6.23 : ESTSYN02. Images 3D des fissures ouvertes (en mauve) et des principales inclusions (en rouge).	156
Figure 6.24 : ESTSYN03. Déviateur de la contrainte en fonction de la déformation axiale.	157
Figure 6.25 : ESTSYN03. Coupes horizontales issues de trois sections différentes en cours d'essai	159
Figure 6.26 : ESTSYN03. Coupes verticales perpendiculaires à la zone localisée, en cours d'essai.	160

Figure 6.27 : ESTSYN03. Images 3D des zones ouvertes de la figure de localisation (en mauve) et des principales inclusions (en rouge).	161
Figure 6.28 : ESTSYN03. Coupes verticales de deux inclusions de calcite situées dans le centre de l'échantillon au cours de l'essai	162
Figure 6.29 : Essai « test ». Coupes horizontales issues d'une section à mi-hauteur d'échantillon.	164
Figure 6.30 : Grille virtuelle des points analysés dans le volume (figure a) et transformation matérielle volumique (figure b) (Bornert et al. 2005).	169
Figure 6.31 : Positions des coupes horizontales (à gauche) et verticales (à droite) présentées dans les figures 6.32 et 6.33.	170
Figure 6.32 : ESTSYN01. Champ de déformations de cisaillement incrémentales lors de l'incrément « pre-pic » .	173
Figure 6.33 : ESTSYN01. Champ de déformations de cisaillement incrémentales lors de l'incrément « post-pic » .	174
Figure 6.34 : ESTSYN01. Champ de déformations volumiques incrémentales lors de l'incrément « pre-pic » .	175
Figure 6.35 : ESTSYN01. Champ de déformations volumiques incrémentales lors de l'incrément « pre-post pic » .	176
Figure 7.1 : Schéma de principe du pulse test (Escoffier 2002).	181
Figure 7.2 : Schéma de principe de la cellule « microperméabilité ».	188
Figure 7.3 : Cellule « microperméabilité ».	189
Figure 7.3.bis : Vue de détail de la cellule « microperméabilité »	189
Figure 7.4 : Générateur de pression de confinement	190
Figure 7.5 : Système de génération de pression interstitielle	191
Figure 7.5.bis : Schéma de principe du piston du système de génération de pression interstitielle.	191
Figure 7.6 : Piston de chargement axial.	191

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 4.1 : Récapitulatif des caractéristiques de tomographie RX.	74
Tableau 4.2 : Principales caractéristiques des cellules microtomotriax.	85
Tableau 5.1 : Quelques caractéristiques de la marne de Beaucaire (Marello 2004)	90
Tableau 5.3 : Comparatif de quelques caractéristiques entre la marne de Beaucaire et l'argilite de l'Est.	93
Tableau 5.4 : Récapitulatif des échantillons mesurés au synchrotron	96
Tableau 5.5 : Récapitulatif des essais de la première campagne in situ.	103
Tableau 5.6 : Récapitulatif des essais de la deuxième campagne in situ.	110
Tableau 6.1 : Récapitulatif des essais menés sur l'argilite de l'Est.	134
Tableau 7.1: Temps de réponse en fonction de la perméabilité, de l'emmagasinement du réservoir et d'un temps adimensionnel $\alpha\beta$ compris entre 1 et $10^{-2}$ (échantillon de diamètre 10 mm et de hauteur 20 mm)	184

# **ANNEXES**



## ANNEXE 4-1 : TRAITEMENTS DES IMAGES

Le but de cette annexe est d'expliquer les différents traitements d'image que nous avons appliqués durant ce travail, pour nos trois objectifs à savoir, l'observation simple des images, les reconstructions en trois dimensions et les mesures de champ de déformation par corrélation d'image.

### Passage d'une image 32-bit à une image 8-bit

Nos images « brutes » sont des images 32 bit au format .edf (European Data Format). La valeur de chaque pixel représente la moyenne du coefficient d'atténuation massique de la matière contenue dans le voxel. La figure 1 montre un exemple d'image « brute » d'une coupe tomographique de l'argilite de l'Est (essai ESTSYN01 en fin d'essai après retrait complet du confinement). Les images 32 bit ont des tailles trop importantes (en terme de taille de fichier). Il est donc nécessaire pour pouvoir les manipuler de réduire leur taille en les convertissant en images 8-bit (i.e. images en 256 niveaux de gris). Pour cela, il est nécessaire de choisir des valeurs dans les images 32 bit qui correspondront aux bornes de l'échelle de niveaux de gris des images 8-bit. Ce choix s'effectue à partir de l'histogramme de la distribution en fréquence des niveaux de gris de l'image.

La figure 1.bis montre l'histogramme des niveaux de gris en échelle linéaire (en noir) et en échelle logarithmique (en gris) i.e. nombre de pixels en fonction d'une valeur de niveaux de gris. L'échelle logarithmique est utile quand la gamme des niveaux de gris de l'image est large par rapport à celle de la majorité des pixels constituant l'image. C'est le cas dans nos images et notamment lorsque des cristaux de pyrite sont présents comme dans la coupe tomographique de la figure 1 car l'atténuation des rayons X par les pyrites est beaucoup plus importante par rapport aux autres minéraux composant la roche, ce qui donne une valeur de pixel bien plus grande que valeur moyenne des pixels.

L'observation des pics de l'histogramme permet de repérer les différents « matériaux » présents dans l'image. Les deux pics indiqués par les flèches bleue et rouge, représentent l'environnement de l'échantillon i.e. le pic indiqué par la flèche bleue représente l'ensemble constitué par l'air ambiant, la cellule de confinement et le fluide de confinement, et le pic indiqué par une flèche rouge représente la membrane en néoprène. Le pic indiqué par une flèche violette représente la matrice argileuse, celui indiqué par une flèche verte, la calcite et enfin, celui indiqué par une flèche noire, la pyrite. Les minéraux de quartz sont situés entre la matrice argileuse et la calcite.

Pour passer à une image 8-bit (256 niveaux de gris), il faut choisir deux valeurs de pixels qui correspondront dans les images 8-bit à la valeur 0 (dans notre cas, la couleur noire) et à la valeur 255 (dans notre cas, la couleur blanche). Ce choix est important car les pixels qui auront une valeur en dehors de ces 2 bornes i.e. une valeur inférieure à la borne inférieure ou une valeur supérieure à la borne supérieure, prendront respectivement comme nouvelle valeur dans les images 8-bit, les valeurs 0 et 255. Les pixels dont les valeurs sont comprises entre les deux bornes choisies seront répartis selon les 254 niveaux restants. Par exemple, si on choisit comme borne inférieure la valeur représentant la matrice argileuse (flèche violette) et comme borne supérieure la valeur représentant la calcite (flèche verte), tout l'environnement de l'échantillon sera confondu avec la matrice argileuse dans les images 8-bit, et les pyrites seront confondus avec la calcite. Le choix de ces valeurs de pixels qui correspondront aux valeurs 0 et 255 sont donc à adapter selon les objectifs de l'étude.

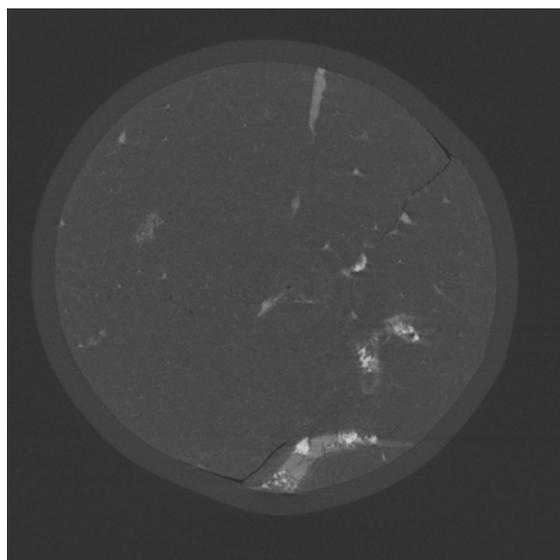


Figure 1 : Image 32-bit d'une coupe tomographique de l'argilite de l'Est (essai ESTSYN01)

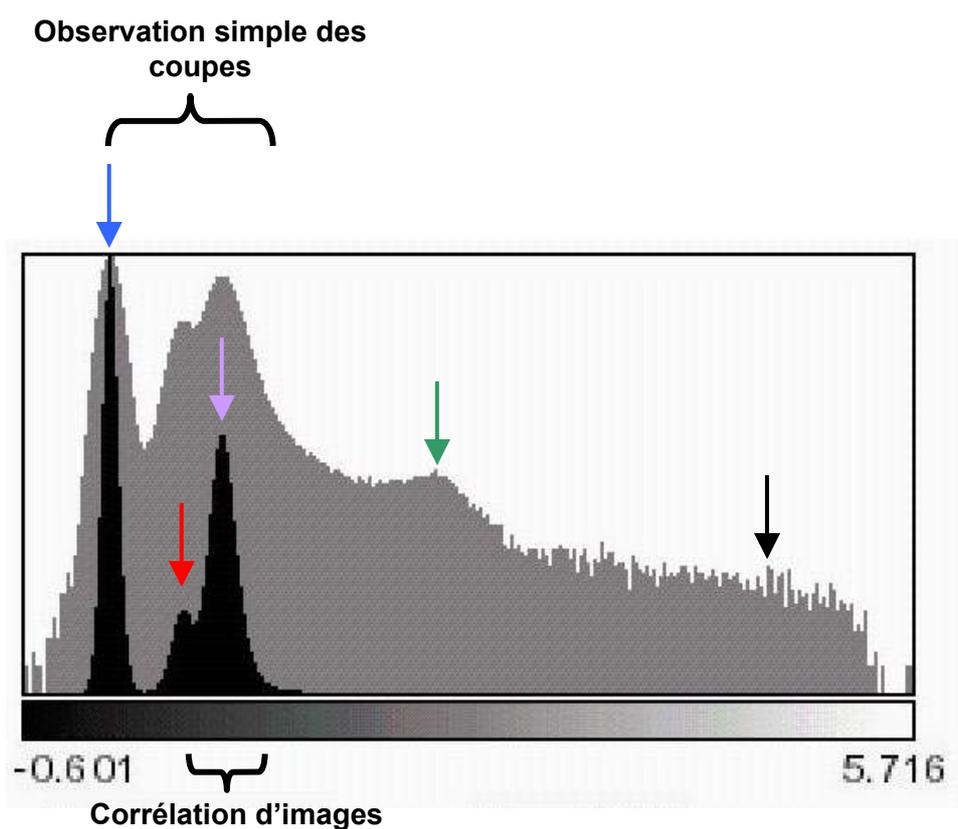


Figure 1.bis : Histogramme des niveaux de gris de la coupe tomographique de la figure 1. Les choix de niveaux de gris pour les observations simples des coupes tomographiques et pour la préparation des images pour la corrélation d'images sont indiqués sur l'histogramme.

## Observation simple des coupes tomographiques

L'objectif de nos observations est de visualiser les zones localisées qui vont se manifester principalement par des zones dilatantes ou des fissures ouvertes donc des zones de densités très faibles (niveaux de gris proches du noir). A l'inverse, les zones denses comme les inclusions ne présentent pas d'intérêt dans cette étude. Ainsi, nous avons choisi comme borne inférieure une valeur de proche de celle de l'extérieur de l'échantillon afin d'obtenir un maximum de niveaux de gris pour caractériser les zones dilatantes, et comme borne supérieure la valeur supérieure de la matrice argileuse.

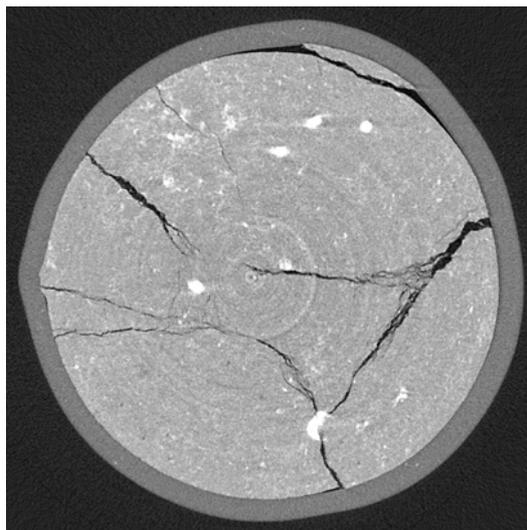
## Corrélations d'images

L'objectif des corrélations d'images est de mesurer des champs de déformations. La technique repose sur la reconnaissance des contrastes locaux de niveaux de gris. En d'autres termes, plus le nombre de niveaux de gris différents sera important pour caractériser les zones de déformation, plus la mesure sera possible et précise. Nous avons supposé que la déformation globale de l'échantillon en cours d'essai est principalement due à la déformation de la matrice argileuse. Nous avons donc choisi comme bornes pour le passage aux images 8-bit, les bornes inférieures et supérieures des niveaux de gris représentant la matrice argileuse afin d'obtenir un maximum de niveaux de gris différents pour représenter la matrice argileuse.

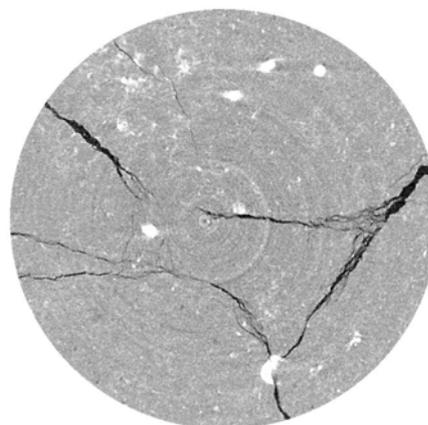
## Reconstruction des images en trois dimensions

La reconstruction des images en trois dimensions nécessite d'avoir des images binaires i.e. une image constituée uniquement de pixels noirs et blancs. Une des deux couleurs représentera la zone que l'on veut reconstruire en trois dimensions. Le passage d'une image en niveaux de gris à une image binaire nécessite de choisir un niveau de gris dans l'histogramme i.e. que tous les pixels ayant un niveau de gris inférieur à la valeur choisie, deviendront noirs (ou blancs) dans l'image binaire et inversement. C'est ce qu'on appelle « l'étape de seuillage ». Dans notre cas, choisir une valeur de niveaux de gris pour représenter la zone localisée n'est pas évident car une grande partie des pixels la représentant ont des niveaux de gris similaires aux zones non endommagées de l'échantillon. En fait, seules les zones de fissures ouvertes sont clairement distinctes car elles sont représentées par des niveaux gris égaux ou proche du noir, ce qui permet facilement de les séparer des autres pixels par une étape de seuillage simple. Néanmoins, beaucoup de pixels dans la zone non-endommagée ont des valeurs égales ou très proches de la zone localisée. Ainsi l'étape de seuillage n'a pas permis de séparer rapidement et facilement la zone localisée du reste de l'échantillon.

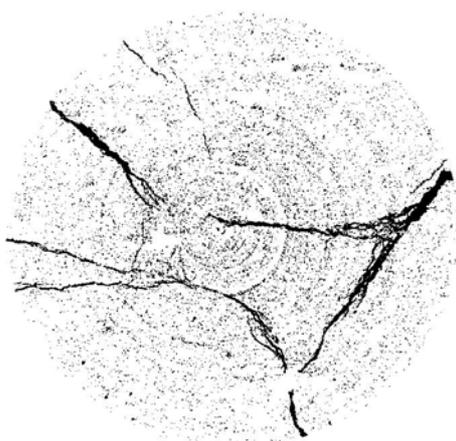
La figure 2 montre les différentes étapes de la préparation des images pour les reconstructions en trois dimensions. Après l'étape de seuillage, de nombreux pixels esseulés sont présents dans le reste de l'échantillon et vont nuire à la qualité des images 3D. Nous avons donc ensuite appliqué un filtre qui permet d'enlever tous les groupes de pixels qui ont une taille plus faible que le critère choisie (dans notre cas, moins de 15 pixels). Après application du filtre, une bonne partie de ces petits groupes de pixels ont disparu. Il a fallu ensuite retirer manuellement les groupes ayant une taille plus importante que le critère du filtre. La figure



**Image initiale**



**Image après le retrait de la partie périphérique**



**Image après l'étape de seuillage**



**Image finale après passage d'un filtre et le nettoyage manuel**

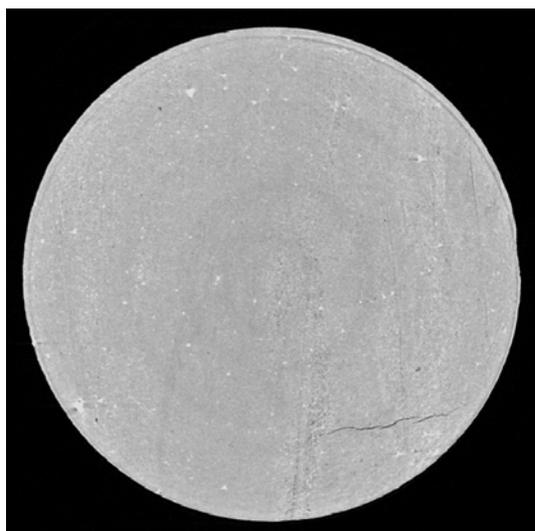
*Figure 2 : Différentes étapes images pour les reconstructions en trois dimensions*

## ANNEXE 5-1 : ETUDE POST-MORTEM

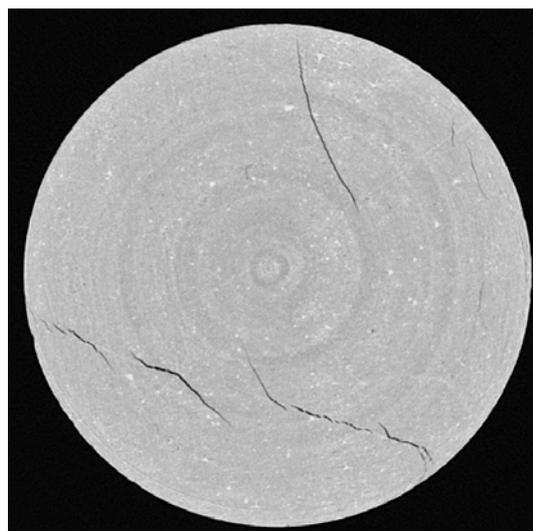
Le tableau ci-dessous est le tableau récapitulatif de l'ensemble des échantillons mesurés lors de l'étude post-mortem sur la marne de Beaucaire (tableau 5.4, chapitre 5).

Essais biaxiaux			Microtomographie	
Nom	Type	$p'_0$ (kPa)	n° échantillon	Emplacement
MBLL14	CU	70	1	dans une bande
			3	en dehors des bandes
			4	en dehors et à l'avant d'une bande
MBLL16	CD	313	1	dans une bande
			2	dans une bande
			3	à l'extrémité d'une bande
			4	en dehors et à l'avant d'une bande
			5	en dehors des bandes
MBLL03	CD	110	1	dans une bande
MBSM03	CD	53	1	dans une bande
			2	dans une bande
			3	en dehors des bandes
MBSM08	CU	112	3	dans une bande en X

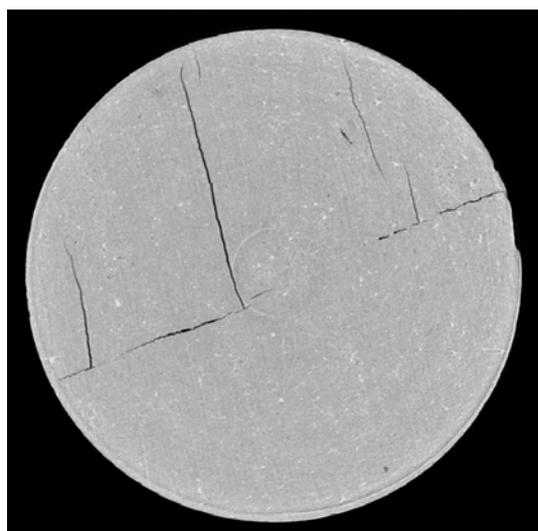
Récapitulatif des échantillons mesurés au synchrotron avec indication des conditions d'essais et type d'emplacement sur les échantillons biaxiaux. Dans la rubrique emplacement, « dans une bande » signifie que l'échantillon est prélevé au milieu d'une bande, « en dehors des bandes » dans une zone où aucune bande n'est visible.



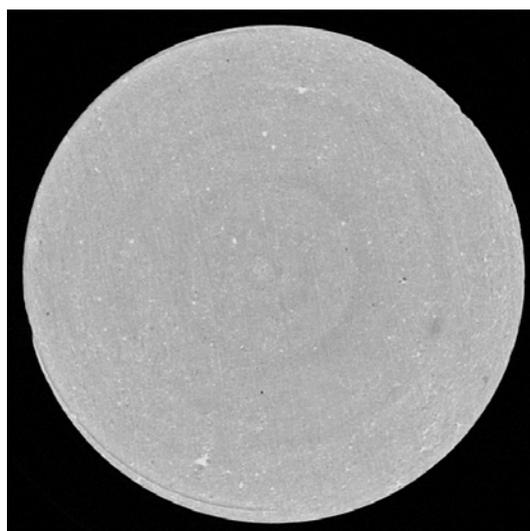
**MBLL14\_3**



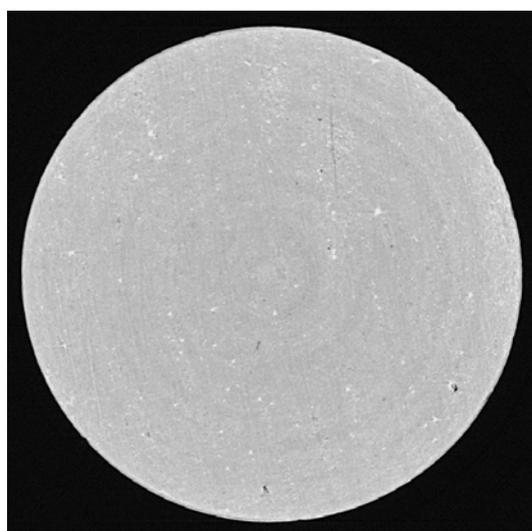
**MBLL16\_1**



**MBLL16\_3**



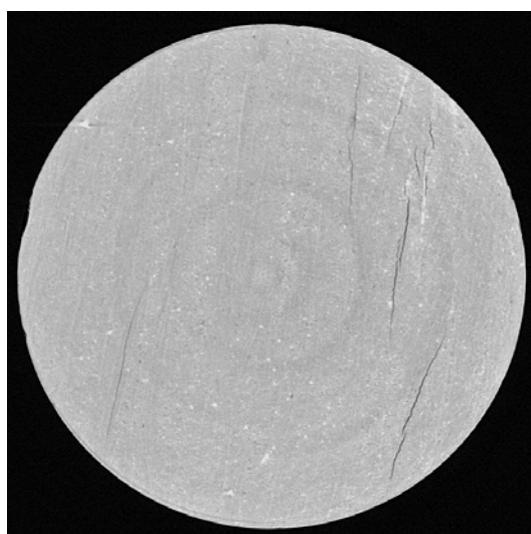
**MBLL16\_4**



**MBLL16\_5**

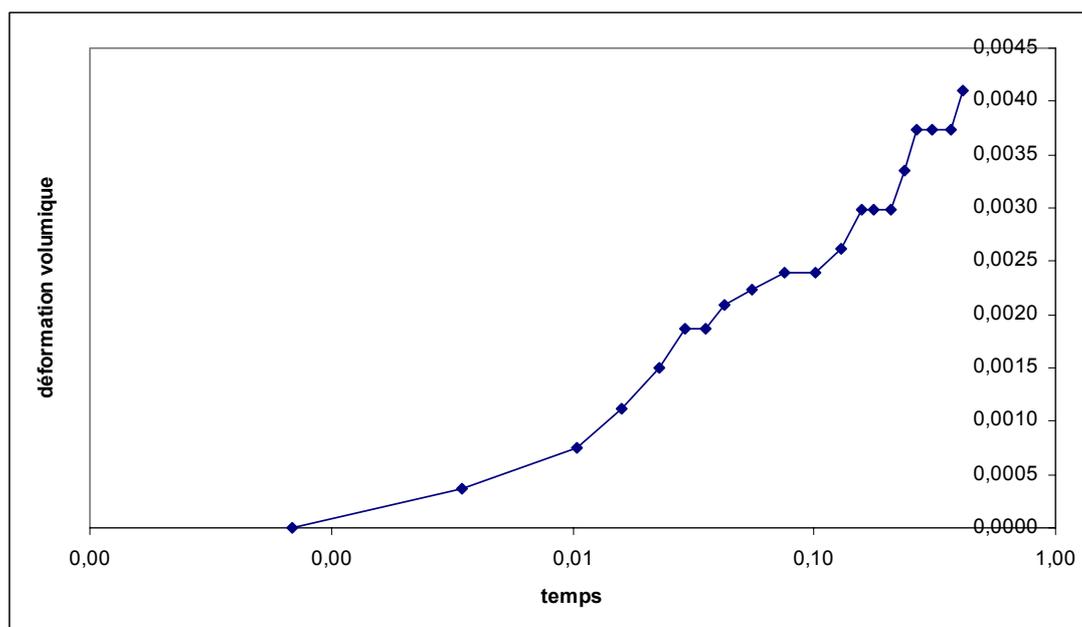


**MBSM03\_2**

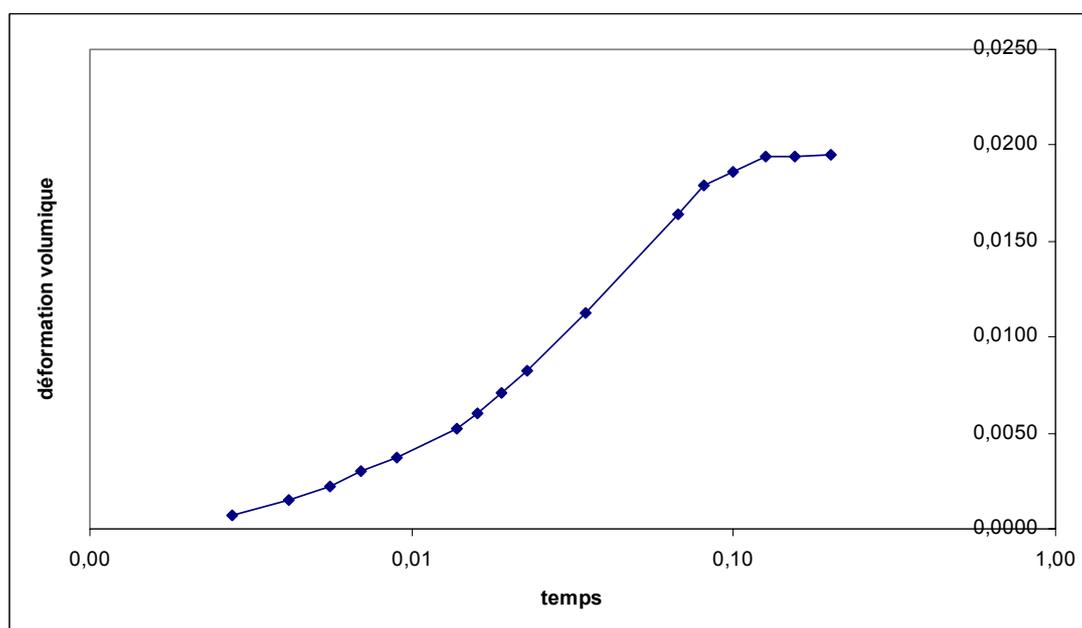


**MBSM03\_3**

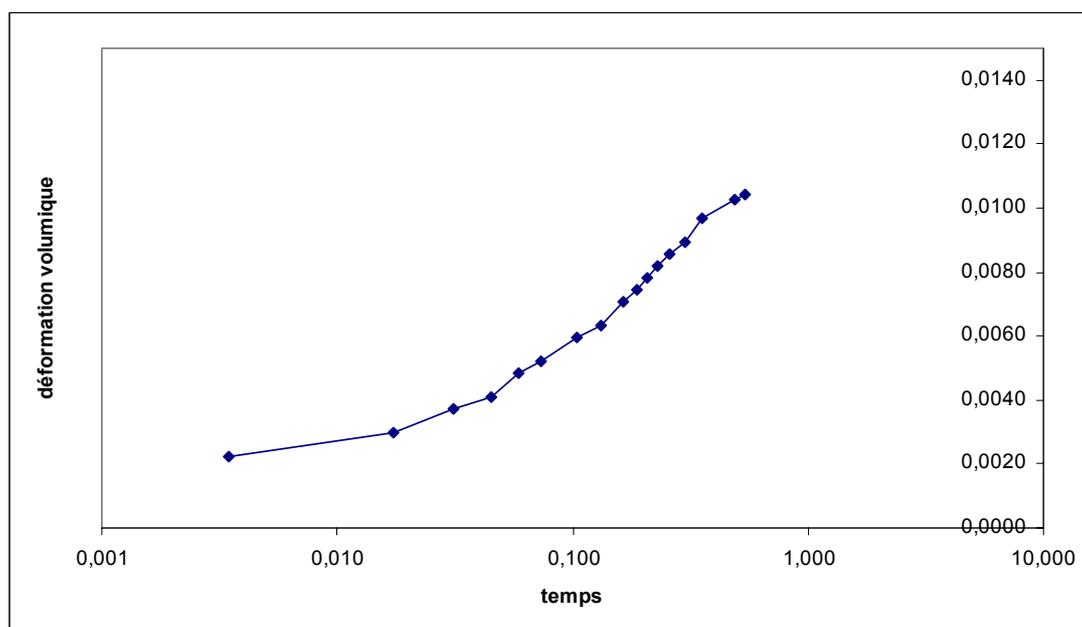




Déformation volumique en fonction du temps lors de la phase de consolidation pour l'essai LBD03 ( $p'_o = 600$  kPa)



Déformation volumique en fonction du temps lors de la phase de consolidation pour l'essai LBU04 ( $p'_o = 600$  kPa)



*Déformation volumique en fonction du temps lors de la phase de consolidation pour l'essai LBD05 ( $p'_0 = 600$  kPa)*



## ANNEXE 5-3 : MESURE DE PROPAGATION D'ONDES

L'étude de l'endommagement des roches argileuses nécessitent l'utilisation de diverses techniques permettant de caractériser de manières différentes la fracturation ou d'accéder à différentes échelles d'investigation. Une des techniques utilisées dans l'étude de la fracturation des roches est la propagation d'ondes. Nous avons eu la possibilité d'aller au Petroleum Institute (Heriot Watt University) à Edimbourg en février 2004 afin d'essayer cette technique sur des échantillons de marne de Beaucaire issus de la campagne d'essais *in situ* réalisée au synchrotron en mai 2003. Le but était de déterminer si l'utilisation d'une telle technique permet de caractériser la fracturation dans les roches argileuses. En d'autres termes, l'objectif était de savoir en comparant les mesures de propagation d'onde avec les données tomographiques, si cette méthode de caractérisation de la fracturation dans les roches en général, est assez sensible pour mesurer des phénomènes aussi fins que l'endommagement localisé dans les roches argileuses.

### PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

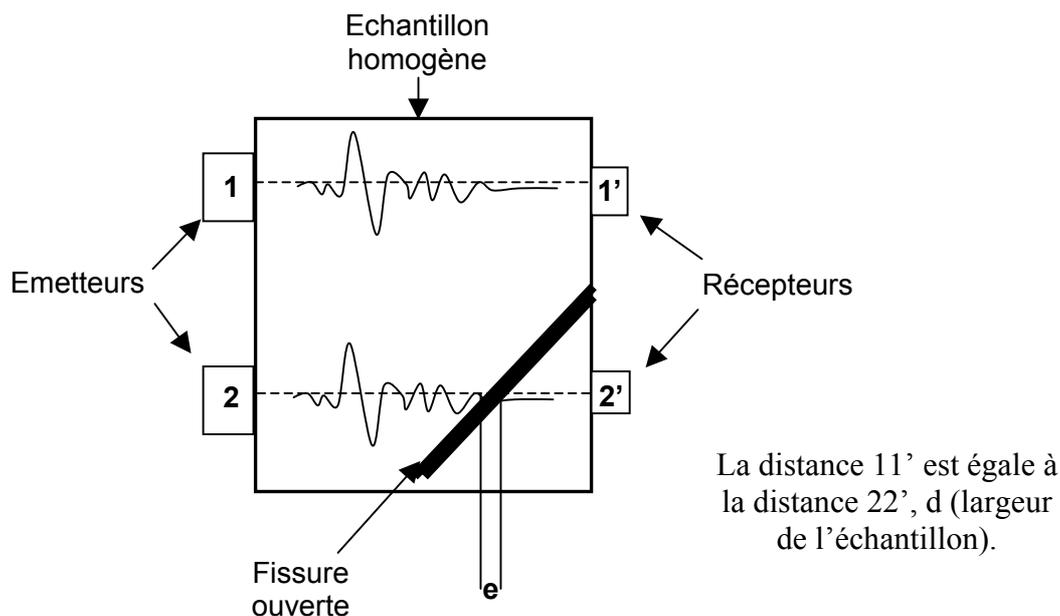
La technique de propagation d'onde consiste comme son nom l'indique à propager des ondes de volumes (ondes P, et S) dans un échantillon. Les ondes P sont des ondes de compression et les ondes S des ondes de cisaillement. Cela consiste à émettre des ondes d'un côté de l'échantillon et à les enregistrer de l'autre côté de l'échantillon. Une de leur propriétés intéressantes est que leur vitesse de propagation dépend du milieu dans lequel elles se propagent. Le premier résultat disponible (et le plus facilement mesurable) est le temps que mettent les ondes P pour traverser l'échantillon, appelés « temps d'arrivée ». Plusieurs autres manières d'exploitation des mesures de propagation d'onde de volume sont réalisables. Par exemple, la polarisation des ondes S peut être étudiée pour déterminer l'anisotropie d'un matériau. Dans notre cas, nous nous limitons uniquement à l'exploitation des temps d'arrivée des ondes P.

Prenons l'exemple simple illustré par la figure 1, d'un matériau homogène traversé par une fissure ouverte. Nous émettons des ondes P aux endroits 1 et 2 que nous enregistrons respectivement aux points 1' et 2'. L'onde parcourant le chemin 11' traverse le matériau intact en mettant un temps  $t_1$  égal à la distance 11' divisée par la vitesse  $V_P$  des ondes P dans ce matériau. L'onde parcourant le chemin 22' traverse des zones intactes de l'échantillon et la fissure ouverte d'une épaisseur  $e$ . le temps  $t_2$  de propagation est égale à la distance 22' moins l'épaisseur de la fissure divisée par la vitesse  $V_P$ , plus le temps de propagation dans la fissure égale à la distance  $e$  divisée par la vitesse de propagation des ondes P dans l'air. La vitesse de propagation des ondes P dans un matériau étant plus grande que celle de propagation dans l'air, le temps  $t_2$  est plus grand que  $t_1$ . La différence de temps de propagation indique la présence d'une hétérogénéité et en supposant que cette hétérogénéité est une fissure ouverte, on peut en déduire son ouverture  $e$ .

La différence ( $t_2 - t_1$ ) permet de calculer l'ouverture  $e$  de la fissure en connaissant  $V_P$  et en mesurant les temps d'arrivée des ondes, soit :

$$e = V_P \cdot V_{\text{Pair}} (t_2 - t_1) / (V_P - V_{\text{Pair}})$$

Les chemins 12' et 21' sont aussi mesurés et permettent de « localiser dans l'espace » la zone endommagée. La multiplication des points de mesures permet d'obtenir une plus grande précision dans les résultats.



Avec :

$$t_1 = d / V_P$$

où  $V_P$  vitesse de propagation des ondes P dans le matériau.

$$t_2 = (d-e) / V_P + e / V_{\text{Pair}} \quad \text{où } V_{\text{Pair}} \text{ vitesse de propagation des ondes P dans l'air } (V_{\text{Pair}} < V_P)$$

Figure 1 : Schéma de principe de la mesure des temps d'arrivée des ondes P

## MESURES ET RESULTATS

A cause de la taille réduite des échantillons et de la taille trop importante des capteurs d'ondes S, nous n'avons utilisé que les ondes P. Des cônes en aluminium ont été rajoutés sur les capteurs (de forme cylindrique) afin de créer une source ponctuelle d'émission sur l'échantillon.

Les échantillons testés ont été LBU01 (i.e. essai consolidé non-drainé, avec une contrainte moyenne effective initiale  $p'_0$  de 130 kPa) et LBU04 (essai consolidé non-drainé, avec une contrainte moyenne effective initiale  $p'_0$  de 600 kPa).

Les mesures ont été effectuées sur 3 hauteurs correspondant aux coupes tomographiques effectuées au synchrotron. Chaque hauteur a été mesurée sur  $180^\circ$  tous les  $10^\circ$ . La figure 2 montre les 3 coupes tomographiques correspondant aux 3 hauteurs de mesures de propagation d'ondes. Les lignes noires représentent les « chemins » de propagation des ondes.

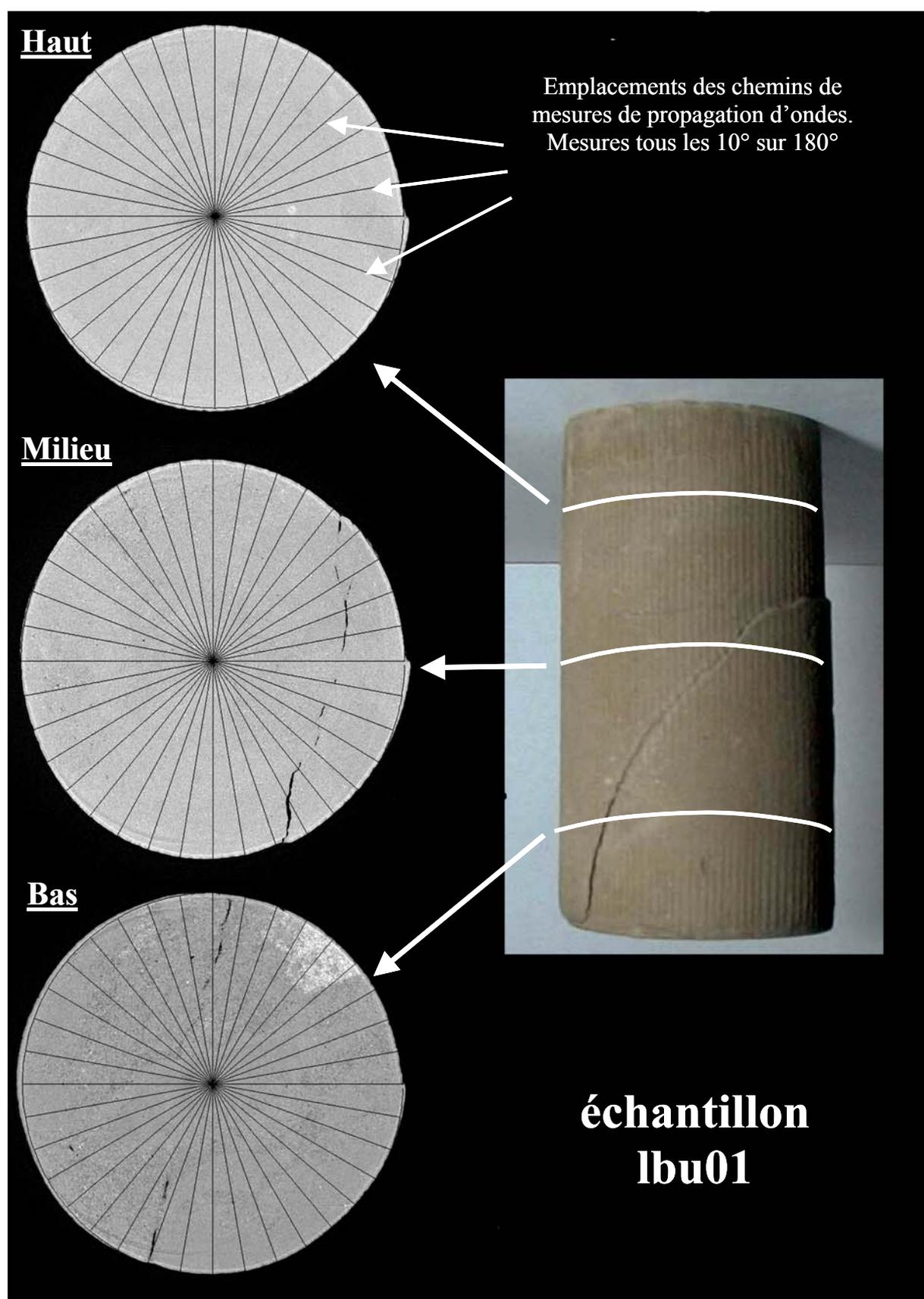


Figure 2 : Emplacements des mesures de propagation d'ondes. Les mesures sont effectuées aux « mêmes » hauteurs que celles préalablement tomographiées lors de la campagne au synchrotron, tous les  $10^\circ$  sur  $180^\circ$ .

## Résultats des mesures sur l'échantillon LBU01

Un exemple de mesures d'ondes P enregistrées après propagation dans l'échantillon, est donné dans la figure 3. L'exploitation des mesures a uniquement consisté dans notre cas à déterminer le temps d'arrivée des ondes. Pour cela, on prend en général le même point (point I sur la figure 3) qui est le premier signe significatif de l'onde. Lorsque ce point n'est pas évident, on peut prendre le sommet du premier pic (point J sur la figure 3) qui est généralement plus distinct.

A partir de ces mesures de temps d'arrivée des ondes, nous avons déterminé la vitesse de propagation des ondes P dans le matériau intact. Pour cela, nous avons utilisé les mesures effectuées dans la partie haute de l'échantillon qui nous le savons par les mesures tomographiques est une région non-endommagée. La vitesse est déterminée par calibration en mesurant le temps de propagation dans un échantillon d'acier, la vitesse de propagation dans l'acier étant connue précisément. Cette calibration est indispensable pour l'interprétation des résultats. Nous noterons la vitesse de propagation dans la marne de Beaucaire intacte,  $V_P$ . La vitesse moyenne mesurée est de 1340 m/s.

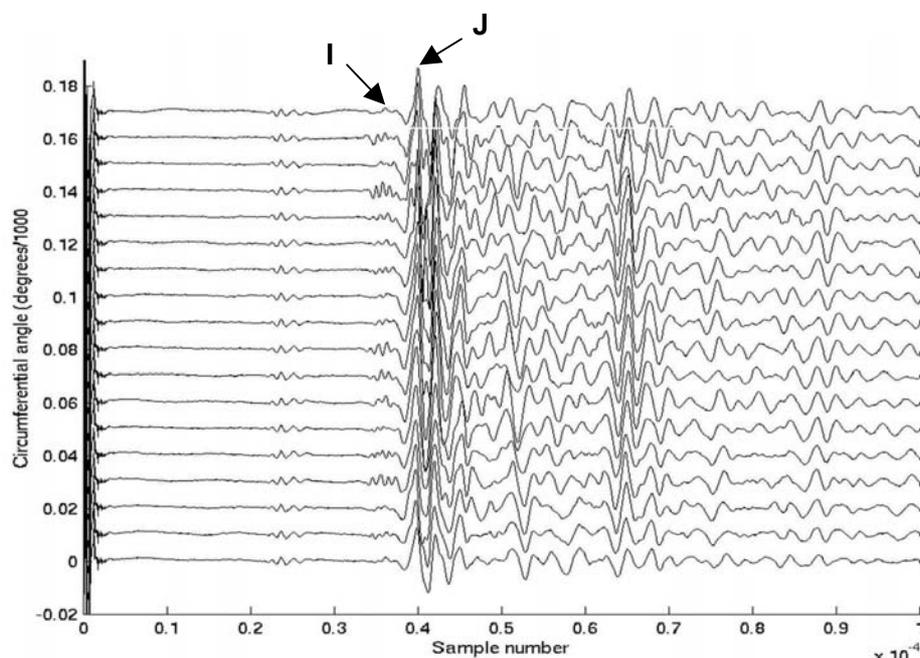


Figure 3 : Exemple d'enregistrement d'onde P pour l'échantillon LBU01.

La figure 4 présente les résultats des mesures sur la hauteur dénommée haut dans la figure 1. Le graphique en haut à gauche montre la vitesse de propagation calculée aux différents angles sur 180°. La courbe en pointillés représente la moyenne des vitesses de propagation. Les courbes en bas à gauche montrent en pourcentage et en fonction des angles de mesures, la différence entre la vitesse et la vitesse moyenne, appelée « deviation » et l'endommagement calculé, appelé « damage ».

La déviation notée  $d_v$ , est calculée simplement comme :

$$d_v = 100(V - V_m) / V_m$$

avec  $V$ , la vitesse de propagation pour un chemin donné (i.e. à un angle donné sur la figure 2) et  $V_m$ , la moyenne des vitesses de propagation  $V$

L'endommagement noté  $D$  est calculé en faisant l'hypothèse que l'endommagement se traduit par des zones localisées d'air (i.e. des fissures ouvertes). Le calcul que nous avons effectué est le même que celui montré dans l'exemple. La seule différence est que nous avons considéré l'ouverture de la fissure  $e$  comme un pourcentage de la distance du chemin de propagation et non comme une distance.

La relation devient ainsi :

$$D = 100 \cdot V_{\text{Pair}} (V_P - V) / V \cdot (V_P - V_{\text{Pair}})$$

avec  $V$  vitesse de propagation pour un chemin donné (i.e. à un angle donné).

$V_{\text{Pair}}$  vitesse de propagation dans l'air égale à 340 m/s.

$V_P$  vitesse de propagation dans le matériau égale à 1340 m/s.

Dans la figure 4, un pourcentage positif indique une vitesse de propagation plus importante que la moyenne (inversement pour un pourcentage négatif). La forme en sinusoïde de la courbe de deviation est typique de la présence d'une anisotropie. De plus, la demie période de la sinusoïde correspond à un angle de 90°. Deux configurations sont alors possibles : soit l'anisotropie est due à la stratification i.e. l'échantillon a été carotté parallèlement au litage, soit la mesure de propagation d'ondes est effectuée parallèlement à la fissure.

Les résultats semblent indiquer que l'endommagement est faible et quasi constant ce qui est en adéquation avec les coupes tomographiques (zone apparemment non-endommagée).

Entre la période d'essais au synchrotron et les mesures de propagation d'ondes, les échantillons ont séché à l'air libre. Ainsi, leur volume a changé et de nombreuses fissures se sont probablement ouvertes. Afin de quantifier, le changement de volume de l'échantillon nous avons comparé les diamètres de l'échantillon en comparant les distances calculées grâce aux coupes tomographiques et les distances mesurées après séchage grâce à un pied à coulisse. Le graphique en haut à droite sur la figure 4 montre la configuration géométrique de l'échantillon pendant la campagne synchrotron (nommée *in situ* dans la figure) et après séchage (nommée *post mortem* et *mean post* i.e. moyenne des mesures *post mortem*). A partir de ces mesures, nous avons pu en déduire la différence en pourcentage entre les distances *in situ* et les distances *post mortem*. Cette différence est appelée « dilatance » sur la figure 4. La différence entre les mesures de distances *in situ* et les distances *post mortem* avec la moyenne des distances *post mortem* ont été calculées suivant le même principe. Les 3 pourcentages ont été calculés par rapport à la moyenne des mesures après séchage (mean post).

La « dilatance » nous montre clairement le changement de volume en expansion de l'échantillon lors du séchage. Cela est probablement dû d'une part, à l'ouverture des fissures

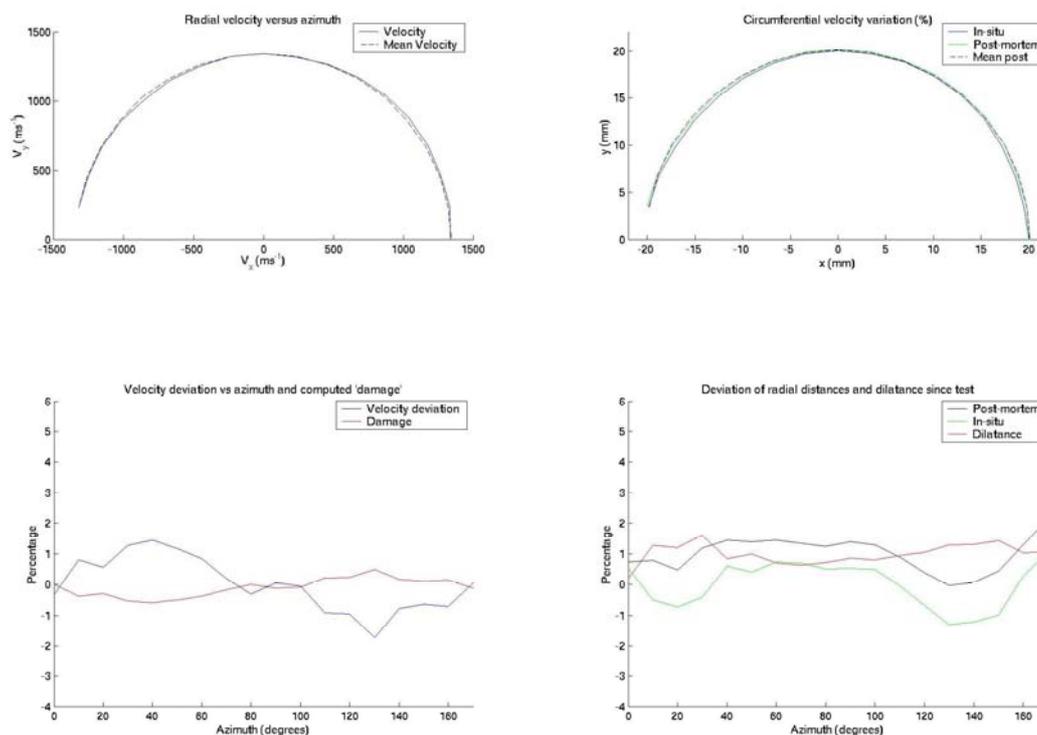


Figure 4 : Résultats des mesures de propagation d'ondes sur la hauteur du haut (LBU01)

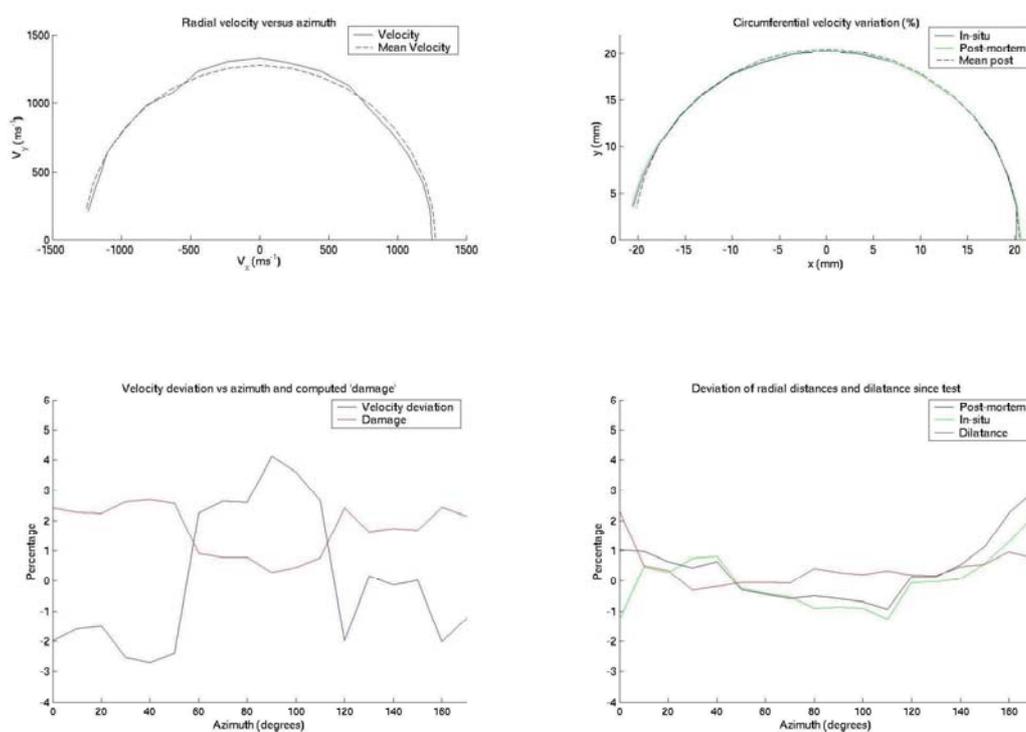


Figure 5 : Résultats des mesures de propagation d'ondes sur la hauteur du milieu (LBU01)

pré-existantes et à l'apparition de nouvelles fissures, et d'autre part, au fait que lors des mesures tomographiques, l'échantillon était soumis à un confinement.

Le résultat le plus important est que les variations de « dilatance » (variations géométriques) ne sont pas les mêmes que les variations en vitesses. La différence entre les variations prouve que les variations en vitesse ne sont pas dues aux variations géométriques (augmentation ou diminution de la distance des chemins de propagation des ondes) et bien à un endommagement du matériau.

Les résultats pour la hauteur du milieu sont présentés figure 5. Les graphiques et calculs effectués sont les mêmes que pour la hauteur du haut. Notons que la vitesse de propagation dans le matériau  $V_P$  utilisée pour les calculs est celle déterminée dans la hauteur du haut qui est considérée comme une zone non endommagée de l'échantillon, à savoir 1340 m/s.

Comme l'indique la coupe tomographique, cette zone est endommagée par une fissure ouverte comme le montre la figure 1. La région endommagée se situe entre 0 et 60° et entre 120 et 180° suivant la règle prise pour les mesures de propagation.

Le résultat le plus important est la confirmation sur le graphique en bas à gauche de la figure 5, que la zone entre 60 et 120° n'est pas endommagée (ou faiblement) car la vitesse de propagation est plus importante dans cette région et de plus, le calcul d'endommagement montre un endommagement quasi nul. Ce type de mesures est cohérent avec les observations obtenues au synchrotron.

L'autre résultat est fourni par le calcul de « deviation ». Nous remarquons que le changement de volume est plus important dans la région localisée ce qui suggère que l'expansion de l'échantillon lors du séchage est principalement due à l'ouverture des fissures pré-existantes. De plus, nous avons confirmation comme dans la hauteur du haut que les variations en vitesse ne sont pas dues aux variations géométriques.

Les conclusions sur la hauteur du bas (figure 6) sont identiques à celles du milieu avec dans la zone endommagée (zone entre 60 et 120°), une vitesse moins rapide et un endommagement calculée plus important. De plus, les variations en vitesse ne sont pas liées aux variations géométriques et bien à la fracturation de l'échantillon.

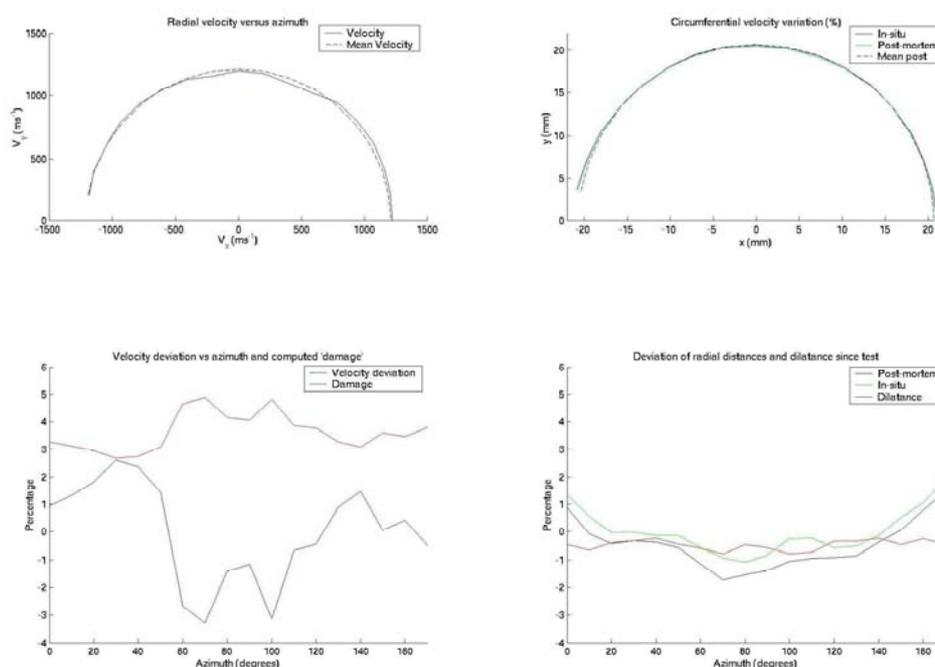


Figure 6 : Résultats des mesures de propagation d'ondes sur la hauteur du milieu (LBU01)

## Résultats des mesures sur l'échantillon LBU04

Seuls les calculs de variation de vitesse de propagation et d'endommagement ont été effectués pour cet échantillon. La vitesse de propagation dans la matériau  $V_P$  utilisée pour les calculs est celle calculée dans la zone non-endommagée de l'échantillon LBU01.

La figure 7 montre les résultats pour les 3 hauteurs. Les coupes tomographiques en fin d'essai ne sont pas actuellement disponibles. Néanmoins, l'observation directe de l'échantillon permet de déterminer la zone endommagée (la région localisée apparaît clairement en surface).

Les conclusions sont identiques à celle obtenues pour l'échantillon LBU01 à savoir que nous observons bien une diminution de la vitesse de propagation dans la région endommagée. De plus, les variations sont beaucoup plus importantes que pour l'échantillon LBU01 ce qui est cohérent avec l'observation directe de l'échantillon faisant apparaître beaucoup plus d'endommagement (fissures plus nombreuses et fissure principale plus importante).

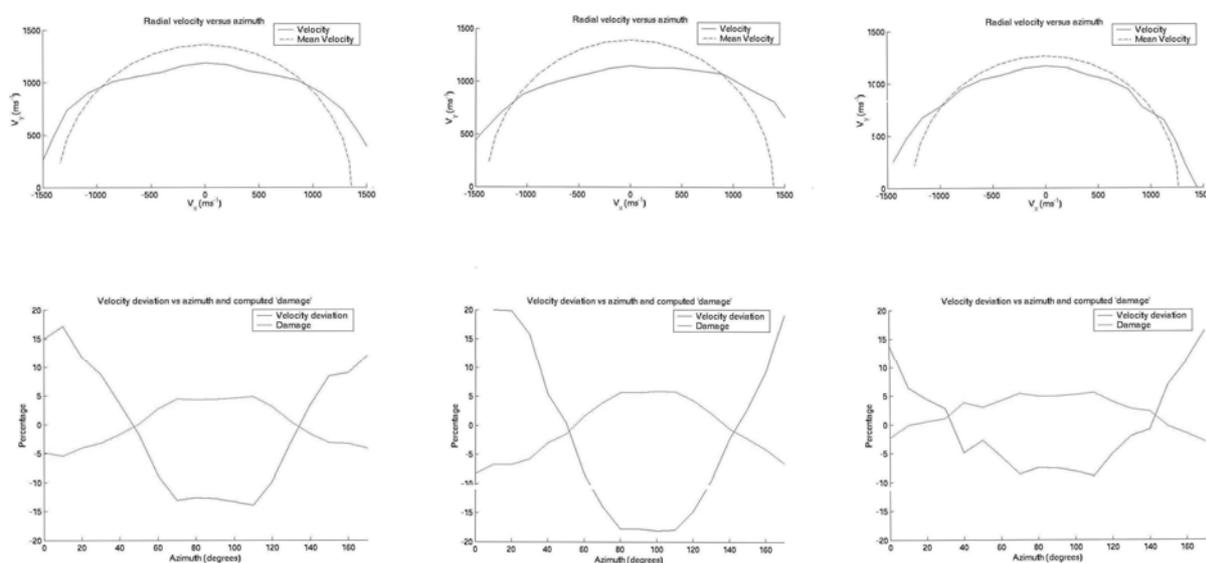


Figure 7: Résultats des mesures de propagation d'ondes sur les 3 hauteurs (bas, milieu, haut) de l'échantillon LBU04

## BILAN

Un ensemble de mesures de propagation d'ondes a été réalisé sur deux échantillons de marne de Beaucaire, issus de la campagne d'essais *in situ* menée au synchrotron. Les premiers résultats sont prometteurs et prouvent que la méthode est cohérente avec les observations tomographiques. Les vitesses de propagation sont plus faibles dans les zones endommagées et surtout ne sont pas dues à des variations géométriques et bien à la fracturation. De plus, le résultat observé dans la zone intacte de l'échantillon LBU01, qui est caractéristique d'une anisotropie, nous indique que les échantillons ont probablement été carottés parallèlement au plan de stratification. Ce résultat est important car il semble confirmer les observations tomographiques sur l'orientation des éprouvettes.

La comparaison des mesures de propagation d'ondes et des données tomographiques ont permis de montrer que les mesures de propagation d'ondes sont un outil qui permet de caractériser l'endommagement d'une roche argileuse.

## ANNEXE 5-4 : MESURES DE DENSITE MOYENNE

Les déformations volumiques locales ne sont la plupart du temps pas assez importantes pour être mesurées dans nos données tomographiques (technique de tomographie de transmission avec une résolution spatiale de 14  $\mu\text{m}$ ). Comme des mesures de variations volumiques globales ont été effectuées lors des essais en conditions drainées sur la marne de Beaucaire, nous avons voulu « voir » si nos mesures tomographiques permettent de mesurer les variations volumiques globales de l'échantillon.

### Mesures de l'évolution de la densité moyenne à partir des données tomographiques

Cette analyse a été réalisée sur l'essai LBD02 (essai consolidé drainé avec une valeur de contrainte moyenne effective initiale de 150kPa). Nous avons sélectionné une zone de calcul qui dans notre cas est un disque de rayon constant et centré sur l'image afin respectivement, de toujours effectuer les calculs sur une zone de même aire, et de pouvoir retirer les zones qui ne concernent pas le calcul comme bien sûr l'extérieur de l'échantillon (membrane+fluide de confinement+paroi de la cellule de confinement) mais aussi la fine zone périphérique modifiée par la découpe à la scie à fil. Le rayon choisi de la zone de calcul a été de 600 pixels afin d'effectuer les calculs sur quasiment la totalité de l'échantillon. Une étude sur l'influence de la taille du rayon a ensuite été menée. La figure 1 montre les étapes de sélection de la zone de calcul ainsi que les résultats obtenus sur l'évolution de la densité moyenne de 3 hauteurs différentes en cours d'essai.

Les premiers résultats montrent une bonne correspondance entre l'évolution moyenne de la densité et le comportement global de l'échantillon. En effet, la déformation volumique indique en début d'essai un comportement global contractant ainsi que la moyenne des niveaux de gris ou *CTvalue* (liée intimement à la densité moyenne de l'échantillon) qui présente une augmentation de sa valeur. Le plus remarquable est la chute de la densité au pic de la contrainte déviatoire (entre le moment n° 2 et n° 3) puis elle remonte à la valeur précédente. Nous la retrouvons dans toutes les analyses que nous avons effectuées et elle correspond à une chute de 1% en moyenne par rapport à la densité moyenne. La fin de l'essai montre aussi une bonne correspondance entre la déformation volumique et la densité moyenne, avec une stabilisation. Notons que la figure 1 montre que l'évolution de la densité est identique dans les 3 sections et aussi qu'il semblerait y avoir un gradient de densité dans le sens de la hauteur de l'échantillon (partie basse de l'échantillon plus dense que le haut).

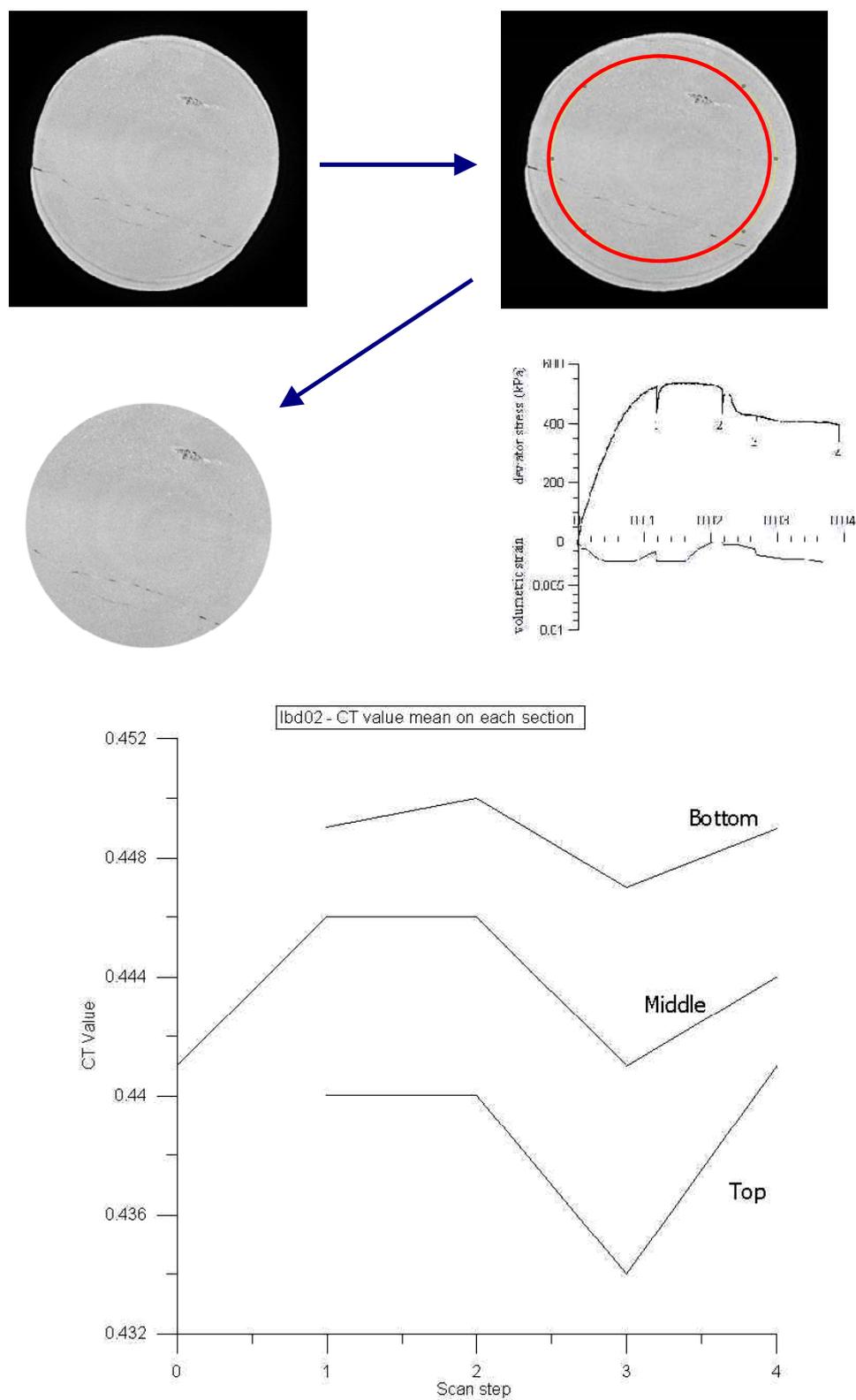


Figure 1 : Evolution de la densité moyenne dans les coupes du haut, du milieu et du haut de l'échantillon.

## **Influence des paramètres de la zone de mesure**

L'évolution volumique globale semble homogène sur toute la hauteur de l'échantillon. Nous voulons ensuite vérifier si les paramètres de la zone de calcul de la densité moyenne (emplacement et taille de la zone) ont une influence sur les résultats.

La figure 2 montre les résultats sur la taille de la zone de calcul. Nous avons choisi 6 tailles différentes (disques centrés avec un rayon allant de 100 à 600 pixels). Les résultats montrent que plus la zone est petite plus la valeur moyenne calculée de la densité est grande et que l'évolution globale de la densité moyenne est identique pour les différentes tailles de zone de calcul.

La figure 3 montre les résultats sur l'influence de l'emplacement de la zone de calcul. Nous avons effectué les calculs sur 5 zones identiques en taille (disque avec un rayon de 200 pixels) placées à différents endroits de l'échantillon comme l'indique le schéma.

Le premier résultat est que le centre de l'échantillon semble plus dense que les zones périphériques. De plus, les résultats sont différents suivant l'emplacement de la zone de calcul. Cela semble indiquer une hétérogénéité de la densité dans l'échantillon. Par contre, l'évolution globale de la densité moyenne est identique suivant les différents emplacements de la zone de calcul. L'emplacement de la zone de calcul n'a donc pas d'influence sur les résultats.

## **BILAN**

Des calculs d'évolution de densité moyenne ont été menés et ont montré une évolution globale de la densité moyenne en accord avec l'évolution des déformations volumiques. Une chute de densité d'environ 1% survient au pic de la contrainte déviatoire. Cela a été observée dans toutes les différentes analyses et montre les paramètres de la zone de calcul comme sa taille ou son emplacement, n'ont pas d'influence sur les résultats.

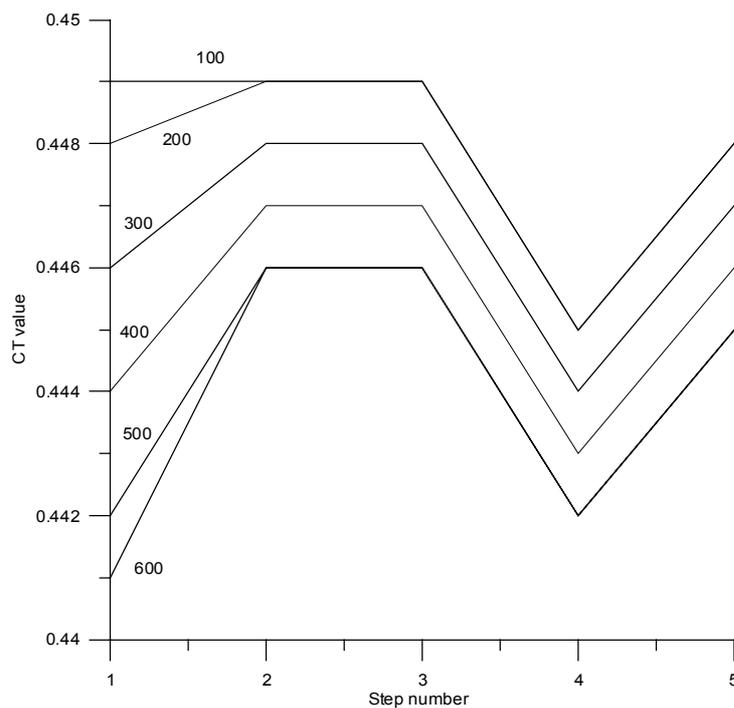


Figure 2 : Influence de la taille de la zone de calcul

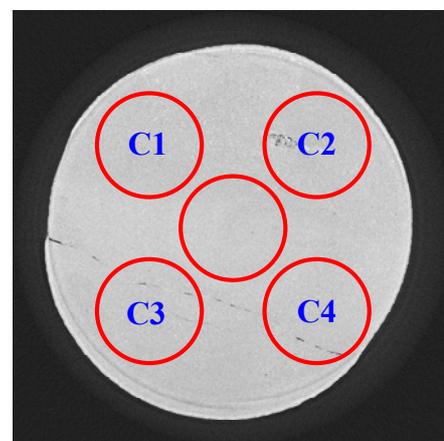
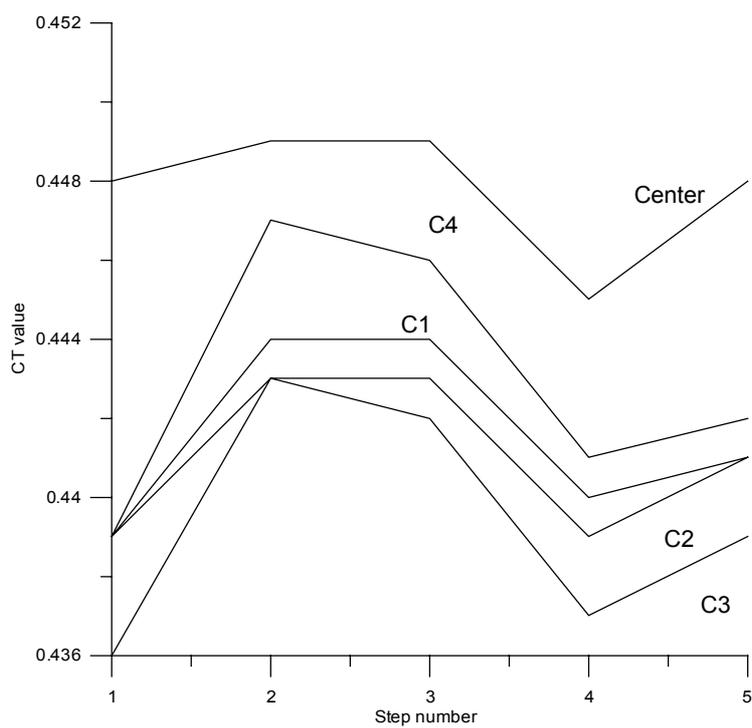


Figure 3 : Influence de l'emplacement de la zone de calcul



