

UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

Laboratoire de Mécanique de Lille (UMR CNRS 8107)

Année : 2008

N° d'ordre: 4238

THESE

Pour l'obtention du grade de

DOCTEUR

DE L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

Discipline : Génie Civil

Présentée par

Nidal IBRAHIM

***Caractérisation des propriétés mécaniques des géomatériaux
par technique de micro indentation***

Soutenue publiquement le 28 octobre 2008 devant le jury composé de :

<i>J-F SHAO</i>	<i>Université des Science et Technologies de Lille</i>	<i>Président</i>
<i>A. GIRAUD</i>	<i>Université de Metz</i>	<i>Rapporteur</i>
<i>D. LYDZBA</i>	<i>Wroclaw University of Technology, Poland</i>	<i>Rapporteur</i>
<i>A. ONAISI</i>	<i>Chef du département Géomechanique(TOTAL)</i>	<i>Examineur</i>
<i>M. SIBAI</i>	<i>Université des Science et Technologies de Lille</i>	<i>Examineur</i>
<i>D. KONDO</i>	<i>Université des Science et Technologies de Lille</i>	<i>Directeur de thèse</i>

A

Mon amour éternel et mon épouse Fairuz

A

Mes deux enfants Karam et Line

A

Ma FAMILLE

AVANT-PROPOS

Ce travail de recherche a été réalisé au Laboratoire de Mécanique de Lille (LML), département de Géotechnique & Génie Civil (GTGC), Université des Sciences et Technologies de Lille (USTL).

Au terme de cette recherche, il m'est très agréable d'exprimer toute ma gratitude, ma reconnaissance et mes très vifs remerciements à tous ceux qui ont contribué l'élaboration de ce sujet de thèse.

M^r D. KONDO Professeur au Laboratoire de Mécanique de Lille et mon directeur de thèse m'a appris comment persévérer pour y arriver, et m'a facilité toutes les conditions pour mener ce travail à bien.

M^r M. SIBAI, Ingénieur de Recherche au Laboratoire de Mécanique de Lille m'a soutenu et aidé à surmonter les différentes difficultés. Je le remercie infiniment pour son soutien et sa disponibilité.

M^r J-F SHAO, Professeur à l'Ecole Polytechnique Universitaire de Lille a bien voulu accepter de présider le jury de cette thèse et d'examiner ce travail de recherche. Je lui exprime mes très vifs remerciements et mon profond respect.

M^{rs} les Professeurs A. GIRAUD de L'université de Metz et D. LYDZBA de Wroclaw University of Technology (Pologne), ont bien voulu être rapporteurs de ma thèse. Je les remercie vivement pour toutes les discussions, suggestions et leurs précieux conseils.

M^r A. ONAISI, directeur du département Géomechanique à TOTAL pour avoir bien voulu participer à mon jury et juger ce travail. Je lui exprime ma profonde reconnaissance.

Je n'oublie pas dans ces remerciements tous mes amis de laboratoire de mécanique de Lille et de l'Ecole Polytechnique Universitaire de Lille, pour leur ambiance agréable dans laquelle s'est déroulé ce travail, leur sympathie et leur soutien durant toutes ces années de recherche.

Je dédie enfin ce manuscrit à mon épouse qui m'a toujours aidé, encouragé et soutenu durant toutes ces longues années de recherche jusqu'au l'achèvement de ce travail..

Résumé

La technologie de micro indentation est un des moyens de caractérisation (à partir de petits échantillons) qui s'est imposé ces derniers temps dans différents domaines (pharmaceutique, génie civil, industrie pétrolière etc.). Il répond à un certain nombre d'exigences en matière de solution au problème d'échantillonnage.

Cette thèse est consacrée à la caractérisation des propriétés mécanique des géomatériaux, et spécialement pour les roches pétrolières comme l'argilite, le grès, la craie... qui ont été utilisées pour les différentes études expérimentales menées au cours de la thèse.

Après avoir présenté la méthode de dépouillement du test d'indentation pour un milieu isotrope, nous avons développé une méthode semi-analytique basée sur la fonction de Green pour caractériser le milieu isotrope transverse en déterminant les cinq paramètres élastique de ce milieu.

L'influence des différentes sollicitations (mécaniques, thermiques, hydriques) sur les propriétés mécaniques des roches a été étudiée en utilisant la technologie de micro indentation avec la méthode de dépouillement isotrope transverse.

Nous avons essayé de caractériser les paramètres de rupture (C et ϕ) à l'aide du test d'indentation et d'un test de micro compression simple (MCS) effectué par la même machine d'indentation.

Par l'essai d'indentation et une méthode d'analyse inverse, nous avons identifié les paramètres d'une loi de comportement élastoplastique (Drucker Prager). En l'absence d'une solution directe du problème d'indentation en régime plastique, nous avons eu recours à une modélisation numérique par un code de calculé élément finis (ABAQUS) pour déterminer la courbe d'indentation calculée. Cette détermination s'est révélée tout à fait probante et a été de plus validée par une simulation d'essais de compression triaxiale sur le même matériau

Abstract

The technology of micro indentation is one of the means of characterization (starting from small specimens) which was essential lately in various fields (pharmaceutical, civil engineering, oil industry). It answers a certain number of requirements as regards solution with the problem of small specimens.

This thesis is devoted to the characterization of the mechanical properties of geomaterials, and especially for the rocks oil.

After having presented the method of exploitation of the test of indentation for isotropic rocks, we developed a semi-analytical method based on the function of Green to characterize the transverse isotropic rocks by determining the five elastic parameters of these rocks.

The influence of the various requests (mechanical, thermal, hydrous) on the rock mechanics properties was studied by using the technology of micro indentation and the method of exploitation for isotropic transverse.

We tried to characterize the parameters of rupture (C and Φ) with the assistance of the test of indentation and a test of micro simple compression (MCS) consequently carried out machine of indentation.

By the test of indentation and a method of inverse analysis, we identified the parameters of a plastic law of behaviour (Drucker Prager). In the absence of a direct solution of the problem of indentation in plastic mode, we had recourse to a numerical modelling by a code of finite element (ABAQUS) to determine the calculated curve of indentation. This determination appeared completely convincing and moreover was validated by a simulation of triaxial compression tests on same material.

Table de matière

<i>Résumé</i>	3
<i>Abstract</i>	3
<i>Table de matière</i>	4
<i>Table de figures</i>	6
<i>Table de tableaux</i>	9
<i>Table de photos</i>	10
<i>Introduction générale</i> :.....	11
<i>Chapitre 1</i>	15
1.1 <i>Comportement mécanique des roches</i> :.....	16
1.1.1 <i>Comportement élastique</i> :	16
1.1.2 <i>Comportement élastoplastique</i> :.....	21
1.2 <i>Eléments pour la modélisation de la plasticité des roches</i>	22
1.2.1 <i>Généralités</i> :.....	22
1.2.2 <i>Modèle de Mohr Coulomb</i> :	24
1.2.3 <i>Modèle de Drucker-Prager</i> :.....	25
1.3 <i>Endommagement des roches : caractérisation</i>	27
1.3.1 <i>Caractérisation de l'endommagement en traction du grès de Fontainebleau : mesures extensométriques</i>	27
1.3.2 <i>Caractérisation de l'endommagement du grès de Fontainebleau par mesures ultrasonores</i> :	30
1.3.3 <i>Autres types d'endommagement du grès de Fontainebleau</i> :	32
<i>Chapitre 2</i>	33
<i>Présentation de l'essai d'indentation</i>	33
2-1 <i>Synthèse bibliographique</i>	34
2-2 <i>Présentation de la machine MICROPE et dépouillement isotrope</i>	38
2-2-1 <i>Principe de base</i>	38
2-2-2 <i>Fonctionnement</i>	40
2-2-3- <i>Types de tests réalisés</i>	41
2-2-4 <i>Etalonnage de la machine MICROPE</i>	44
2-2-5 <i>Etude expérimentale sur les cuttings</i>	46

2-2-6 Dépouillements de l'essai d'indentation dans un cadre isotrope.....	48
2-3 Application et vérification numérique de l'essai d'indentation sur la craie de liège	
.....	49
2-3-1 Résultats expérimentaux :.....	49
2.3.2 Vérification numérique :	50
2-4 Quelques applications de l'essai d'indentation	54
2-4-1 Endommagement thermique (induit par chauffage et refroidissement) d'une	
roche isotrope.....	54
Conclusion.....	58
Chapitre 3.....	59
Extension de la micro indentation aux roches élastique linéaire isotrope transverses.....	59
3-1 Synthèse bibliographique :	60
3-2 Détermination des coefficients élastiques anisotropes à l'aide du test de micro	
indentation	62
3-3 Des applications du test de micro indentation sur des roches isotrope transverses :	
.....	66
3-3-1 Etude d'un endommagement mécanique anisotrope	67
3-3-2 Endommagement thermique pou une roche isotrope transverse (essais sous	
température) :.....	69
3-3-3 Influence de l'humidité relative sur les propriétés mécaniques des roches...	76
3-4 Vérification numérique des tests d'indentation pour l'argilite de l'Est.....	81
Conclusion.....	84
Chapitre 4.....	85
4-1 Détermination des paramètres de rupture C et Φ :	86
4-1-1 Méthodologie :.....	86
4-1-2 Essai de micro-compression simple (MCS) ; détermination C et ϕ :.....	87
4-2 Applications du test MCS aux roches isotropes et isotropes transverses :	90
4-2-1 Paramètre de rupture pour des roches isotropes :.....	90
4-2-2 Application à l'étude de l'effet de l'endommagement thermique pour une	
roche isotrope transverse (essais sous température).....	94
4-2-3 Influence de l'humidité relative sur les paramètres de rupture de l'argilite du	
Callovo Oxfordien :.....	96

<i>4-3 Essai de mini compression simple (MiniCS) et modification du logiciel MICROPE</i>	99
.....	99
4-3-1 : <i>Présentation générale du test : dispositif expérimental et procédure</i>	99
4-3-2 : <i>Préparation des échantillons du test de mini compression simple</i>	103
4-3-3 : <i>Etalonnage Préalable aux mesures de déformation</i> :	106
<i>Conclusion</i>	109
<i>Chapitre 5</i>	110
<i>Identification d'une loi de comportement élastoplastique de roche par micro indentation –</i> <i>approche par analyse inverse</i>	110
5-1 <i>Loi de comportement élastoplastique</i>	111
5-2 <i>Détermination des paramètres de la loi de comportement</i>	113
5-2-1 <i>Analyse inverse pour identifier les paramètres en régime élastoplastique</i> .	113
5-2-2 <i>Modélisation numérique du test d'indentation plastique</i>	117
<i>Conclusion</i>	124
<i>Conclusion générale</i> :	125
<i>Références bibliographiques</i> :.....	128

Table de figures

<i>Figure 1.1. Illustration du comportement élastique a- linéaire, b-non linéaire.</i>	17
<i>Figure 1.2. Définition du repère de structure</i>	19
<i>Figure 1.3. Illustration de comportement plastique</i>	21
<i>Figure 1.4. Présentation de l'écrouissage isotrope.</i>	23
<i>Figure 1.5. Le modèle du Mohr-Coulomb dans le plan contrainte-déformation</i>	25
<i>Figure 1.6. Illustration du modèle de Drucker-Prager élastoplastique avec écrouissage dans</i> <i>le plan contrainte-déformation.</i>	26
<i>Figure 1.7. Endommagement en traction du grès de Fontainebleau</i>	29
<i>Figure 1.8 Evolution de v_p au cours des cycles de chargement - déchargement -</i> <i>rechargement</i>	32
<i>Figure 2.1. Différentes catégories de technologie de micro indentation</i>	36
<i>Figure 2.2. Différentes géométrie d'indenteur</i>	37

<i>Figure 2.3. Principe de micro indentation et la courbe d'indentation</i>	<i>38</i>
<i>Figure 2.4. Principaux éléments du système MICROPE</i>	<i>40</i>
<i>Figure 2.5. Courbe expérimentale obtenue par micro indentation de l'argilite de Clearwater.</i>	<i>42</i>
<i>Figure 2.6: Définition du test « Elastique » du grès de Fontainebleu.....</i>	<i>43</i>
<i>Figure 2.7. Définition et illustration de la phase de relaxation durant le test d'indentation.</i>	<i>44</i>
<i>Figure 2.8. Schéma simplifié du principe d'étalonnage du système MICROPE</i>	<i>45</i>
<i>Figure 2.9. Echantillons de premier group pour le test d'indentation</i>	<i>47</i>
<i>Figure 2.10 Les échantillons de deuxième groupe pour le test d'indentation</i>	<i>47</i>
<i>Figure 2.11. Courbes expérimentales (au nombre de 2) de l'essai élastique d'indentation sur la craie de Liège.....</i>	<i>50</i>
<i>Figure 2.12. Schéma illustrant la géométrie de l'essai d'indentation.....</i>	<i>51</i>
<i>Figure 2.13. Maillage complet de l'essai d'indentation</i>	<i>52</i>
<i>Figure 2.14. Champs de déplacement (m) sous l'indenteur en fin de chargement.....</i>	<i>52</i>
<i>Figure 2.15. Champ de contrainte (MPa) sous l'indenteur en fin de chargement</i>	<i>53</i>
<i>Figure 2.16. Comparaison entre les résultats de calcul numérique d'indentation et les données expérimentales.....</i>	<i>53</i>
<i>Figure 2.17. Compression triaxiale drainée (à $p=0$ MPa) du grès de Fontainebleau préalablement microfissuré par chauffage à 300°C</i>	<i>55</i>
<i>Figure 2.18. Résultats des essais hydrostatiques à différentes températures.....</i>	<i>56</i>
<i>Figure 2.19. Résultats des essais de compression simple sur échantillons thermiquement microfissurés à différentes températures</i>	<i>56</i>
<i>Figure 2.20. Comparaison des rapports des modules issus des essais mécaniques et ceux des essais de Micro compression.....</i>	<i>57</i>
<i>Figure 3.1. Présentation schématique du milieu anisotrope transverse.....</i>	<i>61</i>
<i>Figure 3.2. Organigramme du dépouillement anisotrope transverse d'indentation.</i>	<i>65</i>
<i>Figure 3.3. Orientations des familles de microfissures induites par chargement mécanique.</i>	<i>68</i>
<i>Figure 3.4. Variation des modules de Young déduits de différentes méthodes de dépouillement avec la température.....</i>	<i>75</i>
<i>Figure 3.6. Schéma de l'enceinte d'imposition de l'humidité relative</i>	<i>76</i>
<i>Figure 3.7. Influence de l'humidité relative sur le module de Young de l'argilite de l'Est.....</i>	<i>80</i>
<i>Figure 3.8. Variation des modules de cisaillement en fonction de l'humidité relative de l'argilite de l'Est.</i>	<i>80</i>

<i>Figure 3.9. Vue générale de la géométrie utilisée pour la modélisation numérique du test d'indentation de l'argilite de l'Est.</i>	82
<i>Figure 3.10. Maillage utilisé dans la modélisation de l'essai d'indentation.</i>	82
<i>Figure 3.11. Champ de déplacement obtenu sous l'indenteur.</i>	83
<i>Figure 3.12. Comparaison entre les courbes numériques et les courbes expérimentales pour le test d'indentation de l'argilite.</i>	84
<i>Figure 4.1. Schématisation d'une fondation en milieu isotrope infini.</i>	86
<i>Figure 4.2. Schématisation de l'essai de micro compression simple.</i>	88
<i>Figure 4.3. Courbe d'un test de Micro Compression Simple (MCS) sur la craie de Liège.</i>	89
<i>Figure 4.4 : Comparaison des valeurs de la résistance pour les essais de compression simple et les essais de micro compression.</i>	92
<i>Figure 4.5: Comparaison des valeurs des rapports de la résistance pour les essais de compression simple et les essais de micro compression.</i>	92
<i>Figure 4.6: Valeurs de la cohésion C en fonction de la température.</i>	93
<i>Figure 4.7: Valeurs de l'angle de frottement en fonction de la température.</i>	93
<i>Figure 4.8: Variation de la cohésion avec la température.</i>	95
<i>Figure 4.9: la variation de la résistance à la rupture(Rmc) avec la température.</i>	96
<i>Figure 4.10. Variation de la résistance à la rupture en fonction de l'humidité relative.</i>	97
<i>Figure 4.11. Variation de la cohésion C en fonction de l'humidité relative.</i>	98
<i>Figure 4.12. Variation de Φ en fonction de l'humidité relative.</i>	98
<i>Figure 4.13. Procédure du test de micro compression avec l'ancien logiciel MICROPE</i>	102
<i>Figure 4.14. Procédure du test de micro compression après les modifications du logiciel MICROPE.</i>	103
<i>Figure 4.15. Résultat issus de l'étalonnage du test de mini compression simple.</i>	107
<i>Figure 4.16. Courbe d'étalonnage du collier de mesure de déformations latérales</i>	108
<i>Figure 4.17. Résultats du test MiniCS et du test CS sur le grès des Vosges</i>	109
<i>Figure 5.1. Courbe expérimentale élastoplastique issue de l'indentation de la craie.</i>	113
<i>Figure 5.2. Schéma d'utilisation et résolution par la méthode inverse</i>	117
<i>Figure 5.3. Schéma illustrant la géométrie de l'essai d'indentation.</i>	118
<i>Figure 5.4. Maillage complet de l'essai d'indentation</i>	119
<i>Figure 5.5. Champs de déplacement (m) sous l'indenteur en fin de chargement.</i>	119
<i>Figure 5.6. Champ de contraintes (MPa) sous l'indenteur en fin de chargement.</i>	120

<i>Figure 5.7. Déformations plastiques sous l'indenteur au premier incrément du chargement</i>	120
<i>Figure 5.8. Déformations plastiques sous l'indenteur à la fin du chargement</i>	121
<i>Figure 5.9. Déformations plastiques sous l'indenteur à la fin du déchargement</i>	121
<i>Figure 5.10. Comparaisons entre la courbe expérimentale et les courbes d'indentation issues des calculs numériques</i>	123
<i>Figure 5.11. Comparaison entre les résultats expérimentaux (Homand, 2000) et la modélisation numérique de l'essai triaxial</i>	123

Table de tableaux

<i>Tableau 2.1. Comparaison entre les différents résultats du test d'indentation</i>	48
<i>Tableau 3.1. Comparaison entre les résultats du test d'indentation et Hammade (1992)</i>	66
<i>Tableau 3.2. Résultats d'essai de compression simple et de MICROPE sur le grès des Vosges</i>	69
<i>Tableau 3.3. Valeurs de modules de Young dans les deux orientations (PAR et PER) en fonction de la température</i>	74
<i>Tableau 3.4. Valeurs des modules d'élasticité calculés sous hypothèse d'isotropie transverse</i>	74
<i>Tableau 3.5. Solutions salines utilisées</i>	78
<i>Tableau 3.6. Valeurs du module d'Young (E) en MPa en fonction de l'humidité relative</i>	78
<i>Tableau 3.7. Les valeurs des paramètres élastiques (en MPa) en fonction de l'humidité relative en utilisant un dépouillement isotrope transverse</i>	79
<i>Tableau 3.8. Paramètres élastiques de l'argilite de callovo oxfordien</i>	81
<i>Tableau 3.9 Comparaisons entre les valeurs numérique et expérimentale des pentes issues des courbes du test d'indentation</i>	83
<i>Tableau 4.1. Les paramètres de rupture pour la craie de Liège</i>	90
<i>Tableau 4.2 : Valeurs de la résistance à la rupture et de la cohésion en fonction avec la température</i>	95
<i>Tableau 4.3. Variations des paramètres de rupture en fonction de l'humidité relative</i>	99

Table de photos

<i>Photo 2.1. Système expérimental MICROPE</i>	39
<i>Photo 2.2. Echantillons de la craie de Liège pour le test d'indentation</i>	49
<i>Photo 3.1. Découpage du bloc et orientations de carottage</i>	68
<i>Photo 3.2. Echantillons de l'argilite de Clearwater</i>	71
<i>Photo 3.3. Etat initial dégradé de l'argilite de Clearwater</i>	72
<i>Photo 3.4. Support de fixation adapté aux échantillons et à la scie.</i>	72
<i>Photo 3.5. Echantillons de l'argilite de Clearwater pour le test d'indentation dans le four.</i> .	73
<i>Photo 3.7. Echantillons entreposées dans différentes solutions salines</i>	77
<i>Photo 4.1. Photographie illustrant l'essai de micro compression simple</i>	88
<i>Photo 4.2 : Echantillons du test de MCS dans le four.</i>	94
<i>Photo 4.3. Comparaisons des dimensions des échantillons de compression simple (CS) et de Mini compression simple (MiniCS).</i>	100
<i>Photo 4.4. Modifications de la machine pour le test de MiniCS</i>	101
<i>Photo 4.5 : Photographie des principales parties de la scie à fil.</i>	104
<i>Photo 4.6 : Vue générale de la carotteuse.</i>	105
<i>Photo 4.7 : Vue détaillée de différentes parties de la carotteuse</i>	105
<i>Photo 4.8 : Les différentes parties constitutives de la polisseuse.</i>	106
<i>Photo 4.9. Différentes parties du collier de mesure de déformations latérales.</i>	108

Introduction générale :

L'ingénierie pétrolière est un des secteurs industriels de l'énergie pour lesquels la géomécanique des roches profonde revêt une importance cruciale. L'exploitation des puits pétroliers requiert au préalable la recherche des gisements puis la mise en place de forages qui constitue une étape essentielle pour atteindre les couches réservoir concernées. De manière générale, les réservoirs pétroliers sont constitués (figure I):

i- d'une première couche de roche, couverture imperméable qui forme une barrière empêchant le pétrole et le gaz de s'échapper vers le haut et/ou par les cotés. La perméabilité est l'une des caractéristiques physiques importante des roches impliquées dans ce type couche, au même titre que la porosité. Par exemple l'argilite, un des matériaux de l'étude qui sera présentée dans ce mémoire, est un exemple très répandu et recherché.

ii- d'une couche réservoir qui contient l'hydrocarbure ; la spécificité des roches constituant cette couche est une grande porosité, comme c'est le cas par exemple du grès ou de la craie (autres roches testées dans notre étude). La couche réservoir peut contenir éventuellement du gaz qui se situera alors au dessus du pétrole et de l'eau qui sera en dessous du pétrole et qui va le maintenir emprisonné dans le piège.

iii- d'une couche imperméable en dessous de la couche réservoir et qui ferme le piège sur l'ensemble.

Ce système est en équilibre sous haute pression et haute température ; les différentes opérations de forage et de production du pétrole et du gaz induisent des perturbations de cet équilibre, qu'il s'agit précisément de maîtriser. Pour cette raison, il importe d'avoir une bonne connaissance des différentes propriétés des roches et de leurs comportements sous des sollicitations de nature diverse (température, pression, humidité,...), seules ou couplées.

Une des difficultés reconnues pour la caractérisation des couches géologiques impliquées dans les exploitations pétrolières réside dans l'échantillonnage des roches en vue de tests mécaniques. En effet, les échantillons de roches les plus facilement accessibles dans les puits se présentent généralement sous forme de cuttings (débris de roche forée). Il s'avère donc fort utile et important de disposer de moyens de tests mécaniques sur des échantillons de petite taille et susceptible d'être utilisables sous différentes conditions de température et d'humidité. De plus, il est souhaitable que ces tests puissent être réalisés sur une machine facile à déplacer, par exemple sur les plateformes.

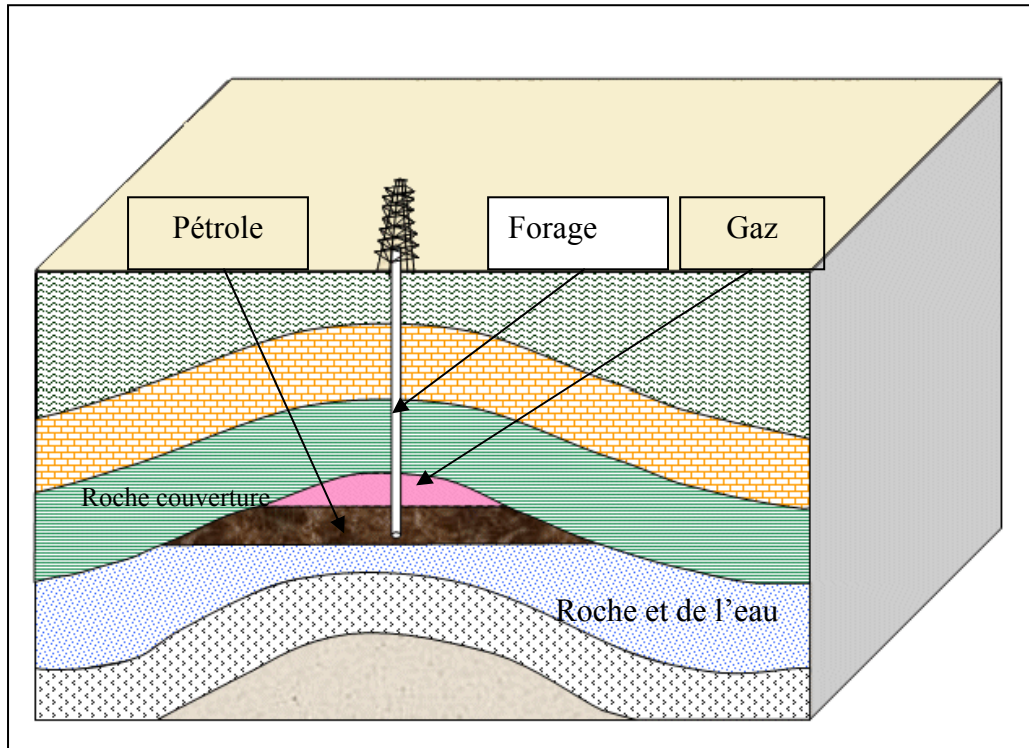


Figure I : schéma typique d'un réservoir pétrolier.

Il convient également de souligner que dans les conditions de production du pétrole, du fait de la densité élevée du pétrole, on a parfois recours à des méthodes secondaires de production pour améliorer la viscosité brute et augmenter la productivité : la méthode thermique basée sur le chauffage de la couche réservoir par un moyen quelconque (brulage de cette couche, injection de vapeur de l'eau, ..) est une des plus connues. La stabilité des réservoirs pétroliers dépendant de celles des couches, il est important de savoir déterminer le comportement des roches vis-à-vis de l'utilisation des méthodes qui viennent d'être évoquées. D'où l'intérêt à nouveau d'étudier l'influence de l'humidité et de la température sur les propriétés mécaniques des roches pétrolières.

Un autre domaine concerné par la caractérisation des propriétés mécaniques des roches sur petits échantillons est celui du stockage souterrain des déchets radioactifs. On s'intéresse dans ce cadre à l'argilite, roche hôte envisagée actuellement en France pour l'étude de la faisabilité de ce type de stockage. Ici aussi, l'enjeu est de taille car la durée de vie estimée des déchets est très longue, et il faut s'assurer que la roche va bien jouer son rôle de barrière à la diffusion des radionucléides.

La technologie de micro indentation est un des moyens de caractérisation (à partir de petits

échantillons) qui s'est imposé ces derniers temps dans différents domaines (pharmaceutique, génie civil, industrie pétrolière etc.). Il répond à un certain nombre d'exigences précédemment exposées en matière de solution au problème d'échantillonnage. Les progrès scientifiques et technologiques réalisés dans le domaine de ce type de test permettent même aujourd'hui de réaliser des expériences aux très petites échelles (nano indentation). Les développements de l'indentation s'orientent essentiellement dans deux directions :

- développement des machines mêmes, avec des instruments métrologiques de plus en plus précis et capables de mesure des valeurs de plus en plus petites (de l'ordre de nanomètre).
- la mise au point de nouvelles méthodes de traitement des données des tests d'indentation (exemple étude de milieux anisotropes) et par conséquent la production de données de plus en plus fiables et dans divers domaines d'applications.

L'étude présentée dans ce mémoire se situe dans ce second cadre de développement, à savoir celui de la mise au point de nouvelles méthodes de dépouillement ainsi que de la validation d'une classe de tests de micro indentation pour différentes applications (influence de la microfissuration sur le comportement des roches, effet de la température ou de l'humidité relative, caractérisation des comportements mécaniques non linéaires etc.) qui intéressent notamment le génie pétrolier et le domaine du stockage profond de déchets radioactifs.

Le mémoire est organisé comme suit :

Dans le premier chapitre, essentiellement bibliographique, nous faisons d'abord un rappel portant sur la géologie des roches. Puis, nous introduisons quelques notions sur les comportements des roches tels qu'ils seront abordés dans le mémoire (élasticité, plasticité, endommagement). Un accent particulier est mis sur le modèle de Drucker-Prager qui sera ultérieurement considéré pour le dépouillement des essais d'indentation plastique.

Le principe du test d'indentation proprement dit ainsi que les applications dans le contexte des roches isotropes font l'objet du second chapitre. Plus précisément, nous présenterons la machine d'indentation utilisée au Laboratoire de Mécanique de Lille ainsi que la méthode de dépouillement du test dans un cadre isotrope. Cette dernière sera vérifiée à l'aide de simulations numériques par éléments finis. Une validation est ensuite réalisée d'abord sur la craie de Liège, puis sur le grès de Fontainebleau pour l'évaluation de l'impact d'un endommagement thermique isotrope induit.

Le troisième chapitre est consacré à l'extension du test de micro indentation aux roches isotropes transverses. Nous décrivons la méthode de dépouillement proposée pour l'interprétation des tests pour cette classe de matériaux. Ceci débouche sur la détermination des caractéristiques du milieu isotrope transverse. Une validation est ensuite proposée sur le schiste, ce qui permet d'appliquer la méthode pour l'identification de 2 types d'endommagement (un endommagement mécanique induit dans le cas du grès des Vosges, un endommagement thermique dans le cas de l'argilite de Clearwater (Canada)). Enfin, la dernière application exposée dans ce chapitre concerne l'étude de l'influence de l'humidité relative sur l'argilite du Callovo Oxfordien.

Le quatrième chapitre traite de la détermination des paramètres de rupture (cohésion C et angle de frottement interne ϕ). Il s'agit d'une question de très grande importance et qui fait également l'objet d'investigations récentes dans la littérature (cf. par exemple Ganneau et al., 2006). L'approche proposée ici s'appuie sur une utilisation combinée du test de micro indentation et d'un nouveau test proposé, dit de micro compression simple. Une procédure d'identification est présentée, de même que les modifications réalisées sur la machine et le logiciel de dépouillement. La méthode est testée pour évaluer l'influence d'un endommagement thermique avec refroidissement sur les paramètres de rupture du grès de Fontainebleau. Le même type d'analyse est réalisé pour l'argilite de Clearwater (Canada), mais dans le cadre d'un endommagement thermique sans refroidissement (essais sous température). L'effet de l'humidité relative sur les paramètres de rupture est ensuite quantifié pour l'argilite du Callovo Oxfordien. Le chapitre s'achève sur la présentation d'un nouveau type de test tout à fait original, dit de mini compression simple ; ce test est destiné à produire à partir d'échantillons de très faible taille les mêmes types de données que l'essai de compression simple sur échantillons standard. Les premiers résultats qui seront présentés apparaissent très probants.

Le cinquième chapitre est dédié à la mise au point d'un outil de modélisation permettant d'identifier les paramètres de la loi de comportement élastoplastique non associée de Drucker-Prager à partir des résultats du test d'indentation plastique. Cet outil combine des simulations numériques par éléments finis (code Abaqus) du test d'indentation et une méthode d'analyse inverse alimentée par les résultats expérimentaux. La pertinence de la démarche proposée sera évaluée sur la craie de Liège.

Chapitre 1

Eléments bibliographiques sur les comportements mécaniques des roches

La formation géologique des roches est une opération complexe qui s'étend sur des milliers d'années. Selon la façon et les conditions de ce processus de formation, on distingue plusieurs types de roches (Chamley, 1990), (Cojan et Renard, 1999) :

1-Roches éruptives : elles sont issues des éruptions volcaniques ; à titre d'exemple, on pourra citer le basalt.

2- Roches sédimentaires : le principe de formation de ces roches est le dépôt d'éléments détritiques qui peuvent être le résultat de la corrosion de roches éruptives par une source mécanique (vent,...) ou chimique (l'eau de pluie,..) ; la seconde origine des dépôts est organique ; dans les océans par exemple, c'est le cumul des êtres morts sur le fond qui forme les roches sédimentaires comme la craie.

3- Roches métamorphiques : l'origine de ces roches peut être des 2 types précédents, mais avec des conditions de température et de pression élevées qui changent la nature de la roche d'origine ; c'est le cas du schiste ou du marbre.

Le comportement des roches varie d'une roche à une autre, et en particulier avec leurs conditions de formation. L'essentiel du comportement des roches sera appréhendé dans cette étude à travers l'élasticité, l'endommagement élastique et l'élastoplasticité. S'agissant de l'élasticité, nous nous intéressons à deux types de comportement des roches : l'élasticité linéaire isotrope ou isotrope transverse. Quelques éléments des lois de comportement des roches élastoplastiques seront également exposés. On donnera enfin une brève description des phénomènes d'endommagement dans les roches et de leur caractérisation expérimentale.

1.1 Comportement mécanique des roches :

1.1.1 Comportement élastique :

L'élasticité d'un matériau se définit par le fait de retrouver sa forme et son volume initial une fois supprimée la sollicitation qui cause les modifications de forme et de volume du matériau. L'état de contrainte dépend uniquement de l'état des déformations. Il s'en suit que la contrainte est une fonction univoque de ces déformations.

Si le tenseur de la contrainte de composantes (σ_{ij}) n'est pas proportionnel au tenseur de déformations de composantes (ϵ_{kl}) , le comportement élastique est dit non linéaire. En revanche, dans le cas où ce tenseur de contrainte est proportionnel au tenseur de déformations,

le comportement est de type linéaire (voir figure 1.1).

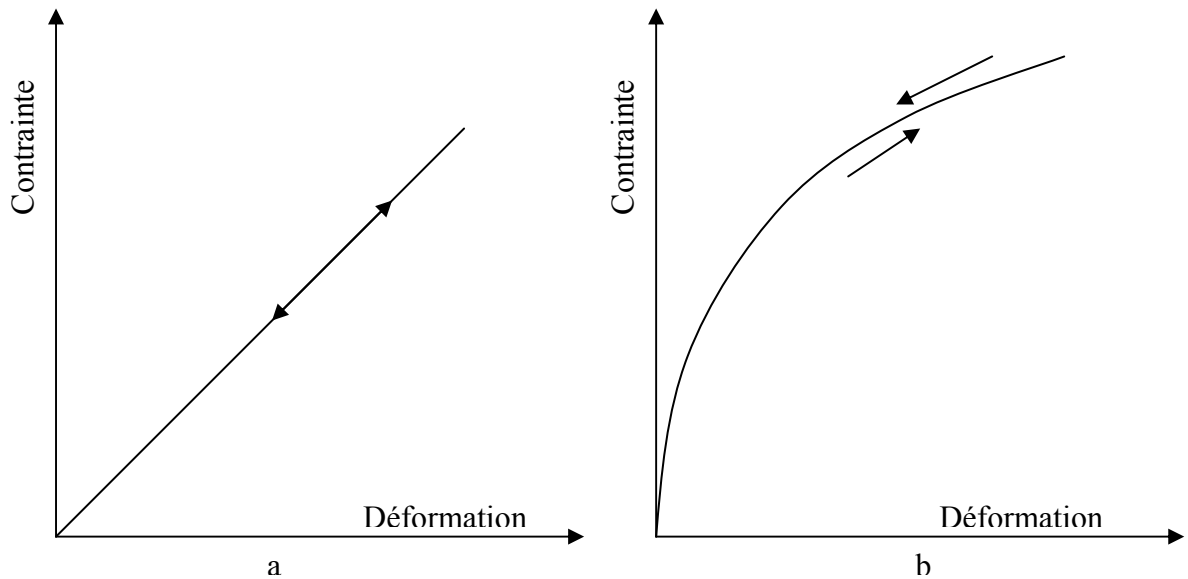


Figure 1.1. Illustration du comportement élastique a- linéaire, b-non linéaire.

Notre intérêt va se porter plus à présent sur l'élasticité linéaire, formalisée par la loi de Hooke généralisée, Ainsi nous avons :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad (1.1)$$

où C_{ijkl} est le tenseur d'élasticité.

Dans le cas tridimensionnel le plus général d'un milieu élastique linéaire anisotrope, le tenseur d'élasticité a 21 composantes indépendantes, compte tenu de la symétrie des tenseurs des contraintes et des déformations ainsi que de l'existence d'une énergie de déformation que l'on postule classiquement.

L'équation (1.1) peut être inversée et réécrite sous la forme :

$$\varepsilon_{ij} = A_{ijkl} \sigma_{kl} \quad (1.2)$$

où les A_{ijkl} sont les composantes du tenseur de souplesse, avec également 21 composantes indépendantes. Ces composantes ont des rôles et des significations physiques différentes (cf. par exemple Lekhnitskii, 1963).

L'écriture intrinsèque de (1.2) est donnée par :

$$\varepsilon = A : \sigma \quad (1.3)$$

dans lequel « : » représente le produit doublement contracté, ici entre un tenseur d'ordre 4, A, et le tenseur de contraintes σ

Si la structure interne du milieu possède un type de symétrie, alors cette symétrie se traduit dans ses propriétés élastiques par le nombre de coefficients élastiques (inférieur ou égale à 21). Comme précédemment indiqué, outre les roches isotropes, on s'intéressera également à des roches dont l'anisotropie est de type isotrope transverse.

- Hypothèse d'isotropie :

On rappelle qu'un matériau est dit isotrope si ses propriétés sont invariantes par rapport à toute rotation dans l'espace. Ces propriétés, notamment élastiques sont donc indépendantes du choix des axes de référence (Berthelot, 1999). L'élasticité isotrope est décrite à l'aide de deux coefficients : le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν :

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \gamma_{23} \\ \gamma_{31} \\ \gamma_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E} & -\frac{\nu}{E} & -\frac{\nu}{E} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu}{E} & \frac{1}{E} & -\frac{\nu}{E} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{\nu}{E} & -\frac{\nu}{E} & \frac{1}{E} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \tau_{23} \\ \tau_{31} \\ \tau_{12} \end{pmatrix} \quad (1.4)$$

Le module de cisaillement G est défini par :

$$G = E / 2(1 + \nu) \quad (1.5)$$

-Roches orthotropes et roches isotropes transverse (orthotropes de révolution) :

La plupart des roches présentent une anisotropie plus ou moins importante qu'il s'agit de prendre en compte dans une description appropriée de leur comportement. Un milieu est dit orthotrope pour une propriété donnée, si cette propriété est invariante par changement de direction obtenue par symétrie relative à deux plans orthogonaux (ce qui entraîne d'ailleurs la symétrie par rapport au troisième plan orthogonal). Pour un matériau orthotrope avec un repère structural (S1, S2, S3) (figure 1.2), l'équation (1.3) peut être réécrite, dans un espace à 6 dimensions (notation de Voigt ou d'ingénieurs) :

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \gamma_{23} \\ \gamma_{31} \\ \gamma_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_1} & -\frac{\nu_{21}}{E_2} & -\frac{\nu_{31}}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{12}}{E_1} & \frac{1}{E_2} & -\frac{\nu_{32}}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{13}}{E_1} & -\frac{\nu_{23}}{E_2} & \frac{1}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{23}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{31}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \tau_{23} \\ \tau_{31} \\ \tau_{12} \end{pmatrix} \quad (1.6)$$

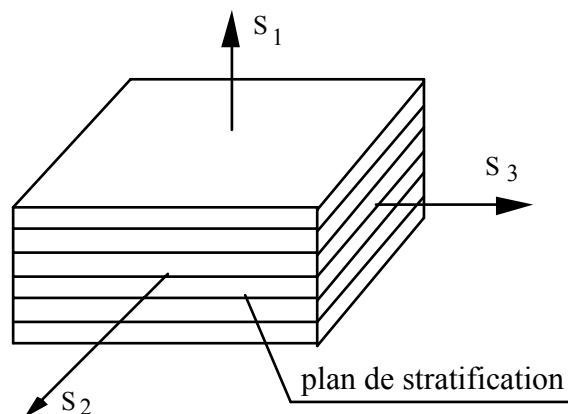


Figure 1.2. Définition du repère de structure

où E_1, E_2, E_3 sont les modules d'Young dans les directions S_1, S_2 et S_3 ; G_{23}, G_{31}, G_{12} sont les modules de cisaillement dans les plans $(S_2, S_3), (S_3, S_1), (S_1, S_2)$ respectivement. Ainsi, le coefficient de déformabilité $\frac{1}{G_{23}}$ caractérise la variation (γ_{23}) de l'angle droit entre S_2 et S_3 ,

effet de la cause qui est la contrainte de cisaillement dans le plan (S_2, S_3) . Le coefficient de Poisson, ν_{ij} , caractérise le raccourcissement ou l'allongement (effet) dans la direction (j) pour une traction ou une compression (cause) dans la direction (i).

La matrice des composantes du tenseur de souplesse (A) étant symétrique, il vient les relations suivantes :

$$\frac{\nu_{12}}{E_1} = \frac{\nu_{21}}{E_2} \quad ; \quad \frac{\nu_{13}}{E_1} = \frac{\nu_{31}}{E_3} \quad ; \quad \frac{\nu_{23}}{E_2} = \frac{\nu_{32}}{E_3} \quad (1.7)$$

Le matériau est alors caractérisé par 9 coefficients indépendants.

La formulation orthotrope a été utilisée dans la littérature (cf. Homand et al., 1993) pour caractériser la déformabilité de nombreuses roches telles que les charbons, les schistes, les ardoises, les gneiss, etc...

L'élasticité isotrope transverse (on dit également orthotrope de révolution) est caractérisée par des propriétés identiques pour tous les couples de directions symétriques par rapport à un axe. Pour un matériau isotrope transverse, seulement 5 constantes élastiques indépendantes sont nécessaires pour décrire la réponse mécanique. Si l'axe de révolution est repéré par S_1 (figure 1.2), le matériau est " isotrope " dans tous les plans (d'isotropie) de normale S_1 . Ainsi, en supposant, par exemple, que les paramètres élastiques indépendants sont $E_1, E_2, \nu_{12}, \nu_{23}$ et G_{12} , on a les égalités suivantes :

$E_3 = E_2$, mêmes modules d'Young dans les directions S_2 et S_3

$\nu_{13} = \nu_{12}$, mêmes contractions ou dilatations suivant S_2 et S_3 pour une traction ou une compression appliquée suivant S_1

$G_{31} = G_{12}$, mêmes modules de cisaillement dans les plans (S_1, S_2) et (S_3, S_1)

$G_{23} = \frac{E_2}{2(1 + \nu_{23})}$, module de cisaillement autour de S_1 , c'est-à-dire dans le plan (S_2, S_3)

On notera en outre que dans le ca de l'isotropie transverse l'équation (1.7) se réduit à :

$$\nu_{21} = \nu_{31} = \nu_{12} \frac{E_2}{E_1} \quad (1.8)$$

La formulation isotrope transverse a été utilisée en mécanique des roches pour caractériser la déformabilité de schistes, argilites, ardoises, et des basaltes (Cuxac, 1991), (Hammade, 1992), (Niandou, 1994). Pour des telles roches, le plan d'isotropie transverse est supposé parallèle aux plans de foliation, de schistosité ou de litage.

1.1.2 Comportement élastoplastique :

La plasticité des matériaux est caractérisée par la présence de déformations après suppression du chargement mécanique qui leur est appliqué. Une illustration de cette classe de comportement est schématisée dans un contexte unidimensionnel sur la figure 1.3 représentant la courbe contrainte-déformations. Dans une première phase de la courbe, on note un régime élastique (réversible) : un déchargement avant le seuil σ_e (seuil de plasticité), conduit à l'état initial de la roche. Si un déchargement complet est réalisé après ce seuil, on observe des déformations dites plastiques.

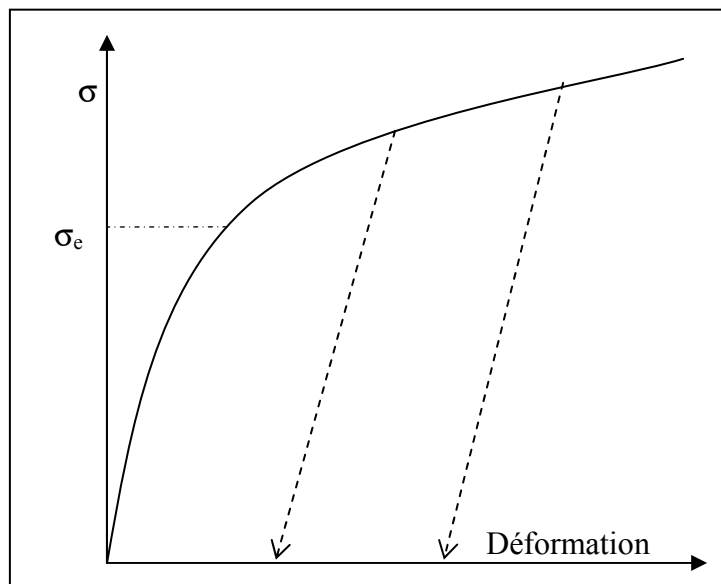


Figure 1.3. Illustration de comportement plastique.

La partie de la courbe après σ_e est dite plastique. Dans ce régime, si les déformations plastiques augmentent sans que la contrainte change de valeur, on parle de plasticité parfaite.

Si par contre, les déformations augmentent avec un accroissement du niveau des contraintes, le matériau est dit écrouissable, et à écrouissage positif (comme c'est le cas sur la figure 1.3) ; le matériau est dit radoucissant ou à écrouissage négatif si les contraintes diminuent à partir d'un certain niveau de déformations.

1.2 Eléments pour la modélisation de la plasticité des roches

1.2.1 Généralités :

L'établissement d'une loi de comportement élastoplastique requiert la connaissance de :

a- des paramètres élastiques : comme nous l'avons vu, ces paramètres, au nombre de 2, caractérisent le comportement élastique du matériau et par conséquent la partie élastique de la courbe contrainte déformation.

b-la surface de charge : elle détermine la frontière entre le domaine élastique et le domaine plastique du matériau. En général, cette surface de charge est définie par une fonction F de l'état de contrainte représenté par ses composantes (σ_{ij}) et satisfaisant les conditions suivantes :

$F(\sigma_{ij}) < 0$ correspond à l'intérieur du domaine d'élasticité.

$F(\sigma_{ij}) = 0$ détermine la frontière entre le domaine élastique et plastique.

$F(\sigma_{ij}) > 0$ correspond à l'extérieur du domaine élastique.

Pour un matériau écrouissable, le domaine d'élasticité dépend de l'état d'écrouissage qui est représenté par une variable k introduite dans l'expression de la surface de charge sachant que l'état d'écrouissage n'évolue que lorsqu'il y a évolution de la déformation plastique.

c- la règle d'écrouissage :

L'écrouissage signifie la transformation de la surface de charge ou du domaine d'élasticité dans l'espace ; il existe principalement deux théories d'écrouissage :

- la théorie de l'écrouissage isotrope de Taylor et Quiney, qui fait dépendre l'écrouissage d'un paramètre scalaire unique. Le domaine d'élasticité se transforme par homothétie au fur et à mesure de l'écrouissage. Sur la figure 1.4 est présenté à titre d'exemple l'écrouissage isotrope se traduisant par l'évolution de la surface de charge dans l'espace de contraintes (p, q) .

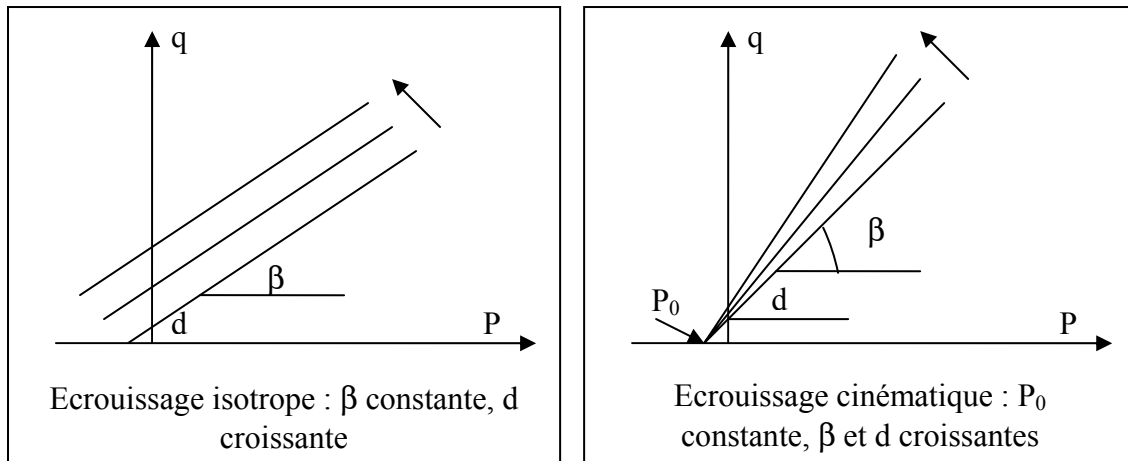


Figure 1.4. Présentation de l'érouissage isotrope.

- la théorie de l'érouissage cinématique de Prager, pour laquelle les frontières d'élasticité successives se déduisent de la frontière initiale par translation dans l'espace des contraintes. L'érouissage dépend alors d'un paramètre tensoriel.

d- le potentiel plastique :

La connaissance de la surface de charge et de la règle d'érouissage permettent de déterminer quand apparaissent les déformations plastiques ; mais elle ne suffit pas pour préciser comment s'effectuent ces déformations plastiques. Ceci amène à introduire la règle d'écoulement plastique ou le potentiel plastique (G) d'où l'on peut déduire les déformations plastiques :

$$d\varepsilon_{ij}^p = d\lambda \frac{\partial G}{\partial \sigma_{ij}}, \quad d\lambda > 0 \quad (1.9)$$

où :

$d\varepsilon_{ij}^p$ représente les composantes du tenseur incrément de déformations plastiques.

$d\lambda$ est un multiplicateur scalaire, positif.

On se propose dans ce qui suit de décrire brièvement quelques modèles élastoplastique, généralement considérés en mécanique des roches.

1.2.2 Modèle de Mohr Coulomb :

La fonction de charge pour ce modèle (cf. par exemple (Hicher et Shao, 2008), (Homand et Duffaut, 2000), (Mestat, 2002)) s'écrit, dans l'espace des contraintes principales, sous la forme :

$$f(\sigma_1, \sigma_2) = \sigma_1 - \sigma_2 - (\sigma_1 + \sigma_2) \sin \phi - 2.C. \cos \phi = 0 \quad (1.10)$$

Cette fonction est représentée dans l'espace des contraintes par une pyramide avec un coin sur l'axe hydrostatique. En utilisant l'angle de Lode θ (qui introduit indirectement l'effet du 3^e invariant), cette fonction peut s'écrire :

$$f(q, p) = q \left(\cos \theta \frac{\sin \theta \cdot \sin \phi}{\sqrt{3}} \right) + p \cdot \sin \phi - C \cdot \cos \phi = 0 \quad (1.11)$$

ϕ est l'angle de frottement interne du matériau tandis que C est sa cohésion.

Pour rendre compte de la dilatation plastique des géomatériaux, le potentiel plastique est généralement choisi sous la forme suivante :

$$g(\sigma_1, \sigma_2) = \sigma_1 - \sigma_2 - (\sigma_1 + \sigma_2) \sin \psi \quad (1.12)$$

où ψ , représentée sur la figure 1.5, est l'angle de dilatance.

Le modèle du Mohr-Coulomb peut être écrit grâce à la connaissance de la droite enveloppe :

$$\tau = \sigma_n \cdot \tan(\phi) \quad (1.13)$$

avec τ le cisaillement et σ_n est la contrainte normale correspondant à un plan de normale n donnée. Cette expression traduit le fait que l'écoulement plastique sur une facette quelconque ne peut avoir lieu que si la force motrice (τ) atteint la force stabilisante ($\sigma_n \cdot \tan(\phi)$).

Le modèle élastoplastique de base de Mohr-Coulomb est sans écrouissage : on entre donc dans un régime de plasticité parfaite une fois le critère atteint. Néanmoins un écrouissage plastique peut être décrit en utilisant par exemple un angle de frottement variable. Sur la figure 1.5 nous schématisons ce modèle à l'aide d'une contrainte-déformation.

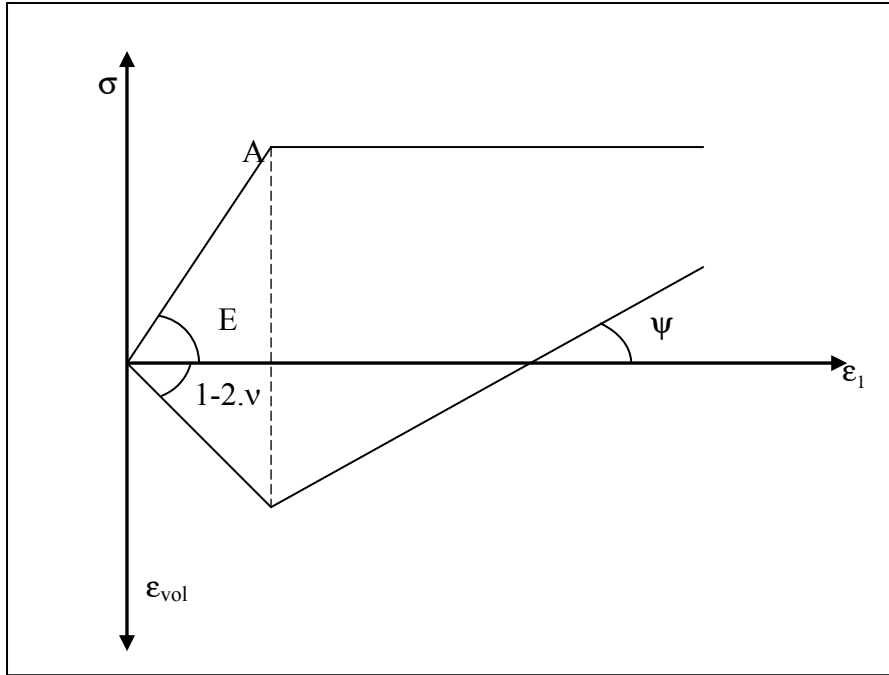


Figure 1.5. Le modèle du Mohr-Coulomb dans le plan contrainte-déformation

1.2.3 Modèle de Drucker-Prager :

Le modèle de Drucker-Prager (cf. par exemple (Drucker et al., 1957), (Hicher et Shao, 2008), (Mestat, 2002)) se caractérise par une élasticité linéaire isotrope de type Hooke (E, ν) (comme d'ailleurs le modèle de Mohr-Coulomb) et un critère de plasticité dépendant du premier invariant du tenseur de contrainte. La surface de charge a ainsi la forme suivante :

$$f(\underline{\sigma}) \equiv \sqrt{J_2} - \alpha.p - k_0 = 0 \quad (1.14)$$

J_2 est le deuxième invariant du déviateur du tenseur de contrainte.

Par analogie, on prend généralement le potentiel plastique sous la forme :

$$f(\underline{\sigma}) \equiv \sqrt{J_2} - \beta.p \quad (1.15)$$

Dans le cas du modèle de Drucker-Prager sans écrouissage, le paramètre k_0 est de manière évidente une constante.

Dans l'espace des contraintes principales, ce modèle est représenté par un cône tangent à la

pyramide de Mohr-Coulomb. Il existe ainsi une relation directe entre les paramètres de ce modèle et ceux du modèle de Mohr-Coulomb :

$$\alpha = \frac{2}{\sqrt{3}} \cdot \frac{\sin \phi}{3 - \sin \phi} \qquad k_0 = 2\sqrt{3} \frac{C \cdot \cos \phi}{3 - \sin \phi} \qquad (1.16)$$

Dans le cas d'un modèle avec écouissage isotrope, le paramètre k_0 est variable (fonction de la variable d'écrouissage); la fonction de charge s'écrit alors :

$$f(\underline{\sigma}, k) \equiv \sqrt{J_2} - \alpha \cdot \text{tr}(\underline{\sigma}) - k(\underline{\varepsilon}^p) = 0 \qquad (1.17)$$

Dans ce cas, la pente de la fonction de charge ne varie pas dans la représentation du modèle dans le plan (p, q).

Sur la figure 1.6 est schématisé le modèle (courbe contrainte-déformation) où nous avons deux droites qui se croisent au seuil de plasticité initiale. Les effets de dilatance y sont également représentés.

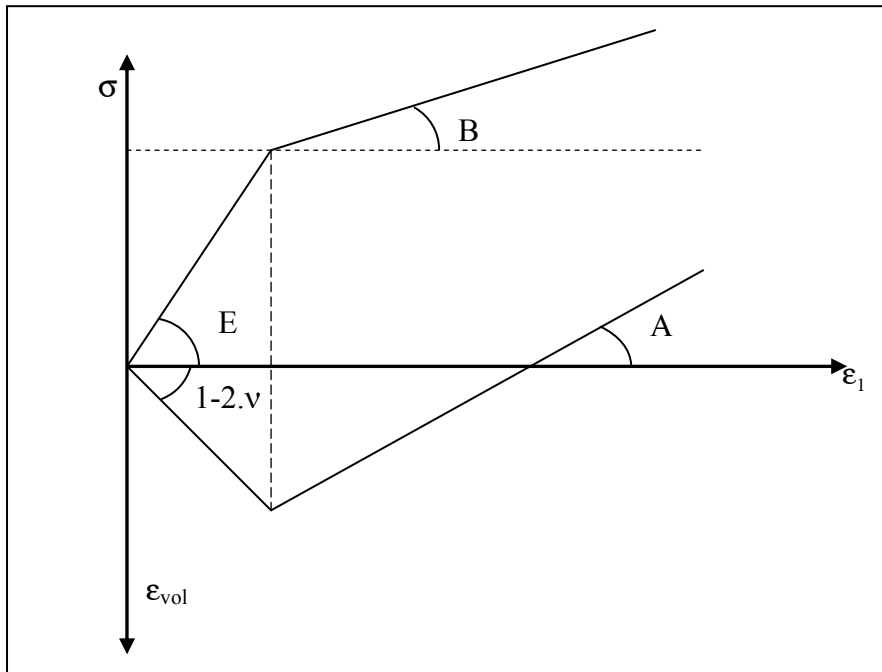


Figure 1.6. Illustration du modèle de Drucker-Prager élastoplastique avec écouissage dans le plan contrainte-déformation.

Ce modèle est simple à implanter dans des codes de calculs numériques, il sera utilisé au chapitre 5 pour modéliser l'essai d'indentation élastoplastique.

1.3 Endommagement des roches : caractérisation

L'importance de la microfissuration (préexistante ou induite par les sollicitations) dans l'interprétation du comportement mécanique macroscopique des roches fragiles (granite, grès, etc..) est largement reconnue dans la littérature (cf. par exemple Gueguen et Palciauska (1992)). La conséquence directe de cette microfissuration est la dégradation des propriétés mécaniques (en particulier les propriétés élastiques) des roches considérées. Le premier volet de ce chapitre est consacré à la caractérisation et la mesure de l'endommagement fragile des roches. Les mécanismes physiques de détérioration des roches étant essentiellement dues à l'existence et la croissance de microfissures, les processus en cause sont beaucoup moins intuitifs qu'en plasticité (leur conséquence ne se manifestant pas seulement en termes de déformations inélastiques) ; ils mettent essentiellement en jeu des phénomènes liés à l'apparition de nouvelles surfaces de discontinuités dans les roches ; cette vision permet une interprétation rationnelle des données disponibles sur des roches quasi fragiles. A titre d'illustration, seront présentées quelques données expérimentales sur le comportement en traction uniaxiale d'un grès. En raison des applications envisagées dans les chapitres qui suivent, le cas plus délicat de l'endommagement anisotrope (cf. par exemple (Khazraie, 1995 ; Gatelier, 2001) ne sera pas abordé dans le mémoire. De même, le formalisme thermodynamique des lois de comportement couplant élasticité et endommagement n'est pas exposé. Le lecteur intéressé par cet aspect peut se référer à l'ouvrage de Lemaitre et Chaboche (1985).

1.3.1 Caractérisation de l'endommagement en traction du grès de Fontainebleau : mesures extensométriques

1.3.1.1 Introduction

Les études présentées dans cette section sont en partie inspirées des recherches expérimentales dont plusieurs ont été réalisées au Laboratoire de Mécanique de Lille sur l'endommagement des roches dans le cadre de différentes thèses (Ikogou, 1990 ; de Sayehi, 1992 ; Haied, 1995 ; Khazraie, 1995). On se place délibérément à l'échelle macroscopique et on adopte une démarche classique visant à relier l'état de dégradation interne du matériau à la modification de ces propriétés élastiques (cf. Lemaitre et Chaboche, 1985). Il s'agit de

déterminer la valeur d'une variable de dégradation d (variable interne dans le formalisme thermodynamique à venir), par l'intermédiaire d'une ou plusieurs grandeurs physiques attachées à l'état d'intégrité physique du matériau (modules élastiques, vitesses de propagation, perméabilité, propriétés électriques etc..). On se restreint dans ce chapitre aux mesures de modules de déformations par extensométrie classique et aux mesures acoustiques (vitesses de propagation d'ondes ultrasonores), praticables dans de nombreux laboratoires de Mécanique des roches. Pour être complet, notons simplement que les mesures de perméabilité in situ peuvent s'avérer aussi très utiles pour la caractérisation des zones endommagées dans les massifs rocheux. Le développement de ces outils de caractérisation in situ de l'endommagement ainsi que l'interprétation des données in situ constituent d'ailleurs un enjeu actuel très important en géomécanique.

Dans le contexte de l'endommagement des matériaux métalliques, Lemaitre et Dufailly (1987) ont été les premiers à suggérer et comparer un certain nombre de méthodes expérimentales pour la mesure en laboratoire de l'endommagement : observations directes (microphotographies), mesures de la microdureté, mesures électriques, acoustiques ou encore extensométriques etc... Selon cette étude, les mesures de microdureté, les méthodes acoustiques et les méthodes extensométriques semblent fournir d'excellents résultats. C'est ce qui justifie sans doute la mise en œuvre dans de nombreux laboratoires des méthodes acoustiques et extensométriques pour l'étude de l'endommagement en traction des roches. Le matériau d'étude que nous examinons ici est un grès de Fontainebleau (cf. Sayehi (1992)) dont la porosité moyenne est de 10%. L'échantillon est soumis à la traction uniaxiale par collage de têtes en acier. On notera que des données existent également sur des granites (cf. Homand (2002)).

1.3.1.2 Mesures extensométriques :

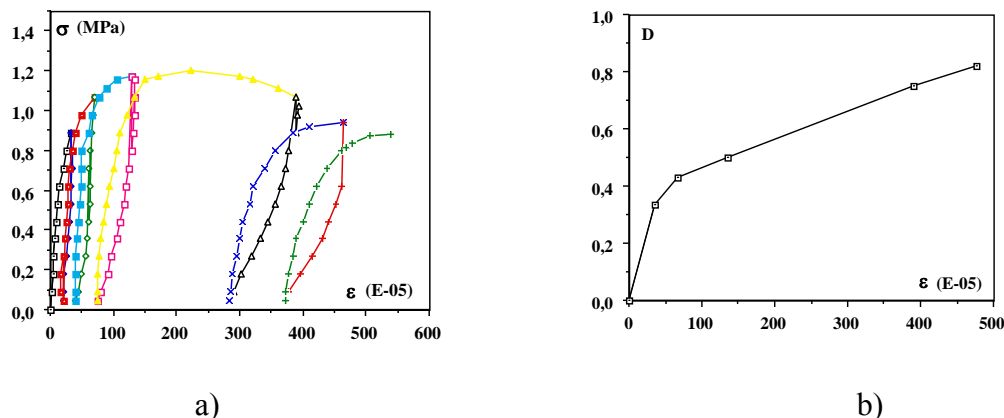
Il convient d'abord de rappeler que la mécanique de l'endommagement est fondée essentiellement sur l'introduction d'un concept de dommage scalaire d (la notion de variable scalaire d'endommagement été initialement introduite par Kachanov (1958)). Outre cette notion, Rabotnov (1969) a ensuite introduit le concept de contrainte effective $\tilde{\sigma} = \frac{\sigma}{1-d}$, où σ est la contrainte uniaxiale au sens usuel ; cette notion a été généralisée plus tard au cas

tridimensionnel par Lemaitre et Chaboche (1978). Ces auteurs introduisent une hypothèse d'équivalence en déformation (entre le matériau sain soumis à la contrainte effective et le matériau endommagé soumis à la contrainte usuelle). Celle-ci se révèle féconde puisqu'elle aboutit à une relation simple entre l'endommagement et le module d'élasticité du matériau (cf. également Lemaitre et Chaboche, 1985) :

$$d = 1 - E / E_0 \quad (4.1)$$

E_0 représente le module d'élasticité initial et E le module du matériau à un niveau de déformation donné. On dispose ainsi d'une procédure, a priori simple, pour l'évaluation expérimentale du dommage au cours d'une sollicitation. Pour cela, il suffit d'effectuer des cycles de chargement - déchargement dont on pourra déduire les modules à la décharge. Toutefois, les méthodologies (extensométrie par exemple) qui en découlent nécessitent des mesures suffisamment soignées pour être précises et fournir des lois d'évolution fiables de l'endommagement. Un exemple de résultats est montré sur la figure 1.7; il concerne le grès sous sollicitation de traction. On observe un caractère progressif de l'endommagement du matériau, la variable d évoluant jusqu'à une valeur d'environ 0,8 à la fin de l'essai. On notera que l'existence de boucles conduit généralement à considérer plutôt des modules sécants obtenus à l'aide des deux points situés respectivement en fin du déchargement et au point d'intersection des courbes de déchargement et de rechargement.

Remarque : En raison de l'éventualité d'une localisation des déformations à l'approche de la rupture, le comportement post - pic est sujet à caution et doit être considéré avec précaution.



a) Exemple de courbe de traction cyclique b) Variation de D (par extensométrie) avec la déformation axiale (d'après Sayehi, 1992)

Figure 1.7. Endommagement en traction du grès de Fontainebleau

1.3.2 Caractérisation de l'endommagement du grès de Fontainebleau par mesures ultrasonores :

L'émission acoustique permet également de suivre l'évolution de la microfissuration et des roches. Parallèlement aux mesures extensométriques, on peut aussi mettre en œuvre des mesures en continu de vitesses de propagation d'ondes ultrasonores (Sayehi et al., 1990; Henry et Homand, 1990; Cuxac, 1991)¹. Ce type de mesures a été également utilisé par plusieurs auteurs pour l'endommagement du béton (Marigo, 1980; Berthaud, 1988) ou pour des composites (Audoin et Baste, 1994). Il repose sur la modification des vitesses d'ondes élastiques lorsque les propriétés élastiques du matériau se dégradent (voir p.ex. Lemaitre et Chaboche, 1985). Dans le cas de l'élasticité isotrope, les vitesses des ondes longitudinales (primaires) V_p et celle des ondes (secondaires transversales) V_s sont reliées aux modules élastiques (λ et μ sont les coefficients de Lamé) par (ρ étant la densité volumique de la roche, que l'on suppose connue) :

$$V_p = \sqrt{\frac{\lambda + \mu}{\rho}} \text{ et } V_s = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} \quad (4.2)$$

L'inversion des données de mesure de vitesses de propagation d'ondes, à chaque niveau de déformation, permet de déterminer λ et μ . L'endommagement peut être ainsi obtenu par comparaison des vitesses avec leurs valeurs initiales.

Principe des mesures acoustiques : Schématiquement, le dispositif de mesures est constitué d'un générateur, d'un oscilloscope, de transducteurs piézo-électriques et d'un ordinateur. L'impulsion envoyée par l'émetteur est délivrée par un générateur. Les signaux sont visualisés sur un oscilloscope numérique. Les capteurs classiquement utilisés sont des transducteurs d'environ 15 mm et 30 mm, avec des fréquences centrales de l'ordre de 1MHz - 0,5MHz. Le couplage, par contact direct est fait avec un couplant liquide qui permet le déplacement du transducteur. A l'aide du transducteur, qui est disposé sur la face opposée à l'émetteur, on mesure l'amplitude de l'impulsion transmise.

Après la mise en place du dispositif, on enregistre le signal suivant les étapes suivantes :

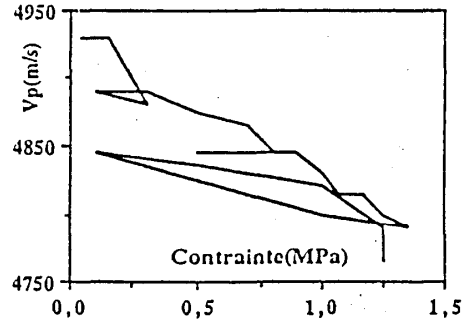
¹ Le LML et le LAEGO (Nancy) avaient réalisé par le passé un certain nombre d'études communes sur ce thème (Cuxac et Homand, 1992).

- un arrêt sur image du signal sur l'écran de l'oscilloscope numérique. Ce dernier est relié à un micro ordinateur muni d'un logiciel d'acquisition de données.

- les signaux enregistrés sont analysés pour calculer les vitesses de propagation moyennes par mesure de temps de vol Δt sur l'épaisseur de l'échantillon pour les ondes longitudinales et transversales.

Résultats : Pour le grès de Fontainebleau dont l'étude est présentée ici, les vitesses initiales pour les ondes de compression V_p et les ondes de cisaillement V_s sont respectivement $V_p = 4920 \text{ ms}^{-1}$ et $V_s = 3070 \text{ ms}^{-1}$. Les variations obtenues au cours de l'essai indiquent des évolutions sensibles des vitesses d'ondes, ce qui permet un suivi qualitatif de l'endommagement. Ces données ont également permis de mettre en évidence des irréversibilités dues à l'endommagement (voir figure 1.8). On remarque l'existence d'importantes boucles d'hystérésis, notamment à l'approche du pic de contraintes. En revanche, les valeurs mesurées pour l'endommagement sont faibles, comparativement à celles données par les mesures de déformations (extensométriques) précédemment présentées. De plus, il a été observé au cours des essais que la plupart des signaux deviennent inexploitable pour des valeurs élevées de déformations². Il semble donc, tout au moins pour le grès étudié, que les mesures de vitesses d'ondes doivent être limitées aux faibles niveaux d'endommagement ou alors être conduites avec des précautions particulières (p.ex. banc ultrasonore avec cuve à eau et lame mince de matériau (Berthaud, 1991). Toutefois, au vu du savoir faire acquis sur d'autres matériaux (composites notamment), il existe aujourd'hui des compétences réelles dans ce domaine de mesures non destructives et de suivi d'endommagement par ultrasons (cf. travaux de Audoin et Baste, 1994). L'intérêt de ces techniques avancées de mesures acoustiques réside dans la possibilité de fournir l'évolution des différentes composantes du tenseur d'élasticité anisotrope au cours du processus d'endommagement. Mais ces aspects ne sont volontairement pas abordés ici.

² Les calculs d'atténuation du signal permettent un contrôle plus fin, le facteur de qualité se révélant très sensible dans les premières phases de la mésolfissuration.



Evolution de la vitesse d'onde V_p au cours des premiers cycles de chargement - déchargement.

Figure 1.8 Evolution de V_p au cours des cycles de chargement - déchargement - rechargement.

1.3.3 Autres types d'endommagement du grès de Fontainebleau :

Outre l'endommagement d'origine mécanique, on trouve dans la littérature différentes origines d'endommagement : thermiques, chimiques, etc. L'endommagement de nature chimique est un mécanisme essentiel à prendre en compte pour l'interaction entre le squelette solide des roches et les fluides les saturant. Une réaction chimique peut affecter la rigidité et attaquer la structure interne de la roche, qui peut décomposer et dissoudre des minéraux quand ils viennent en contact avec le fluide. L'endommagement ainsi produit peut être de nature isotrope ou anisotrope. Dans le cadre de nos travaux de thèse, nous nous sommes plus intéressés à un processus de dégradation d'origine thermique, dont l'un des avantages est de préserver l'isotropie de la microfissuration.

En effet, l'endommagement par une sollicitation thermique permet en général d'avoir une microfissuration homogène et isotrope dans le matériau. Comme nous le verrons par la suite, la sollicitation thermique a consisté en un échauffement du matériau au four normal ou dans un four micro - ondes et, éventuellement un refroidissement des échantillons avant certains tests mécaniques. La caractérisation de l'endommagement passe par l'évaluation des caractéristiques élastiques de la roche étudiée en fonction de la température et/ou de la durée et du nombre de cycles d'échauffement. On soulignera dès à présent que le processus d'endommagement thermique entraîne généralement la formation de microfissures intergranulaires.

Chapitre 2

Présentation de l'essai d'indentation

Nous pouvons classer les essais en mécanique de roches d'un point de vue d'échelle en trois types d'essais. Les essais macroscopiques où la taille de l'échantillon varie jusqu'à plusieurs centimètres (essais triaxial, fatigue,...), les essais à plus petite échelle (microscopique) qui concernent notre machine d'essai MICROPE. Enfin, on mentionnera les essais nanoscopiques destinés à la mesure des déplacements et des efforts à l'échelle du nanomètre.

Le test d'indentation ne nécessite qu'un petit volume de roche (de l'ordre de quelques millimètres). Par conséquent, nous n'avons besoin que d'une petite quantité de roche pour pouvoir réaliser plusieurs tests, ce qui constitue une solution intéressante au problème d'échantillonnage. En effet, dans de nombreux domaines, par exemple le génie pétrolier, il n'est pas toujours facile de préparer des échantillons pour des tests traditionnels pour lesquels la taille des échantillons est de l'ordre de quelques centimètres. Par exemple, l'échantillon standard en géomécanique pour un test de compression simple est cylindrique, avec un diamètre de 37mm et une hauteur de 74mm.

Dans ce chapitre nous présentons d'abord une synthèse bibliographique de l'essai d'indentation, puis nous présentons le système expérimental d'indentation (MICROPE) utilisé au Laboratoire de Mécanique de Lille. Nous insisterons sur l'importance de l'étalonnage de la machine et de la préparation des échantillons, en particulier pour les tests sur des cuttings pétroliers. Nous présenterons également quelques types des tests réalisés à l'aide de la machine MICROPE ainsi que la méthode de dépouillement du test de micro indentation dans le contexte d'un matériau élastique linéaire homogène et isotrope. Une validation numérique par éléments finis de ce test est présentée. Enfin, nous concluons ce chapitre par une application du test d'indentation sur une roche isotrope (le grès), l'objectif visé étant d'évaluer l'influence d'une microfissuration isotrope sur les propriétés mécaniques de ce grès.

2.1 Synthèse bibliographique

L'essai d'indentation consiste à appliquer une charge à l'aide d'un indenteur (de géométrie connue) sur un spécimen de la roche étudiée. En représentant la charge appliquée en fonction du déplacement mesuré, on obtient la courbe d'indentation qui permet, par différents types de dépouillement, de déduire les propriétés mécaniques du matériau testé.

Les applications de ce test sont nombreuses et concernent en particulier l'identification de paramètres (caractéristiques mécaniques) liés aux divers comportements mécaniques tels que l'élasticité, l'élasto-plasticité, la viscoélasticité et l'élasto-viscoplasticité (cf. par exemple

Lemaitre et Chaboche, 1985). Tous les types de matériaux tels que les roches, les métaux, les alliages, les polymères et les céramiques sont concernés.

Depuis quelque années la méthode d'indentation a connu de nombreux développements, grâce notamment : i) aux progrès technologiques dans la fabrication des machines permettant des mesures de grande précision avec des faibles charges (de l'ordre du nano newton) et des petits déplacements (de l'ordre du nanomètre) ; ii) aux développements de modèles de dépouillement permettant la détermination des propriétés mécaniques, ceci en particulier dans le contexte de matériaux anisotropes. Les études d'indentation disponibles dans la littérature peuvent être classées en trois catégories déterminées par :

- 1- la technologie utilisée pour les mesures des efforts et des déplacements.
- 2- les formes et les géométries d'indenteur.
- 3- les méthodes de dépouillement utilisées pour déterminer les paramètres recherchés.

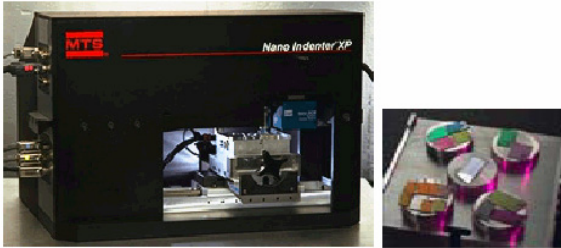
Technologie utilisée pour les mesures des efforts et des déplacements :

Comme nous l'avons signalé auparavant, différentes technologies (cf. figure 2.1) peuvent être utilisées pour la génération de l'effort d'indentation ainsi que la mesure de la profondeur de pénétration. La génération de l'effort d'indentation peut être :

- du type électromagnétique (comme c'est le cas pour la machine MTS ou la nano-indentation XP), qui autorise une grande profondeur d'enfoncement,
- ou du type électrostatique (comme la machine CSIRO- UMIS), qui permet d'obtenir une grande stabilité thermique mais des performances limitées,
- ou du type d'intégration d'un actuateur piézoélectrique avec une résolution sub-nanométrique (comme la machine CSM-NHT ou HYSITRON-TRIBOSCOPE).

Dans les deux premiers cas, la mesure de l'effort est intégrée au système de génération (mesure de courant), alors que dans le cas de l'actuateur piézoélectrique, il est nécessaire d'utiliser un système de mesure de force indépendant (capteur d'effort (CSM-NHT) ou lame Cantilever instrumentée (HYSITRON-TRIBOSCOPE)).

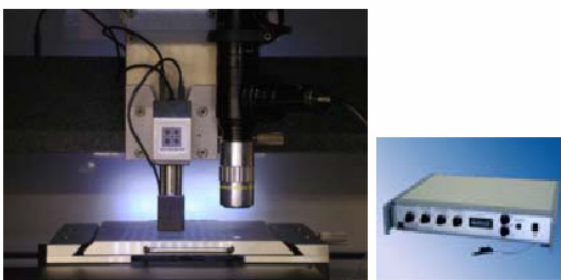
◆ MTS_Nano-Indenter XP



◆ CSIRO_UMIS (Ultra-Micro-Indentation System)



◆ Hysitron_Triboscope



◆ CSM_NHT (Nano-Hardness Tester)



Figure 2.1. Différentes catégories de technologie de micro indentation

Les méthodes de mesures de déplacement sont :

- soit par LVDT (Linear Variable Differential Transducer) avec une faible résolution (Hysitron-Triboscope)
- soit par méthode laser (CSM-NHT), avec une résolution inférieure à 1 \AA .
- Soit par méthode optique (CSIRO-UMIS), avec une résolution inférieure à 1 \AA .
- soit par capteur différentiel capacitif (MTS), avec une résolution inférieure à 1 \AA et une petite étendue de mesure.

Formes et géométries d'indenteur

On trouve principalement les types d'indenteur suivants (cf. figure 2.2) : les indenteurs plats, pyramidaux, coniques ou sphériques. Les trois derniers types sont les plus souvent utilisés pour les métaux. Pour les indenteurs pyramidaux, il convient de mentionner l'indenteur Vickers et l'indenteur Berkovich.

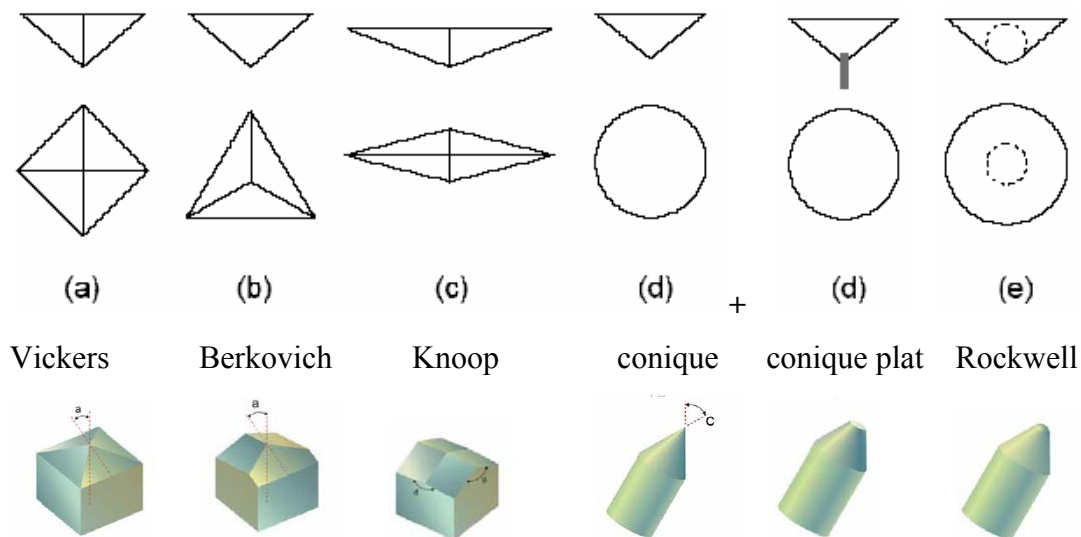


Figure 2.2. Différentes géométrie d'indenteur

Méthodes de dépouillement

La méthode de dépouillement de la courbe d'indentation est très importante pour pouvoir déterminer de manière précise les caractéristiques mécaniques des matériaux. On notera qu'une géométrie différente de l'indenteur conduit à des courbes différentes à interpréter.

Généralement pour les roches on utilise un indenteur plat, car la surface de contact reste fixe et est très facile à calculer. La résolution du problème d'indentation revient à celle du problème du contact entre un corps rigide d'une forme quelconque et un milieu semi infini. L'un des premiers à s'intéresser à ce problème était Hertz qui a en 1881 étudié le problème du contact et a déterminé une expression approchée du champ de contrainte sous un corps rigide en contact avec un milieu semi infini isotrope (voir Love, 1944)

Boussinesq, qui s'est également intéressé à ce problème, a donné la solution analytique en 1885 pour un indenteur circulaire plat rigide sur un milieu isotrope semi infini (figure 2.3). Il a notamment établi la relation entre la pente de la courbe d'indentation (charge, décharge-enfoncement) et les paramètres élastique du milieu :

$$-dP/de = (E.D) / (1-\nu^2) \quad (2.1)$$

avec P la force appliquée, e l'enfoncement mesuré, E module de Young, ν coefficient de poisson, et D le diamètre de l'indenteur.

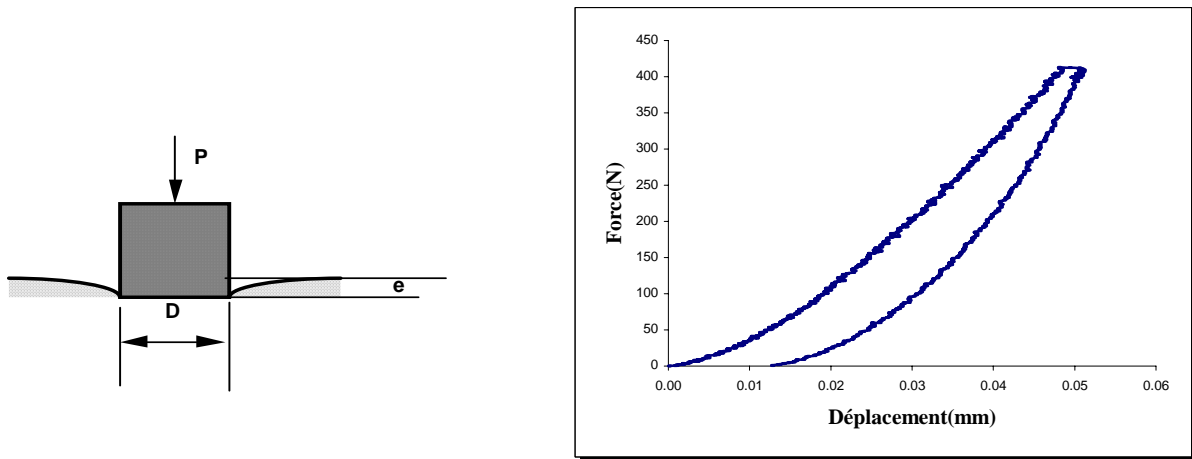


Figure 2.3. Principe de micro indentation et la courbe d'indentation

La relation (2.1) est exclusivement justifiée pour un indenteur circulaire plat et ne peut pas être appliquée à d'autres formes d'indenteur. La solution complète pour un milieu élastique linéaire isotrope a été donnée par Sneddon (1965) en partant de la solution de Bulyshev et al., (1975). Sneddon a notamment établi une relation universelle du problème d'indentation. Cette relation permet d'exprimer la pente de la courbe (dP/de) en fonction du module d'indentation (M) du matériau testé et de l'aire de contact (A qui dépend de la géométrie de l'indenteur) :

$$\frac{dP}{de} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} M \sqrt{A} \quad (2.2)$$

Il vient, de manière immédiate que la solution de Boussinesq (2.1) correspond au cas particulier où :

$$M = \frac{E}{1-\nu^2} \text{ (milieu isotrope) et } \sqrt{A} = \frac{D \cdot \sqrt{\pi}}{2} \text{ (indenteur circulaire et plat)} \quad (2.3)$$

2.2 Présentation de la machine MICROPE et dépouillement isotrope

2.2.1 Principe de base

Le système de micro-indentation MICROPE permet d'effectuer des tests d'indentation afin de déterminer les caractéristiques de l'échantillon de roche testé. Différents diamètres de

l'indenteur circulaire plat (4, 2, 1, 0.7, 0.5, 0.2 et 0.1 mm) peuvent être installés en quelques secondes sur la machine. Le système MICROPE est simple d'utilisation, l'ensemble du processus du test est entièrement automatique et très rapide : un test complet d'indentation, l'acquisition des graphiques, le traitement statistique et l'enregistrement des données ne prennent que quelques minutes. L'appareil se compose d'une cellule de chargement, d'un coffret de contrôle (interface électrique) et d'un micro-ordinateur du type PC (photo 2.1, et figure 2.4).

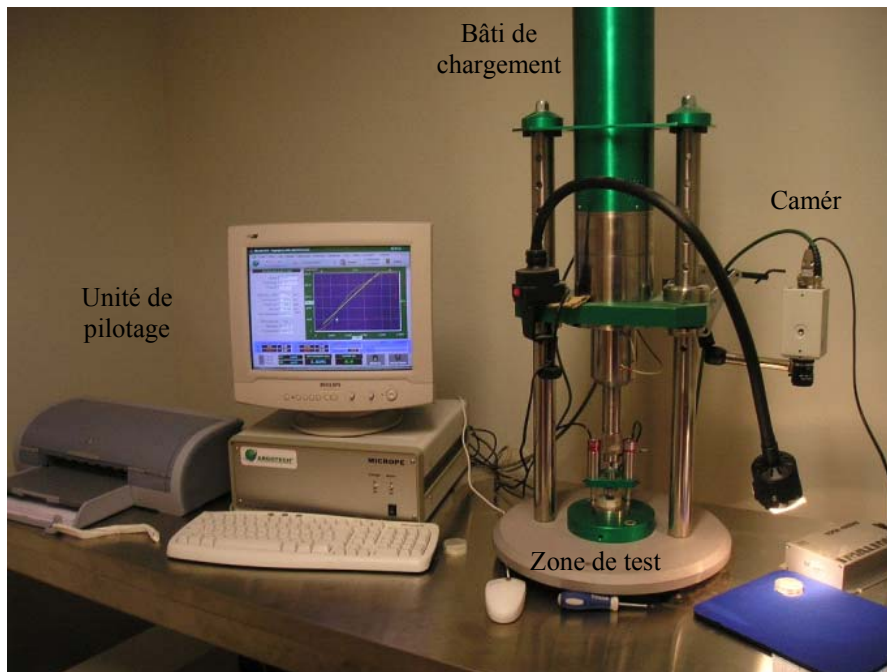


Photo 2.1. Système expérimental MICROPE

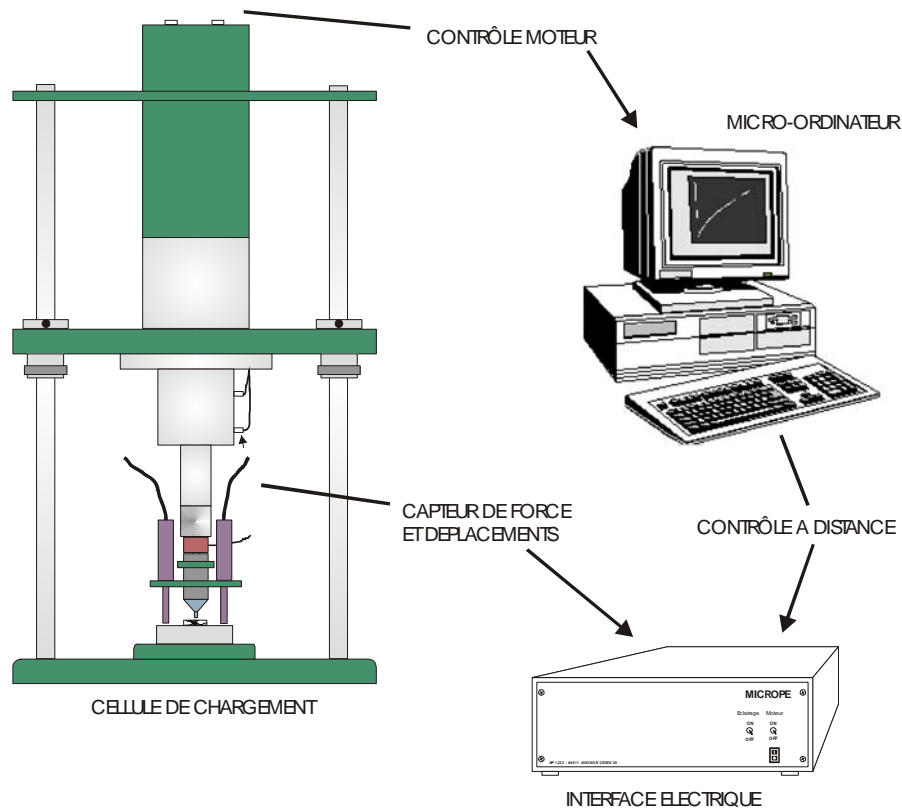


Figure 2.4. Principaux éléments du système MICROPE

2.2.2 Fonctionnement

Le bâti de chargement adopte le principe du piston mobile fixé à une vis-à-billes entraînée en rotation par un moto-réducteur. L'association au moteur d'un ensemble : réducteur à jeu réduit + vis-à-billes à très grande raideur (billes précontraintes) permet d'obtenir un jeu mécanique quasi-nul, ainsi qu'une rigidité globale maximale du mécanisme de chargement.

De plus, le rapport de transmission très important du réducteur associé à l'utilisation d'un variateur de grande précision (appareil qui contrôle la vitesse de rotation du moteur) autorise une vitesse de chargement très faible ($1 \mu\text{m}/\text{min}$) et très précise.

Seule la rigidité du capteur de force est non nulle d'une façon naturelle (le principe d'un capteur de force est basé sur la mesure de sa propre déformation), mais elle est transparente par le fait que le LVDT soit fixé directement sur le support de l'indenteur.

Les signaux issus des deux capteurs de déplacement du piston et d'effort normal sont amplifiés puis transformés en signaux numériques ; les données sont transférées à l'ordinateur via deux liaisons de type communication numérique.

L'appareil de micro-indentation est inutilisable sans le micro-ordinateur, car il est piloté par le

logiciel MICROPE 3.0 qui commande l'alimentation du coffret électrique: allumage au lancement du logiciel, et extinction à sa fermeture.

Ce logiciel, MICROPE 3.0, fonctionne sous environnement Windows 2000 et permet de:

- définir les paramètres de configuration de l'essai: test de chargement et/ou de déchargement, charge maximale, déplacement maximum de l'indenteur, vitesse de chargement;
- afficher en temps réel à l'écran la courbe Contrainte-Déplacement pour un indenteur plat (ou la courbe Effort-Déplacement pour un indenteur sphériques);
- déterminer automatiquement la valeur crête et la pente de la courbe dans une fenêtre définie manuellement par l'opérateur à l'aide de la souris (ajustement de la position de 2 curseurs);
- effectuer des calculs statistiques à partir de la valeur de la pente de chaque courbe, afin d'apporter une aide à l'analyse de l'essai en cours;
- créer une base de données avec les paramètres de définition de l'essai, les résultats (valeur crête, pente des courbes) et les résultats des calculs statistiques;
- enregistrer les résultats des tests dans un fichier sous format XLS et la base de données dans un fichier sous format ASCII.

2.2.3 Types de tests réalisés

L'essai de micro indentation consiste donc à enfoncer un indenteur (plat de diamètre D dans notre cas) dans le matériau à tester et à mesurer l'enfoncement e en fonction de la charge appliquée P (Figure. 2.3). Le test de micro indentation présente une courbe charge (décharge) – enfoncement avec une double courbure (Figure. 2.5).

Cette courbe expérimentale présente 4 zones : une zone A où les déplacements restent petits et une zone B où la force augmente moins rapidement avec le déplacement, ou reste constante (c'est le cas des matériaux plastiques) ou diminue après passage par un pic (cas des matériaux fragiles). La zone A est dite zone élastique (E), la zone B est dénommée zone plastique (P). La limite entre ces 2 est caractérisée par le paramètre R désignant la valeur de la pression limite (cf. Giroud, 1973). On notera l'intérêt de réaliser durant l'essai une phase de relaxation où le déplacement reste fixe (partie C de la courbe). Enfin la zone D correspond au déchargement de l'échantillon (cf. Henry, 2004).

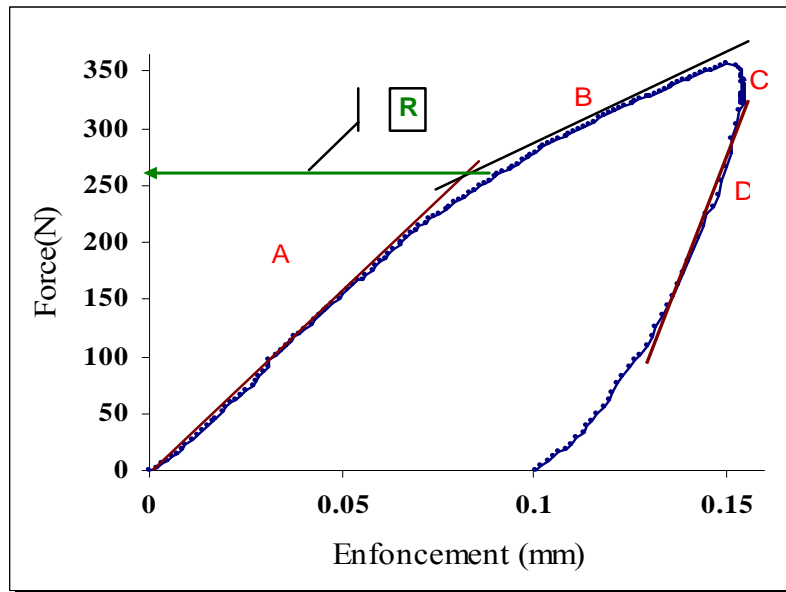


Figure 2.5. Courbe expérimentale obtenue par micro indentation de l'argilite de Clearwater.

- Test élastique : détermination des pentes $E_c(E)$ et $E_d(E)$

Ce test se caractérise par un déchargement dans la zone élastique ; la force maximale appliquée est donc inférieure à R. Il sera utilisé pour caractériser l'élasticité du matériau. Afin d'éviter de trop perturber la microstructure, il est nécessaire d'avoir un sous-test pour déterminer la limite de chargement ou R ce qui correspond à la zone A (figure 2.5). Dans cette zone on procède à un essai de chargement – déchargement : le déchargement est effectué après une relaxation pour « effacer » les perturbations liées à la viscosité du matériau sur la caractérisation du module d'Young. La figure 2.6 représente ce test « élastique ».

A partir de la zone linéaire de la courbe de chargement on peut mesurer une pente de chargement élastique $B_c(E)$ et à partir du début de la courbe de déchargement (zone linéaire) une pente déchargement élastique $B_d(E)$. A partir de la pente $B_d(E)$ nous pouvons calculer un module d'élasticité dépoillement isotrope) $E_d(E)$ et à partir de la pente $B_c(E)$ nous pouvons calculer un module $E_c(E)$. Pour un matériau parfaitement élastique on pourrait postuler obtenir $B_c(E) = B_d(E)$ et par conséquent nous avons $E_c(E) = E_d(E)$; Ceci n'est pas tout à fait exact, car sous les bords du poinçon rigide se développe très localement de la plasticité, ce qui a un effet sur les pentes mesurées.

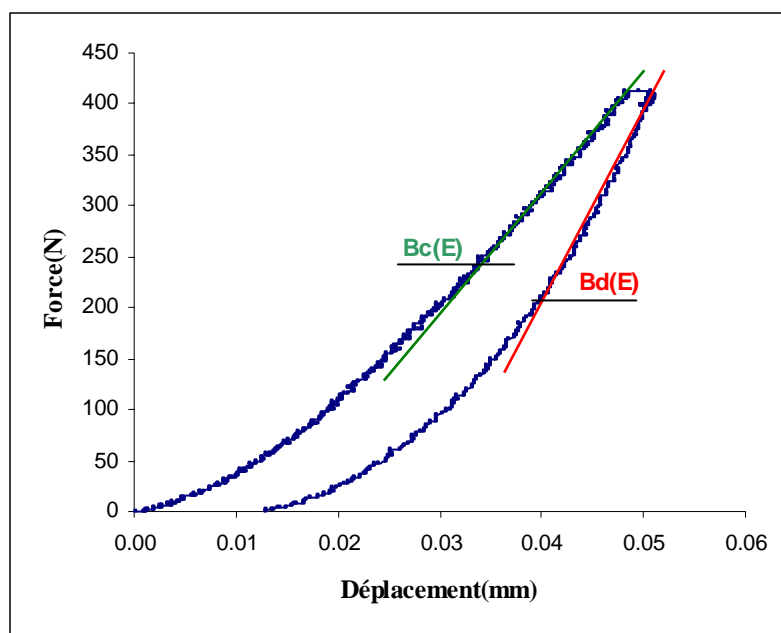


Figure 2.6: Définition du test « Elastique » du grès de Fontainebleau.

- Test plastique : détermination de $E_c(P)$, $E_d(P)$, R et Tr

Ce test est très important car pour réaliser des tests élastique d'indentation : il importe de déterminer le paramètre R qui fournit la limite pour les tests élastiques. Nous avons aussi besoin de R pour calculer les paramètres de rupture (cf. chapitre 4). Enfin, comme l'indique son nom, nous utiliserons ce test pour identifier les paramètres des modèles de plasticité de la roche.

Pour réaliser ce test dit plastique (P), il faut effectuer un essai dans la zone B, définie précédemment (Figure. 2.5). C'est également un essai de chargement – déchargement avec une relaxation avant déchargement. Comme précédemment, on peut définir des pentes de chargement (indice c) et de déchargement (indice d) qui conduiront aux modules $E_c(P)$ et $E_d(P)$. Un contrôle du test consiste à vérifier que $E_c(E) = E_c(P)$. La différence de valeur pour $E_d(E)$ et $E_d(P)$ indique qu'un mécanisme d'endommagement est œuvrer. On peut aussi utiliser le test de micro indentation pour statuer sur l'importance de la viscosité du matériau à testé. Le banc d'essai permet en effet, d'effectuer des tests de relaxation (évolution de la charge sous variation de déplacement nulle contrôlée). La plus ou moins grande variation du chargement durant ce test de relaxation, permet de mettre en lumière la plus ou moins grande

viscosité du matériau. Un exemple de test de relaxation est donné par la figure 2.7. Un paramètre de viscosité nommé Tr (taux de relaxation) est calculé par $\Delta P/P$.

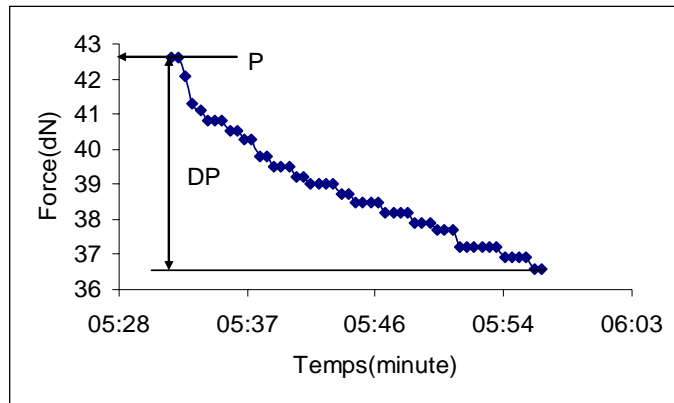


Figure 2.7. Définition et illustration de la phase de relaxation durant le test d'indentation

- Environnement des tests

Plusieurs facteurs peuvent affecter les résultats des tests :

- 1- Effet de température
- 2- Rigidité de la machine
- 3- Etat de surface de l'échantillon
- 4- Géométrie de l'indenteur

2.2.4 Etalonnage de la machine MICROPE

La théorie fondamentale qui sous tend l'interprétation de l'essai de micro-indentation est issue de la mécanique du contact élastique. Nous avons vu que Boussinesq a mis en évidence la relation (2.1) entre la force et l'enfoncement pour un indenteur circulaire plat. Cette relation est valide sous la condition que l'épaisseur du matériau est très grande par rapport au diamètre de l'indenteur et à l'enfoncement de l'indenteur. Il faut également supposer que la rigidité de l'indenteur (carbure de tungstène) est grande par rapport à celle du matériau. On notera cependant que la déformation de l'indenteur n'est pas toujours négligeable, surtout si le matériau indenté a une raideur importante. De plus, la déformation de la machine sous grande pression n'est pas négligeable. Pour cela il convient d'étalonner la machine MICROPE afin d'éliminer l'effet de la rigidité de la machine d'une part et l'indenteur d'autre part. Pour

décrire le cas réel, il est proposé de considérer un modèle simplifié caractérisé par deux ressorts en série (Wang, 2005) (Figure 2.8).

On peut supposer que le premier ressort correspond à la machine (y compris le poinçon), caractérisé par la raideur K_m , et le second ressort est associé au matériau testé, caractérisé par la raideur K_p . On not K la raideur globale.

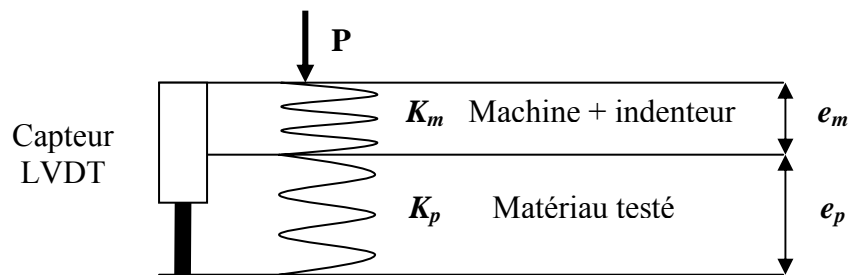


Figure 2.8. Schéma simplifié du principe d'étalonnage du système MICROPE

Le déplacement global e , correspondant à l'application de la force P , peut être divisé en deux parties : le déplacement de la machine et l'indenteur e_m et le déplacement du matériau testé e_p :

$$e = e_m + e_p \quad (2.4)$$

Nous avons aussi :

$$P = K \cdot e = K_m \cdot e_m = K_p \cdot e_p \quad (2.5)$$

En combinant (2.4) et (2.5), il vient :

$$\frac{1}{K} = \frac{1}{K_p} + \frac{1}{K_m} \quad (2.6)$$

Puisque la pente mesurée à partir de la courbe d'indentation doit contenir la réponse du matériau, la relation de Boussinesq peut être réécrite sous la forme :

$$K_p = -dP/de = (E.D) / (1-\nu^2) \quad (2.7)$$

D'où l'on déduit :

$$\frac{1}{K} = \frac{1 - \nu^2}{E.D} + \frac{1}{K_m} \quad (2.8)$$

Pour calculer le module de Young, il importe de connaître la raideur de la machine K_m . Cette raideur est calculée après un étalonnage de la machine effectué en utilisant des étalons en acier, en laiton et en duraluminium. Puisque on connaît parfaitement les valeurs de E, et ν de ces matériaux, nous pouvons donc calculer la valeur de K_m en faisant des tests d'indentation sur ces étalons et en mesurant la pente de chaque courbe. Cette valeur est propre pour chaque diamètre d'indenteur.

Une fois la valeur de K_m déterminée, il est possible de calculer module d'Young du matériau testé en mesurant la pente de la courbe d'indentation et en reformulant la relation (8).

2.2.5 Etude expérimentale sur les cuttings

Le but de cette étude est de savoir les conditions à respecter par rapport à la préparation des échantillons pour le test d'indentation et surtout la préparation à partir de cuttings (débris de roche), car compte tenu du petit volume de cuttings et leur état, il est nécessaire de savoir l'influence de différents facteurs (taille, épaisseur, état dégradé du cuttings à cause du forage pétrolier) sur les résultats du test d'indentation.

Nous avons préparé deux groupes d'échantillons des roches isotropes dont les caractéristiques sont bien connues. Nous avons utilisé pour le premier groupe des petites pièces de roche dont la taille et la forme sont différentes. Des supports en PVC de 4 cm de diamètre et différentes hauteurs (varie entre 6 et 14mm, figure 2.9) ont été utilisés pour couler l'araldite (colle rapide) autour des échantillons. Ces morceaux ont été immergés dans l'araldite en positions bien choisies (vertical, horizontal, et incliné) ; le nombre des morceaux dans le même support a été également varié.

Les essais ont été réalisés sur la craie de Liège, le grès de Fontainebleu, et le grès des Vosges. Les essais sur le premier groupe ont montré que si la roche ne traverse pas l'araldite d'un côté à l'autre, les résultats sont erronés. Sans doute la rigidité de l'araldite joue un rôle très important. De ce fait, il faut que les échantillons traversent complètement l'araldite et que le système soit indenteur-roche seulement. Par ailleurs les essais ont montré que la roche doit être bien vertical pour que nous ayons de bons résultats

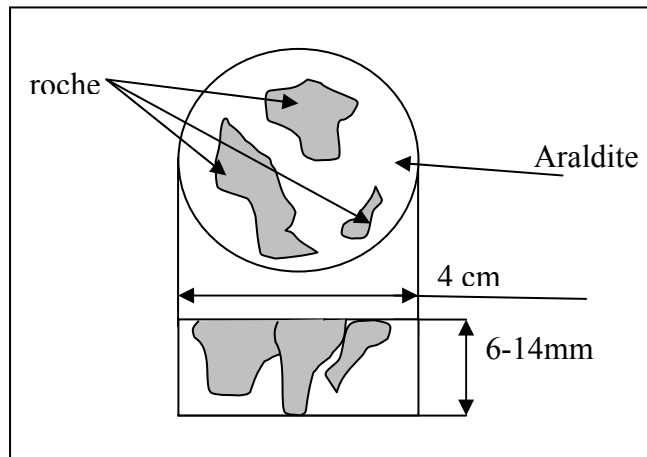


Figure 2.9. Echantillons de premier groupe pour le test d'indentation

Le deuxième groupe est préparé avec des morceaux de roche coupés par une scie avec une grande précision, ces morceaux ont traversé l'échantillon d'un côté à l'autre, et nous gardons une épaisseur fixe pour le même morceau. Nous avons par contre varié cette épaisseur d'un morceau à l'autre (figure 2.10).

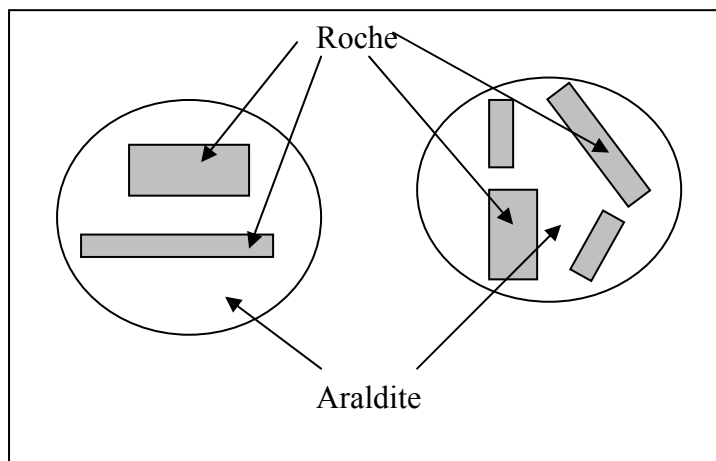


Figure 2.10 Les échantillons de deuxième groupe pour le test d'indentation

Pour le deuxième groupe, les résultats obtenus s'accordent totalement avec les données expérimentales (essai triaxial ou indentation sur de plus grandes pièces de roche). Nous avons aussi constaté que les résultats sont satisfaisants même avec une zone indentée très petite (5 fois plus grande que le diamètre de l'indenteur). Il faut également préciser qu'il est préférable

d'utiliser un indenteur ayant un diamètre plus petit quand la zone indentée est petite. Dans le tableau 2.1 est présentée une comparaison entre les résultats de deux groupes et les résultats obtenus en utilisant des grandes pièces de roche (les essais d'indentation sur grands échantillons ont été réalisés directement, c'est-à-dire sans araldite).

Tableau 2.1. Comparaison entre les différents résultats du test d'indentation.

	Craie de liège	Grès de Fontainebleau	Grès des Vosges
	E(MPa)	E(MPa)	E(MPa)
Groupe 1	1700	12300	4100
Groupe 2	3175	30405	9700
Résultats indentation (grands échantillons)	3540	32840	9460

Nous avons aussi testé des échantillons d'épaisseurs différentes (entre 4 et 13 mm). Il en résulte qu'il faut au moins une épaisseur de 8mm pour que les résultats soient considérés comme satisfaisants et donc conformes à l'hypothèse d'un milieu semi infini.

2.2.6 Dépouillements de l'essai d'indentation dans un cadre isotrope

Comme nous avons vu, la relation de Boussinesq ($-dP/de = (E.D)/(1-\nu^2)$) nous donne le moyen de calculer le module d'élasticité d'un milieu élastique isotrope. Pour cela il faut faire au moins deux tests d'indentation :

- **test plastique** pour déterminer la charge maximale (R) (voir figure 2.5) ; cette valeur correspond à l'intersection entre les deux pentes plastique et élastique, le deuxième test élastique correspondant à une configuration où nous ne perturbons pas la surface de la roche.

- **test élastique** où la charge maximale ne dépasse pas R et reste dans la zone A. Connaissant la pente $Bd = -dP/de$ par cet essai, il est possible de calculer le module d'Young si le coefficient de Poisson est connu. Notons que ce coefficient intervient par son carré et donc l'erreur relative commise sur le calcul du module d'Young par une imprécision de ν reste

assez faible (de l'ordre du pourcent).

2.3 Application et vérification numérique de l'essai d'indentation sur la craie de liège

2.3.1 Résultats expérimentaux :

Dans ce paragraphe nous allons essayer de valider la méthode de dépouillement du test d'indentation dans un cadre isotrope telle que cela a été expliquée ci-dessus. Le matériau d'étude est la craie de Liège. La préparation des échantillons pour le test d'indentation est faite à l'aide des supports en PVC de 4 cm de diamètre ; les différents morceaux de la craie ont été immergés dans l'araldite (colle rapide) en position bien verticale et ayant une hauteur légèrement supérieure à celle du support en PVC (voir les résultats du paragraphe 2-2-5). Les deux surfaces horizontales sont ensuite découpées et traitées, de sorte à avoir un parallélisme satisfaisant (Photo 2.2).

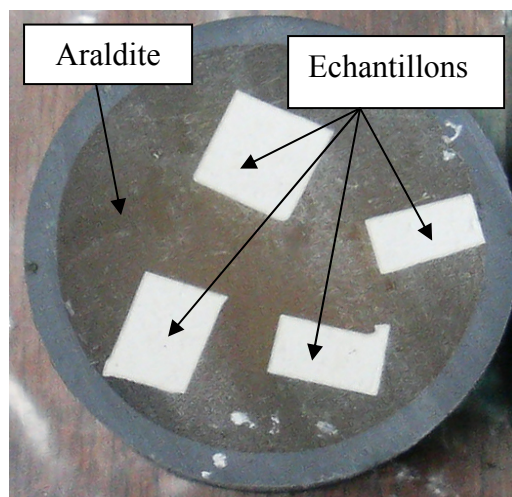


Photo 2.2. Échantillons de la craie de Liège pour le test d'indentation

Nous avons ensuite suivi la procédure du test en faisant d'abord un test plastique afin de déterminer la valeur de $R = 70 \text{ N}$, cette valeur servant pour déterminer la zone de chargement requise pour les tests d'indentation élastique. La force maximale appliquée pour ces tests

élastiques (Figure 2.11) a été donc choisie égale à 60 N. Ensuite, nous avons mesuré la pente de déchargement ($B_d = 2110 \text{ N/mm}$) qui est alors utilisée pour calculer le module d'Young en supposant une valeur de $\nu = 0.12$ pour le coefficient de Poisson.

La valeur du module d'Young obtenue est $E = 3540 \text{ MPa}$. La comparaison de cette valeur avec celle fournie par Geoffroy (1996) à partir d'un test mécanique ($E = 3270$), est tout à fait satisfaisante.

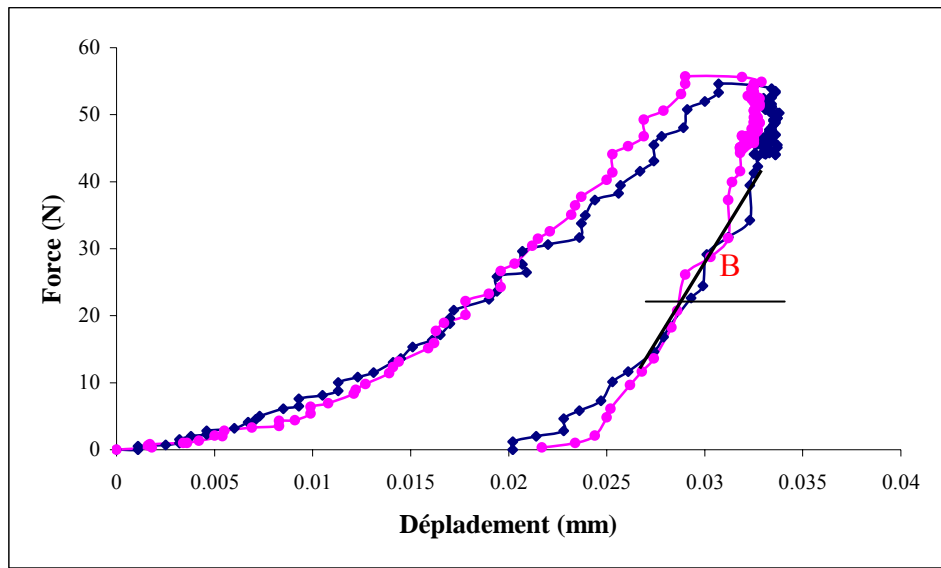


Figure 2.11. Courbes expérimentales (au nombre de 2) de l'essai élastique d'indentation sur la craie de Liège.

2.3.2 Vérification numérique :

Compte tenu des hypothèses faites sur le test d'indentation, et sur les différents phénomènes qui interviennent au cours du test, on se propose de réaliser à ce stade des simulations numériques visant à reproduire l'essai d'indentation par une modélisation de type Eléments Finis. Ces simulations serviront donc à valider les résultats établis à partir de la méthode de dépouillement proposée. Elles permettront également d'avoir une idée sur la distribution et l'évolution des champs de contrainte et de déplacement sous l'indenteur.

Nous avons travaillé avec le code de calcul ABAQUS, en condition axisymétrique. La figure 2.12 montre la géométrie choisie avec un indenteur plat de 2mm de diamètre. Pour que le milieu soit semi infini nous avons considéré un cube dont le côté vaut cinq fois le diamètre de l'indenteur.

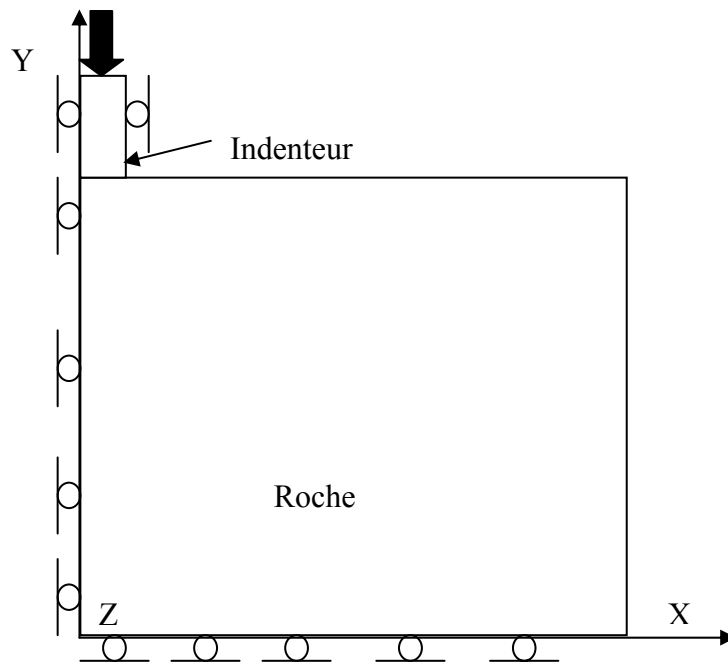


Figure 2.12. Schéma illustrant la géométrie de l'essai d'indentation.

Compte tenu de sa rigidité, nous supposons que l'indenteur est rigide indéformable et ne se déplace que verticalement selon l'axe Y. Nous supposons également qu'il n'y a pas de frottement à l'interface indenteur-roche et que le contact est parfait.

Nous considérons la craie ($E=3540$, $\nu=0.12$) à titre d'exemple ; la charge est appliquée en deux phases (par déplacement imposé) :

- Phase de chargement où nous imposons le déplacement maximal de l'indenteur dans la roche.

- Phase de déchargement où le déplacement de l'indenteur atteint zéro à la fin de cette phase.

Le maillage est composé d'éléments quadratiques. Sa densité est très importante sous l'indenteur et diminue au fur et à mesure qu'on s'éloigne de l'indenteur (voir figure 2.13). La figure 2.14 montre le champ de déplacement (m) sous l'indenteur en fin de la phase de chargement, tandis que la figure 2.15 concerne le champ de contrainte (MPa) dans les mêmes conditions. Nous constatons une forte concentration de contrainte au bord de l'indenteur.

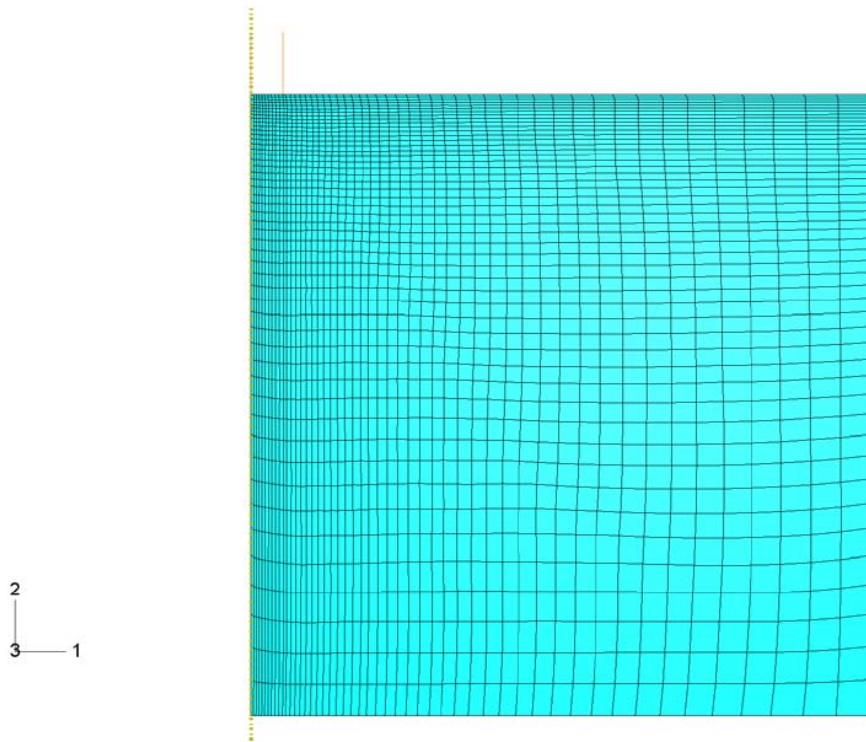


Figure 2.13. Maillage complet de l'essai d'indentation

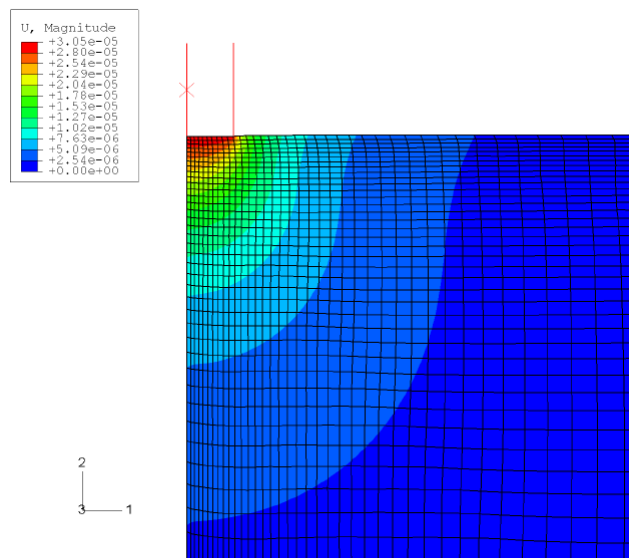


Figure 2.14. Champs de déplacement (m) sous l'indenteur en fin de chargement

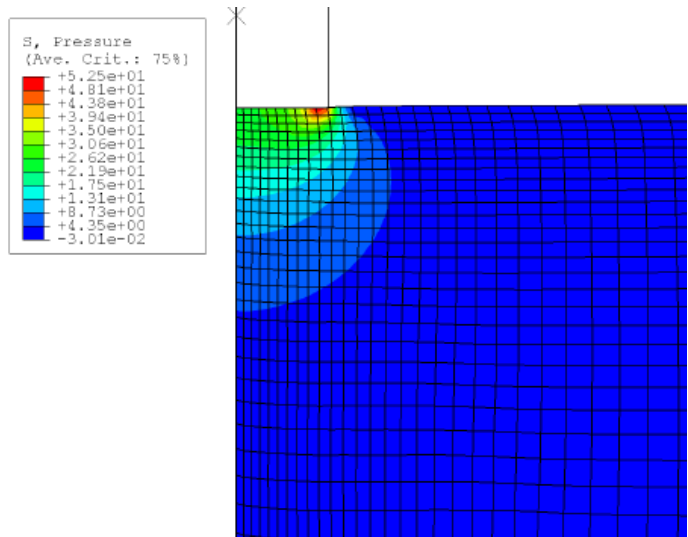


Figure 2.15. Champ de contrainte (MPa) sous l'indenteur en fin de chargement

Notre démarche a consisté à récupérer la réaction de la force le long de la base de l'indenteur puis à en déduire la courbe force-déplacement, ce dernier étant imposé. Nous avons constaté que cette réaction est homogène sous l'indenteur, ce qui facilite l'évaluation de la force. La figure 2.16 montre les résultats issus de ces calculs.

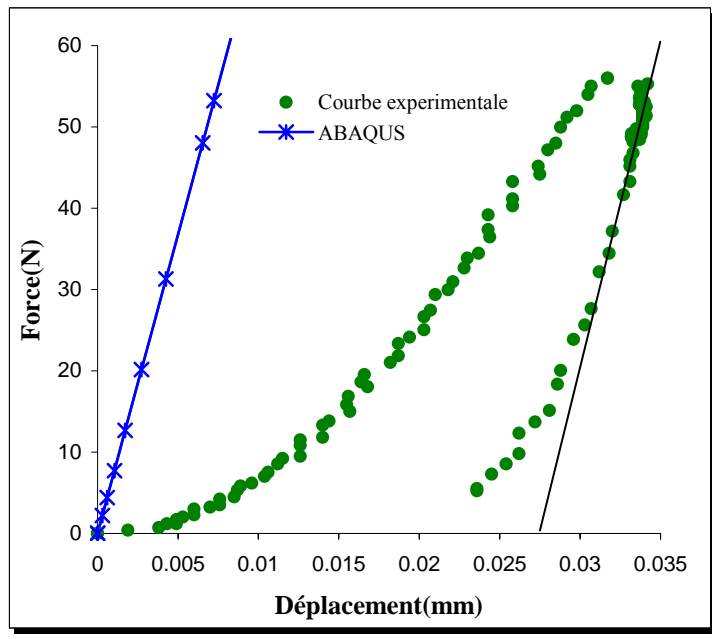


Figure 2.16. Comparaison entre les résultats de calcul numérique d'indentation et les données expérimentales

La courbe expérimentale montre une phase non linéaire au démarrage du test, très difficile à interpréter. Plusieurs raisons peuvent expliquer cette non linéarité :

- la rigidité de la machine,
- le défaut de parallélisme entre l'indenteur et la surface de la roche,
- la rugosité de la surface de la roche,
- le frottement entre l'indenteur et la roche,
- l'existence de déformations plastiques apparaissant dès le départ du test au bord de l'indenteur.
- le problème de "Piling-up et Sinking-in" (phénomène de gonflement et affaissement de la roche) au bord de l'indenteur, car nous avons un déplacement latéral et une pénétration non parfaite de l'indenteur dans la roche. (Bolshakov et Pharr, 1998) et (Pharr, 1998).

En dehors de cette zone non linéaire, la comparaison entre la courbe numérique (couleur bleue) et la courbe expérimentale (couleur verte) montre une bonne concordance en raison du fait que la pente de déchargement de la courbe expérimentale est en très bon accord avec celle de la courbe d'ABAQUS. On notera que la pente expérimentale (MICROPE) de déchargement de la courbe est égale à 2110, alors que la pente issue des calculs numériques (ABAQUS) vaut 2150.

2.4 Quelques applications de l'essai d'indentation

Les applications présentées ici ont été réalisées dans le cadre du GDR FORPRO (Forages Profonds). Elles ont fait l'objet d'un rapport d'étude (cf. Sibai et al., 2005).

2.4.1 Endommagement thermique (induit par chauffage et refroidissement) d'une roche isotrope

Nous allons dans ce paragraphe essayer d'identifier l'influence de la microfissuration isotrope sur les propriétés mécaniques d'un grès. Les différents états de microfissuration isotrope ont été obtenus par fissuration thermique à différentes températures de chauffage (300°, 500°, 600° et 800°C).

La roche étudiée est le grès de Fontainebleau, roche constituée essentiellement de quartz (99% de la phase solide) et dont la porosité est de l'ordre de 10%. Il s'agit d'une roche initialement isotrope. Pour induire une microfissuration isotrope correspondant à chaque niveau de température, nous avons chauffé plusieurs échantillons à différentes températures et à vitesse constante de chauffage (2°C/min). Nous avons ensuite effectué un refroidissement

des échantillons à la même vitesse. Des tests hydrostatiques (figure 2.17) ont ensuite été menés sur ces échantillons et ont permis de montrer que l'endommagement induit par la température est bien isotrope. La figure 2.17 (Sibai et al., 2003) présente les résultats d'un essai triaxial drainé, réalisé à une pression interstitielle $p = 0$, et après une sollicitation thermique de 300 °C de chauffage. Nous constatons que les pentes des courbes (déformation axiales (E_{11})-contrainte (Σ) et déformation latérales (E_{33})-contrainte (Σ)) sont très proches l'une de l'autre. Ceci atteste que la roche endommagée thermiquement reste isotrope.

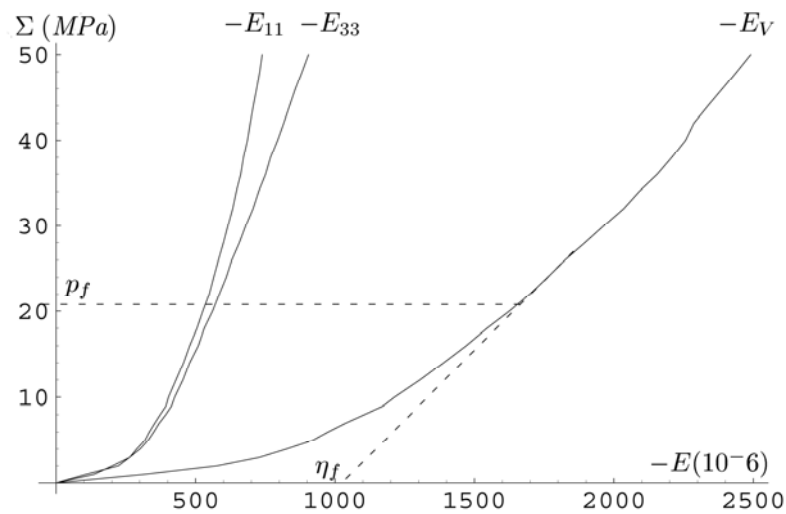


Figure 2.17. Compression triaxiale drainée (à $p=0$ MPa) du grès de Fontainebleau préalablement microfissuré par chauffage à 300°C

La figure 2.18 présente les résultats des essais de compression hydrostatique aux différentes températures. Les pentes de la partie A de cette figure diminuent en fonction de la température, ce qui traduit l'effet dégradant de la microfissuration induite. Dans la deuxième partie (B) des courbes, on note une quasi constance des pentes, avec une valeur conforme au module de compressibilité du matériau non endommagé. Ceci est la conséquence d'une fermeture totale des microfissures créées par les sollicitations thermiques.

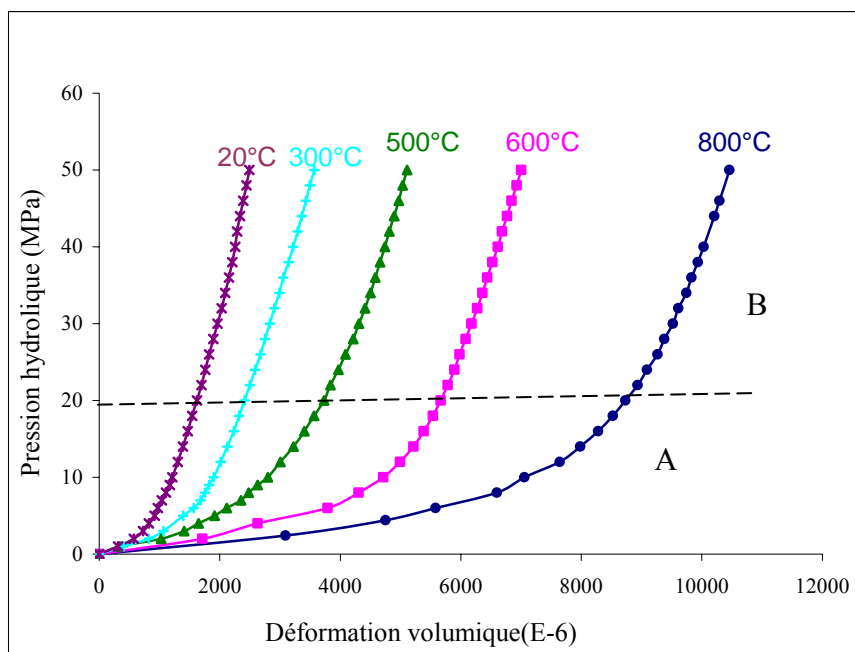


Figure 2.18. Résultats des essais hydrostatiques à différentes températures.

Enfin, des tests de compression simple ont été réalisés à 20°, 300°, 500°, 600° et 800°C. Les résultats des tests sont fournis sur la figure 2.19 (Sibai et al., 2003).

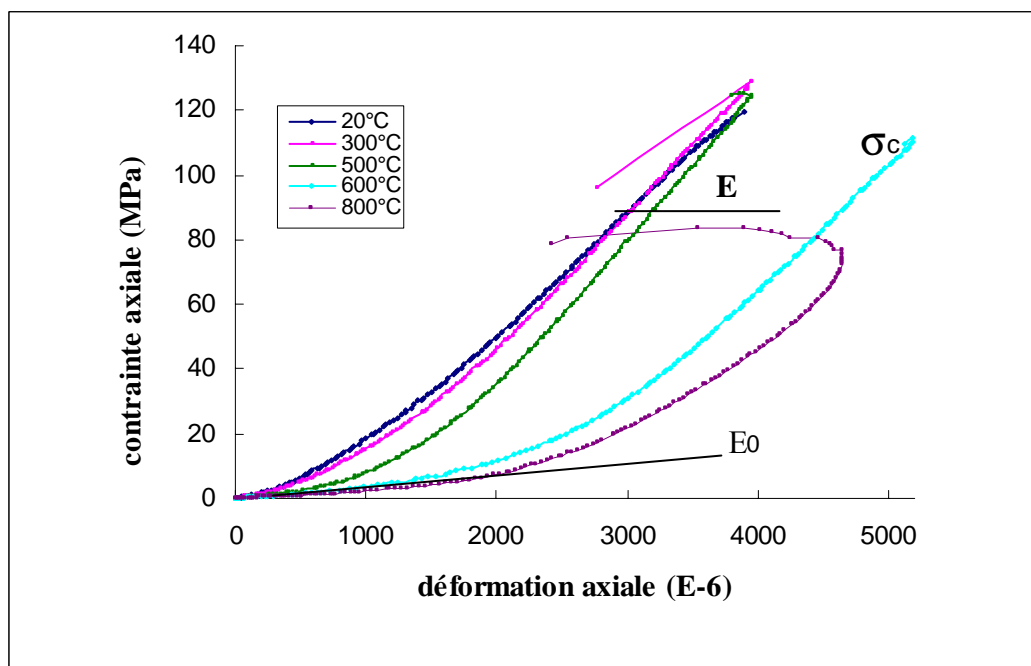


Figure 2.19. Résultats des essais de compression simple sur échantillons thermiquement microfissurés à différentes températures

A partir des essais de compression simple nous pouvons déduire trois paramètres : le module d'Young de chargement E et le module tangent initial E_0 , auxquels s'ajoute la résistance à la rupture σ_c analysée au chapitre 4 avec d'autres paramètres de rupture.

Par ailleurs, les tests d'indentation réalisés sur le grès de Fontainebleau ont permis de déterminer les paramètres suivants :

- le module d'Young, E_c , calculé à partir de la pente de chargement.
- le module de Young, E_d , calculé à partir de la pente de déchargement.

Nous présentons sur la figure 2.20 les valeurs normalisées avec celles de la température de référence (20 degrés) des modules des essais de compression simple, et les modules des essais de micro indentation.

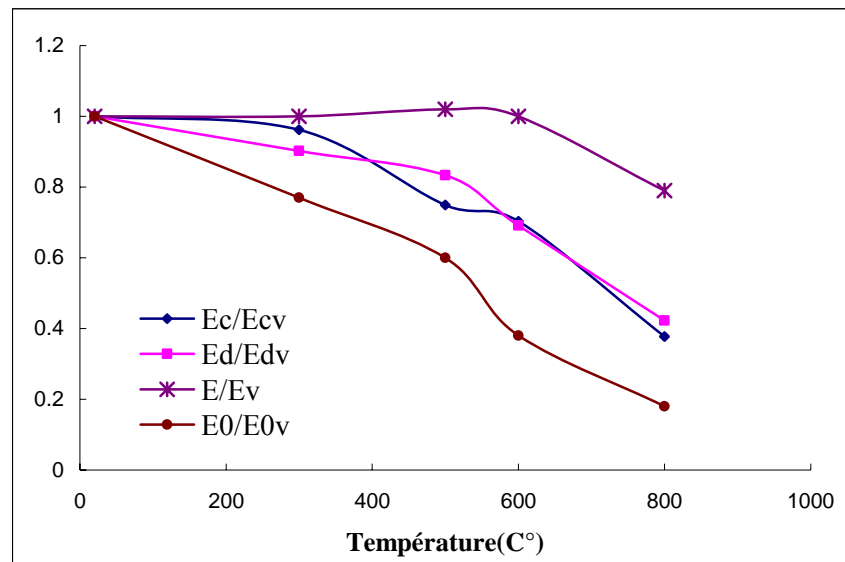


Figure 2.20. Comparaison des rapports des modules issus des essais mécaniques et ceux des essais de Micro compression

Les grandeurs normalisées sont les suivantes :

E_c/E_{cv} : le rapport entre le module de chargement à une température donnée et le même module à 20°C, pour un essai de micro indentation.

E_d/E_{dv} : le rapport entre le module de déchargement à une température donnée et le même module à 20°C, pour un essai de micro indentation.

E_0/E_{0v} : le rapport entre le module initial tangent à une température donnée et le même

module à 20°C, pour un essai de compression simple.

E/E_v : le rapport entre le module d'Young à une température donnée et le même module à 20°C, pour un essai de compression simple.

Nous remarquons, pour l'essai de compression simple, que le module d'Young de chargement reste quasi constant jusqu'à 500°C, ce qui s'interprète comme la conséquence d'une fermeture totale des microfissures. Quant au module tangent, il varie progressivement en fonction de la température. Cette variation est due à une augmentation progressive de densité de microfissures induites et de leur degré d'ouverture en fonction du niveau de température. Les rapports des paramètres donnés par le système MICROPE présentent également une variation importante en fonction de la température, mais nous notons que les valeurs de ces rapports se situent au-dessus des valeurs de rapports du module tangent. Ceci peut être due à une probable fermeture partielle des microfissures, sous le test d'indentation.

En conclusion sur l'application à l'endommagement, il apparaît que l'essai de micro-indentation donne une indication qualitative claire du degré d'endommagement isotrope du matériau. La pertinence du test pour une quantification précise de l'endommagement reste à démontrer par d'autres analyses.

Conclusion

L'essai d'indentation est un test simple, rapide, et fiable. Il faut néanmoins faire attention à la préparation des échantillons. Cette préparation ne nécessite qu'une petite quantité de roche ce qui est un atout majeur pour faire face au problème d'échantillonnage comme c'est le cas par exemple dans le génie pétrolier. L'étalonnage de la machine nous semble également très important pour éliminer l'effet de la rigidité de la machine et s'assurer de la pertinence des mesures. Les premières applications présentées sont tout à fait probantes, même s'il reste du travail à faire pour la caractérisation de l'endommagement par microfissuration. Malgré ces résultats positifs, il convient de souligner que dans ce chapitre nous n'avons traité le problème d'indentation que dans le cas d'un milieu isotrope. Il serait tout à fait intéressant d'étendre la méthodologie proposée aux cas des milieux isotropes transverses tels que l'argilite.

Chapitre 3

Extension de la micro indentation aux roches élastique linéaire isotrope transverses

3.1 Synthèse bibliographique :

Un matériau élastique isotrope transverse se caractérise par un plan isotropie et donc par un axe de révolution (ou de symétrie) perpendiculaire à ce plan. Comme cela a été souligné au premier chapitre, un tel matériau est caractérisé par 5 coefficients élastiques.

Pour cette classe de matériaux, Willis (1966) a pu déterminer implicitement et suivant l'axe de symétrie la distribution de la contrainte et du déplacement sous un indenteur. Plus tard, Dahan (1979) a déterminé explicitement une solution suivant l'axe de symétrie mais cette fois pour un indenteur de forme quelconque. Il a ainsi pu donner pour différentes formes d'indenteur la répartition des contraintes et des déplacements sous l'indenteur, la force appliquée en fonction de la profondeur, et en fin le rayon du cercle du contact.

Suivant la normale à l'axe de symétrie, Ovaert (1993) a également établi une solution implicite pour un milieu isotrope transverse sous un indenteur elliptique (Ovaert, 1993), tandis que Shi et Ovaert (2003) ont utilisé une méthode numérique pour résoudre le problème du contact entre un indenteur elliptique et un milieu orthotrope.

Une solution basée sur la fonction de Green correspondant au milieu isotrope transverse a été développée Pan et Chou (1976) et Pan et Chou (1979), (cf. également les travaux ultérieurs de Vlassak et Nix (1993) et de Vlassak et Nix (1994). Cette solution exprime les modules d'indentation, dans l'axe de symétrie et suivant l'axe normal à l'axe de symétrie, en fonction de la constante de Green qui dépend des paramètres élastiques du matériau.

Plus récemment une solution a été établie par Swadener et Pharr (2001) en se basant sur la fonction de green pour un milieu isotrope transverse sous un indenteur conique ou parabolique. Le cas d'une forme arbitraire de l'indenteur n'a été traité que récemment sur la base de la fonction de Green par Vlassak et al. (2003) puis Delafargue (2004) et UlmF-J. et al. (2005), on peut trouver une expression explicite pour les modules d'indentation pour un milieu orthotrope et pour un indenteur conique.

Compte tenu du nombre des paramètres mécaniques du milieu, les solutions proposées ci-dessus ne suffisent pas à identifier complètement les caractéristiques du milieu à partir seulement des essais d'indentation. C'est principalement la raison pour laquelle nous avons développé une solution semi analytique permettant d'identifier complètement le milieu élastique isotrope transverse.

On rappelle que les cinq paramètres élastiques à déterminer sont les suivants :

$$E_1, \nu_{12}=\nu_{13}, G_{12}=G_{13}, E_2=E_3, \text{ et } \nu_{23} \quad (\text{figure 3.1})$$

E_i est le module de Young suivant la direction i , ν_{ij} et G_{ij} sont le coefficient de Poisson et le module de cisaillement dans le plan formé par les deux axes i,j , le module de cisaillement.

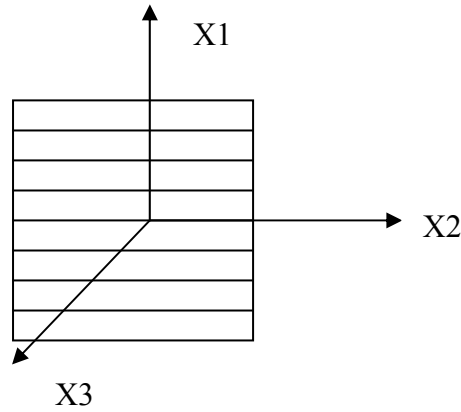


Figure 3.1. Présentation schématique du milieu anisotrope transverse.

De plus, la matrice de souplesse pour ce milieu prend la forme suivante :

$$\begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{22} & S_{23} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{23} & S_{22} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2(S_{22}-S_{23}) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{66} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{66} \end{bmatrix} \quad (3.1)$$

où les termes de la matrice sont donnés par les relations 3.2 et 3.3:

$$S_{11} = \frac{1}{E_1}, S_{22} = \frac{1}{E_2}, S_{66} = \frac{1}{G_{12}} \quad (3.2)$$

$$\nu_{12} = -\frac{S_{12}}{S_{11}}, \nu_{21} = -\frac{S_{12}}{S_{22}}, \nu_{23} = -\frac{S_{23}}{S_{22}}, G_{23} = \frac{1}{2(S_{22}-S_{23})}, k_1 = \frac{1}{2\left(S_{22}+S_{23}-2\frac{S_{12}^2}{S_{11}}\right)} \quad (3.3)$$

On rappelle que pour le milieu isotrope transverse le passage de la matrice des composantes du tenseur de souplesse à celle du tenseur d'élasticité est réalisé grâce aux relations suivantes :

$$\left. \begin{aligned} C_{11} &= E_1 + 4 \cdot \nu_{12}^2 \cdot k_1 \\ C_{12} &= 2 \cdot k_1 \cdot \nu_{12} \\ C_{22} &= G_{23} + k_1 \\ C_{23} &= -G_{23} + k_1 \\ C_{66} &= G_{12} \end{aligned} \right\} \quad (3.4)$$

On rappelle la condition classique de symétrie de la matrice d'élasticité :

$$\nu_{12} = \frac{\nu_{21} E_1}{E_2} \quad (3.5)$$

3.2 Détermination des coefficients élastiques anisotropes à l'aide du test de micro indentation

On rappelle tout d'abord la relation universelle du problème d'indentation proposée par Bulychev et al. (1975). Cette relation permet d'exprimer la pente (dP/de) de la courbe en fonction du module d'indentation (M) du matériau testé et de l'aire de contact (A) qui dépend de la géométrie de l'indenteur.

$$\frac{dP}{de} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} M \sqrt{A} \quad (3.6)$$

L'utilisation d'un indenteur circulaire plat permet de calculer aisément l'aire de contact qui est constante durant le test:

$$\sqrt{A} = \frac{D \cdot \sqrt{\pi}}{2} \quad (3.7)$$

L'idée pour identifier les paramètres élastiques du milieu isotrope transverse par la micro indentation est de trouver des relations qui expriment les modules d'indentation M_i en fonction des paramètres élastiques, ceci à l'aide des relations entre les modules d'indentation et la constante de la fonction de Green; l'indice i indique l'axe selon lequel est réalisé le test d'indentation.

La fonction de la surface de Green prend, en coordonnées polaires (ρ and θ), la forme suivante (Vlassak et Nix 1993) :

$$\eta(\rho) = \frac{H}{\rho} \quad (3.8)$$

Où H est la constante de la fonction de Green qui dépend des propriétés mécaniques du matériau σ et ϵ

$$H = \frac{1}{2\pi} \cdot \sqrt{\frac{C_{21} - C_{12}}{C_{22} \left(\frac{1}{C_{66}} + \frac{2}{C_{21} + C_{12}} \right)}} \quad (3.9)$$

dans lequel les notations suivantes sont utilisées :

$$\left. \begin{aligned} C_{22} &= C_{2222} \\ C_{12} &= C_{1122} \\ C_{66} &= C_{3131} = C_{2121} \\ C_{21} &= \sqrt{C_{22} \cdot C_{11}} > C_{12} \\ C_{11} &= C_{1111} \end{aligned} \right\} \quad (3.10)$$

On précise maintenant les différents modules d'indentation sont donnés ci-dessous. Le module d'indentation M_1 , dans l'axe de symétrie (X1), est donné par Hanson (1992) (voir également Vlassak et Nix, 1993)

$$M_1 = \frac{1}{\pi H} \quad (3.11)$$

En injectant (3.9) dans (3.11) on établit le lien entre le module d'indentation dans l'axe de

symétrie et les paramètres élastiques du matériau indenté :

$$M_1 = 2 \cdot \sqrt{\frac{C_{21} - C_{12}}{C_{22} \left(\frac{1}{C_{66}} + \frac{2}{C_{21} + C_{12}} \right)}} \quad (3.12)$$

Quant au module d'indentation $M_3 = M_2$ dans l'axe normal à l'axe de symétrie, on a (Vlassak et Nix, 1994 ; Delafargue, 2004) :

$$M_3 \approx \frac{1}{\pi \sqrt{H_2 H_3}} = \sqrt{M_{23} \cdot M_{21}} \quad (3.13)$$

$$\text{avec } M_{21} = \frac{1}{\pi H_3} = \frac{C_{22}^2 - C_{23}^2}{C_{22}} \text{ et } M_{23} = \frac{1}{\pi H_2} = \sqrt{\frac{C_{22}}{C_{11}}} \cdot M_1 \quad (3.14)$$

On notera que H_2 ($\theta = 0$) est égal à H défini par (3.9) et H_3 ($\theta=90$) est la constante de fonction de Green pour un milieu isotrope avec les constantes élastiques C_{22} et C_{23} .

- Il convient aussi de préciser que M_{21} peut être interprété comme un module d'indentation obtenu à l'aide d'un test de micro indentation dans un solide isotrope.
- De manière similaire, M_{23} s'interprète comme un module d'indentation dans la direction x_1 , en supposant que les propriétés élastiques dans la direction x_2 sont les mêmes que dans la direction x_3 .

En se servant des relations disponibles, on arrive à un système d'équations ayant la forme suivante :

$$M_1 = f(E_1, E_2, G_{12}, \nu_{21}, \nu_{23})$$

$$M_3 = f(E_1, E_2, G_{12}, \nu_{21}, \nu_{23})$$

Ainsi que la relation de St Venant (1863) :

$$\frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2} + 2 \cdot \frac{\nu_{12}}{E_1} = \frac{1}{G_{12}} \quad (3.15)$$

Les mesures d'indentation ne fournissant que les valeurs expérimentales de M_1 , et M_3 . Nous ne disposons donc que de trois équations pour cinq inconnues avec la condition (3.5). Afin de réduire le nombre d'inconnues, nous avons suivi une démarche qui consiste à résoudre le système suivant avec des valeurs de ν_{21} et ν_{23} imposées :

$$\left. \begin{aligned} M_1 &= f(E_1, E_2, G_{12}) \\ M_3 &= f(E_1, E_2, G_{12}) \\ \frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2}(1 + 2\nu_{21}) - \frac{1}{G_{12}} &= 0 \end{aligned} \right\} \quad (3.16)$$

les inconnues étant bien E_1 , E_2 et G_{12} .

Il convient de préciser que pour le milieu étudié la plage de variation de ν_{21} et ν_{23} est de 0.1-0.4. La résolution analytique a été réalisée à l'aide du logiciel de calcul formel (MAPLE 8).

Nous avons noté dans les diverses applications que les valeurs de ν_{21} et ν_{23} n'affectent pas de manière très importante (moins de 5% de différence) les résultats (cf. Ibrahim et al., 2005 ; 2007).

La figure (3.2) montre un organigramme du programme informatique pour mettre en oeuvre cette méthode de résolution par le logiciel de calcul (MAPLE 8).

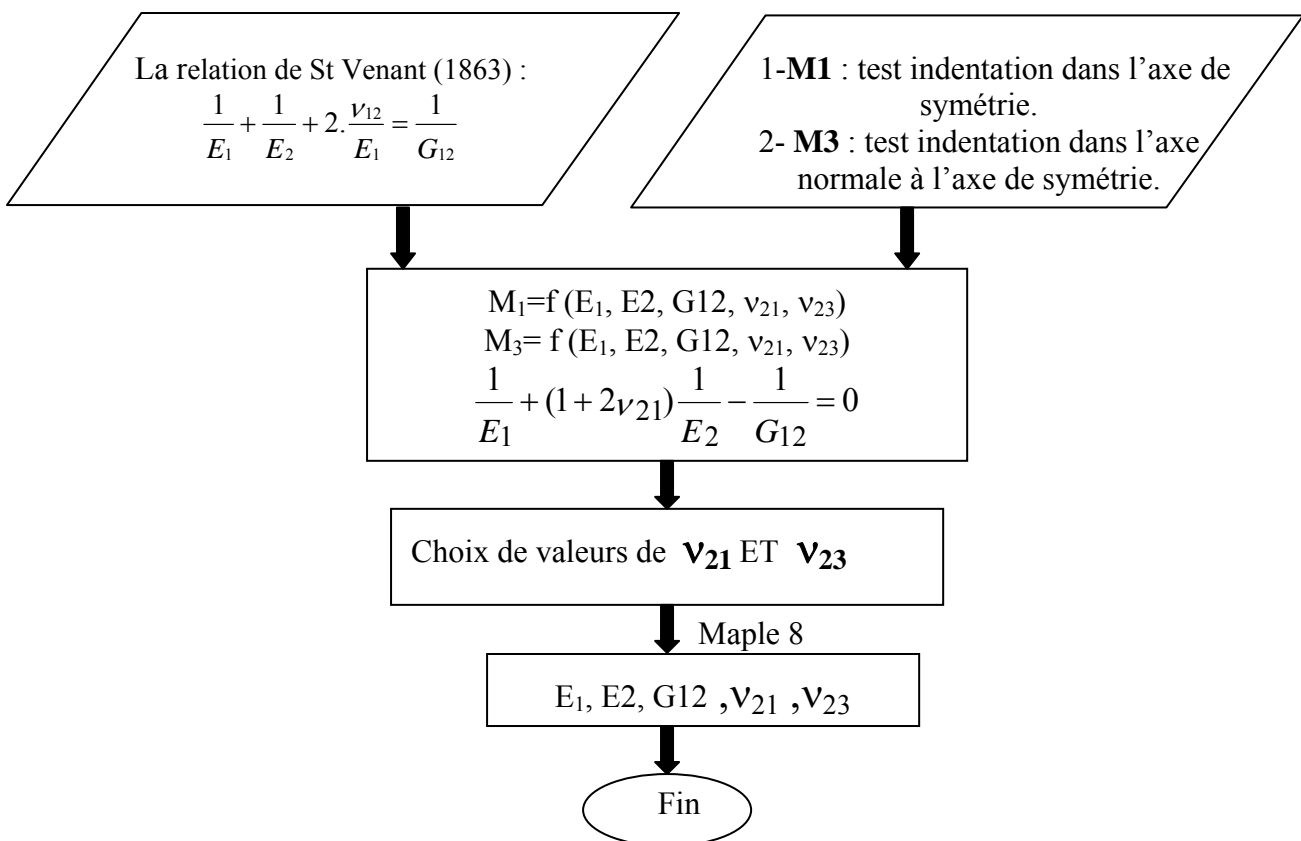


Figure 3.2. Organigramme du dépouillement anisotrope transverse d'indentation.

La méthode de dépouillement qui vient d'être exposée a été testée sur le schiste qui est une

roche isotrope une anisotropie (de type isotrope transverse) très marquée. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 3.1. On observe une bonne concordance avec les résultats issus de tests mécaniques réalisés par Hammade (1992) au laboratoire de mécanique de Lille.

Il convient également de noter que la méthode d'indentation permet de trouver la valeur de G_{12} sans passer par des tests supplémentaires.

Tableau 3.1. Comparaison entre les résultats du test d'indentation et Hammade (1992).

	E_1 MPa	E_2 MPa	G_{12} MPa	ν_{21}	ν_{23}
Micro indentation	26450	113400	18630	0.4	0.2
Compression simple (Hammade, 1992)	32000	117000	20000	0.39	0.12

On rappelle que le choix du couple (ν_{21} et ν_{23}) est un peu arbitraire et a été guidé par la proximité de ν_{21} avec la valeur expérimentale. On notera également que les données expérimentales ne satisfont pas rigoureusement la condition de symétrie (3.5).

3.3 Des applications du test de micro indentation sur des roches isotrope transverses :

Nous avons vu comment à partir du test d'indentation nous pouvons déterminer les paramètres élastiques du milieu isotrope transverse. Dans ce dernier paragraphe du chapitre, on se propose d'abord d'étudier l'influence d'un endommagement anisotrope induit par microfissuration sur les propriétés élastiques du grès des Vosges. Puis, on étudie l'influence de la température sur les propriétés mécanique de l'argilite de Clearwater (Canada) qui a un rôle important de couverture dans l'exploitation du gisement pétrolier à l'aide des moyens thermiques. Enfin, nous terminerons le chapitre en revenant à l'argilite de Callovo Oxfordien (argilite de l'Est, impliqué dans les recherches en France sur le stockage souterrain) pour lequel on étudiera l'influence de l'humidité relative sur les propriétés mécaniques. Dans cette dernière application, une comparaison sera effectuée entre les méthodes de dépouillement basée sur l'isotropie, et sur l'isotropie transverse.

3.3.1 Etude d'un endommagement mécanique anisotrope

La roche étudiée dans ce paragraphe est le grès des Vosges, roche dont la phase solide est constituée de 90% de quartz et de 10% de Potassium. La porosité de ce matériau est de l'ordre de 22%. Le grès des Vosges est également considéré comme initialement isotrope. Pour obtenir un endommagement anisotrope, des essais à la presse triaxiale vraie du LML ont été effectués par A. Jalbout dans le cadre de sa thèse soutenue en 2004. En effet, grâce à cette presse, des essais de compression ont été réalisés sur différents blocs de 40cmX40cmX40cm, générant ainsi différents états de microfissuration induisant une élasticité anisotrope de la roche.

Les différents blocs obtenus ont été nommés :

- * Bloc 1 : bloc ayant subi un chemin de chargement uniaxial de $0,7 \sigma_i$, et générant donc deux familles de microfissures.
- * Bloc 2 : bloc ayant subi un chemin de chargement biaxial de $0,9 \sigma_i$, et générant une seule famille de microfissures.
- * Bloc 3 : bloc ayant subi un chemin de chargement biaxial de $0,7 \sigma_i$, et générant également une seule famille de microfissures.

σ_i est la valeur de la contrainte à la rupture. Les blocs 1, 2 et 3 ont été découpés ensuite en plusieurs tranches, suivant différentes orientations (photo 3.1). Des échantillons ont été ensuite carottés dans deux directions (0° et 90°) dans chaque tranche (figure 3.7), puis soumis à différents tests mécaniques (compression simple, ..)

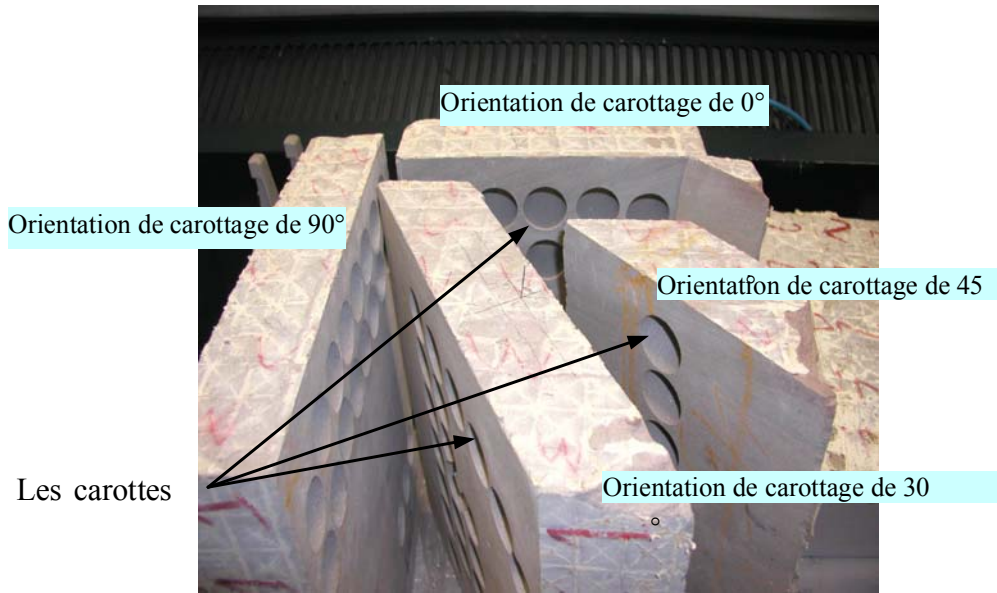


Photo 3.1. Découpage du bloc et orientations de carottage

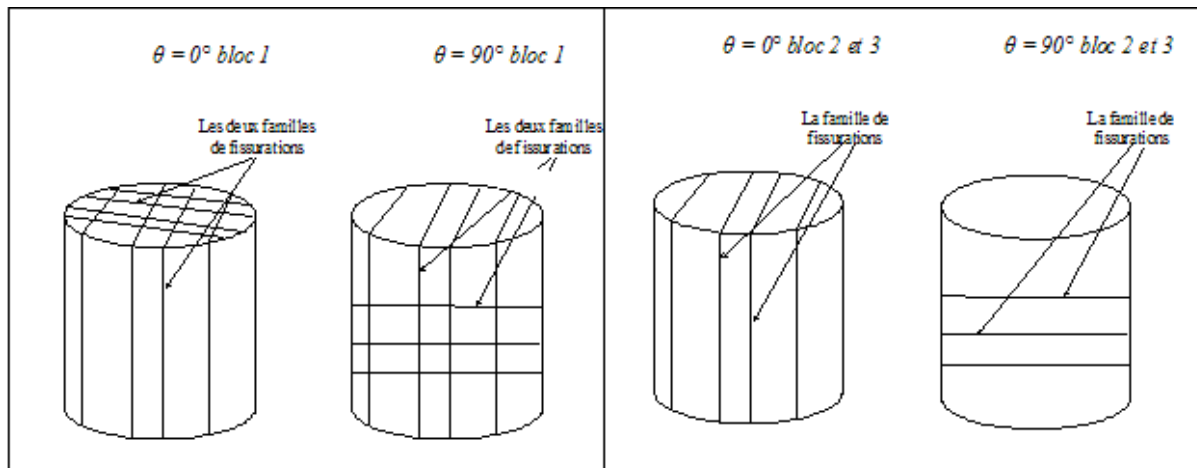


Figure 3.3. Orientations des familles de microfissures induites par chargement mécanique

L'étude complète de l'influence du pré-endommagement ainsi induit sur les paramètres mécaniques est détaillée dans Jalbout et al. (2004). Nous avons retenu ici uniquement les paramètres des essais de compression simple.

Les principaux résultats d'essai de compression simple sont les modules E_{10} (module tangent) et E_1 (module sécant) ainsi que ceux d'essai de micro indentation (E_c et E_d) sont donnés dans le tableau 3.2.

$I(0)/I(90)$: représente le rapport entre la valeur d'un indicateur quelconque I (quatre possibilités, E_{10} , E_1 , E_c , et E_d) pour l'orientation parallèle ou zéro degré sur la valeur du

même paramètre selon l'orientation perpendiculaire ou 90 degré.

Tableau 3.2. Résultats d'essai de compression simple et de MICROPE sur le grès des Vosges

	Bloc 1			Bloc 2			Bloc 3		
	0	90	I(90)/I(0)	0	90	I(90)/I(0)	0	90	I(90)/I(0)
Ec	4780	4135	0,87	5260	3065	0,58	6305	5285	0,84
E10	5200	2300	0,44	5400	3200	0,59	7000	6200	0,89
Ed	11240	10100	0,90	10175	8090	0,80	10305	9480	0,92
E1	9500	7000	0,74	11500	9000	0,78	11000	10000	0,91

De manière générale, les différents résultats de la micro indentation sont proches de ceux de Jalbout (2004), le bloc 2 présentant en effet le niveau d'endommagement le plus important ($0,9 \sigma_i$) et le bloc 3 ayant deux familles de microfissurations.

Nous remarquons la présence d'une anisotropie ($I(90)/I(0)$) entre les deux orientations 90° et 0° pour les trois blocs. Cette anisotropie conduit à des valeurs de modules plus faibles dans la direction associée à 90° .

Les rapports ($I(90)/I(0)$) sont un indicateur de l'anisotropie de l'endommagement induit, puisque pour la phase de chargement (E_c pour le système MICROPE et E_{10} pour Jalbout) l'anisotropie est très marquée par une grande différence entre les deux orientations, ce qui peut être interprété comme la conséquence de l'existence de microfissures ouvertes à un niveau de chargement faible ou pas très grande. Une fois la majorité des microfissures fermées, nous constatons une anisotropie moins marquée (rapports des paramètres E_d (MICROPE), et E_1 (Jalbout) où nous remarquons que les valeurs des modules dans les deux orientations sont proches l'une de l'autre (tableau 3.2).

Pour conclure, nous dirons que le test de micro indentation est un moyen fiable pour ce genre d'identification ; il est de plus rapide et simple à mettre en place dans le cas présent.

3.3.2 Endommagement thermique pour une roche isotrope transverse (essais sous température) :

Nous avons vu au chapitre 2 l'effet de la température sur les propriétés mécaniques d'une

roche isotrope (grès de Fontainebleau). De plus, les essais ont été réalisés sur des échantillons chauffés puis refroidi jusqu'à température ambiante. Dans ce qui suit, on se propose d'évaluer l'effet de la température sur les propriétés mécaniques d'une roche isotrope transverse (l'argilite de Clearwater, Canada). La particularité de ces essais est qu'ils sont réalisés sous différentes températures (23°C, 50°C, 100 °C, 150°C, 200°C).

Il convient de préciser que cette étude est réalisée dans le cadre d'un partenariat avec la compagnie Total-Elf Fina (cf. Sibai et al., 2008a). L'intérêt de cette étude réside dans le fait que cette argilite est une couche couverture dans un gisement pétrolier pour lequel des méthodes thermiques (jusqu'à 200 °C) sont mises en œuvre pour améliorer la production du pétrole. Il s'avère ainsi important de connaître les différents effets de la température sur l'argilite et sur sa stabilité au cours de l'exploitation.

a- Préparation des échantillons d'Argilite du Clearwater (canada) :

Les échantillons de l'argilite reçus au laboratoire sont deux tubes d'un diamètre de 7.5 cm et d'une longueur de 150 cm (photo 3.2). Le carottage de ces deux tubes a été fait avec l'eau ce qui a dégradé les échantillons reçus (photo 3.3). Le test d'indentation apparaît ici comme un moyen idéal pour pouvoir caractériser la roche étudiée sous différentes températures, compte tenu des petites tailles de roche dont nous avons besoin pour faire ces tests.



Photo 3.2. Echantillons de l'argilite de Clearwater

Grace aux images de rayons X pratiquées sur les deux tubes, nous avons pu déterminer les emplacements des différentes coupes réalisées sur les échantillons. En fait, après avoir déterminé ces emplacements, nous avons découpé chaque tube en quatre parties (photo 3.2). Puis, et grâce à un support de fixation adapté (photo 3.4), nous avons découpé des rondelles, d'une épaisseur moyenne de 1.5cm. Enfin, et à l'aide d'une scie plus précise, nous avons découpé ces rondelles en petits échantillons dans les deux axe d'orientation (perpendiculaire et parallèle) considérés pour l'étude des effets d'anisotropie.



Photo 3.3. Etat initial dégradé de l'argilite de Clearwater



Photo 3.4. Support de fixation adapté aux échantillons et à la scie.

Nous avons découpé deux types d'échantillons : le premier type est destiné aux tests d'indentation, tandis que le second type est réservé pour les tests de micro compression

simple (MCS) qui seront présentés ultérieurement. Nous avons réalisé des tests d'indentation afin de déterminer les paramètres élastiques de l'argilite à l'état initial (température ambiante et humidité initiale). Puis nous avons subdivisé ce qui reste en cinq groupes, chaque groupe correspondant à un niveau de température, sachant qu'il y a deux orientations (perpendiculaire ou PER et parallèle ou PAR) pour chaque groupe.

L'étape suivante a consisté à mettre les échantillons d'un groupe donné dans le four pour une durée de 48 heures à une température quelconque (photo 3.5). Pour faire les tests sous température nous avons chauffé la zone de test à la même température des échantillons testés.



Photo 3.5. Échantillons de l'argilite de Clearwater pour le test d'indentation dans le four.

b-Résultats et discussion :

Les premiers résultats sont présentés ci-après ; ils sont basés sur les tests d'indentation et sur un dépouillement isotrope (détermination du module d'Young dans chaque axe d'orientation (PER et PAR), voir tableau 3.3). En dépouillant ensuite les courbes d'indentation sous l'hypothèse d'un matériau isotrope transverse tel que nous l'avons décrite auparavant, nous pouvons avoir les deux modules de Young mais aussi les deux modules de cisaillement G_{12} et G_{23} (tableau 3.4). G_{12} est le module de cisaillement lié au plan formé entre l'axe d'anisotropie 1 et le plan de stratification 2,3, tandis que G_{23} est le module de cisaillement dans le plan (2,3).

Tableau 3.3. Valeurs de modules de Young dans les deux orientations (PAR et PER) en fonction de la température.

Dépouillement sous hypothèse d'un matériau élastique isotrope						
T°	23°C et à l'humidité initiale	50	100	150	200	23
PAR	1555	6410	5865	5420	4925	6675
PER	1345	4375	4405	4225	3075	4555

Tableau 3.4. Valeurs des modules d'élasticité calculés sous hypothèse d'isotropie transverse

Dépouillement pour l'argilite de Clearwater supposée élastique isotrope transverse					
T°	23	50	100	150	200
E ₁ (Mpa)	4295	4125	4135	4000	2790
E ₂ (Mpa)	7845	7535	6545	5985	5860
G ₁₂ (Mpa)	2590	2490	2055	1935	1675
G ₂₃ (Mpa)	1955	1875	1590	1540	1165

Dans les tableaux (3.3 et 3.4) et sur la figure (3.4) nous constatons que les valeurs des modules d'Young diminuent avec la température. Cette dégradation devient très marquée pour des températures très élevées (supérieur à 100°C). Nous pourrions expliquer ce phénomène par la vaporisation de l'eau entre feuilles d'argilite ce qui dégrade sérieusement les caractéristiques mécaniques. Mais, sachant que les valeurs des modules à l'humidité initiale de l'argilite sont nettement inférieures aux valeurs des mêmes modules à 200 °C, une interprétation serait que, sous humidité, les feuillets d'argilite changent de structure en permettant à l'eau de se glisser entre eux ce qui dégraderait donc de beaucoup les propriétés mécaniques.

Nous pouvons résumer l'effet du chauffage thermique de l'argilite de la manière suivante : lorsque les échantillons sont mis dans le four, à la température de 23°C, en respectant une durée de 48h dans le four, ils perdent leur humidité initiale, ce qui a tendance à améliorer les propriétés mécaniques. Mais en montant en température, bien que ces propriétés restent meilleures que dans l'état humide initial de l'argilite, elles se trouvent détériorées par rapport de la température la moins élevée (figure 3.4).

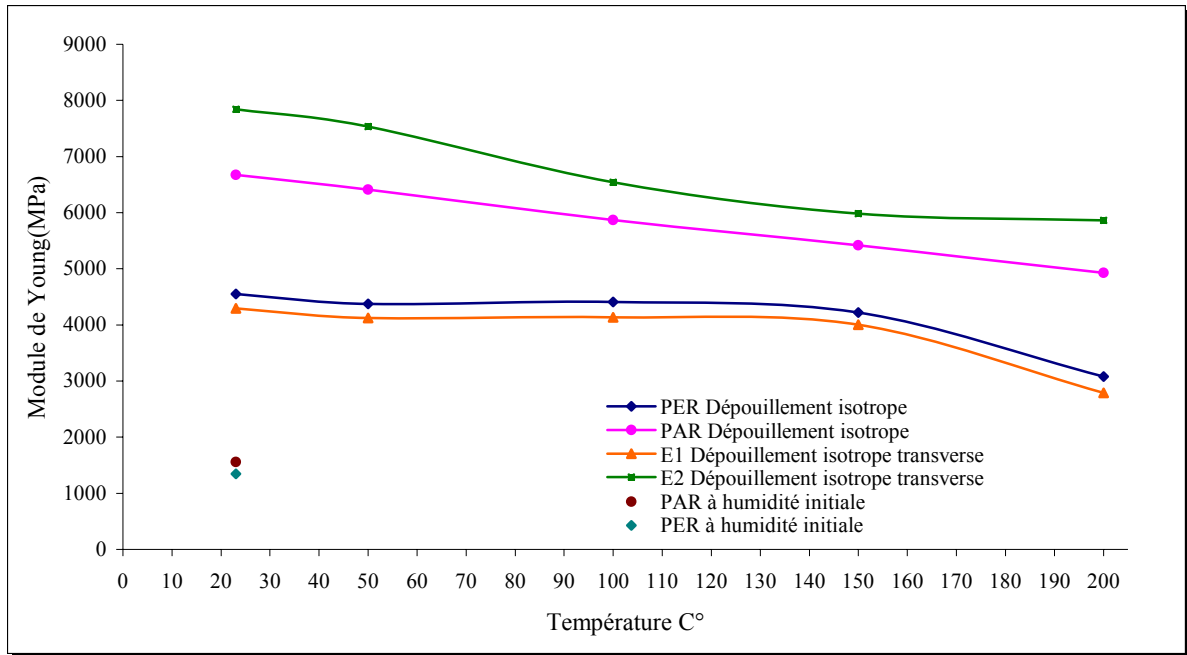


Figure 3.4. Variation des modules de Young déduits de différentes méthodes de dépouillement avec la température.

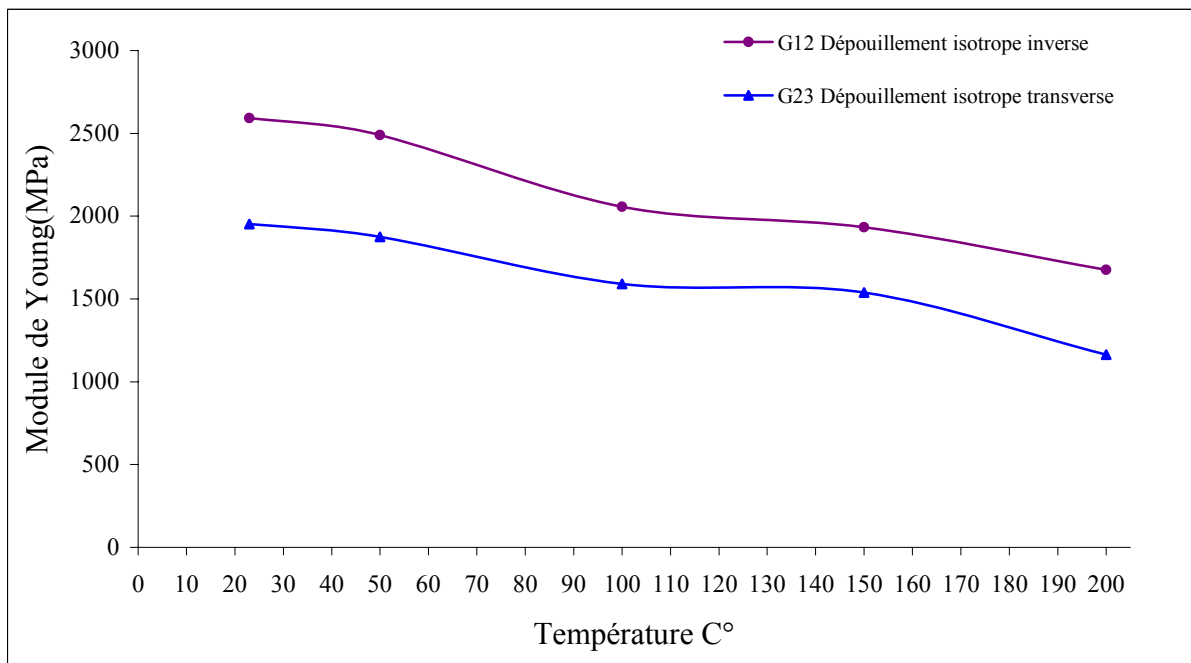


Figure 3.5. Variation des modules de cisaillement déduits de différentes méthodes de dépouillement avec la température.

A partir de la figure 3.5 nous notons que les valeurs des modules de cisaillement diminuent également en fonction de la température.

3.3.3 Influence de l'humidité relative sur les propriétés mécaniques des roches

Dans cette section, on s'intéresse à l'effet de l'humidité relative sur les propriétés mécaniques de l'argilite du Callovo Oxfordien. Comme précédemment souligné, cette argilite est impliquée dans les recherches en France sur le stockage souterrain (déchets radio actifs, ...). Comme ce stockage porte sur une longue durée, l'influence de l'humidité sur cette roche est très importante. Pour cette raison nous avons considéré différentes valeurs de l'humidité relative contrôlée (50%, 60%, 70%, 80%, 90% et 100%). Nous nous proposons dans ce qui suit d'appliquer le test de micro indentation ainsi que les méthodes de dépouillement mises au point tant pour un milieu isotrope que pour un milieu isotrope transverse. On se concentrera sur les propriétés élastiques d'échantillons à différents degrés d'humidité relative. Ce volet du travail a fait l'objet d'un partenariat avec l'ANDRA qui coordonne les recherches sur le stockage souterrain en France (cf. Sibai et al., 2008b).

Principe de la méthode de resaturation :

La méthode la mieux adaptée pour la resaturation des matériaux à très faible perméabilité est celle de la dessiccation, car l'immersion directe dans de l'eau conduit à l'éclatement des échantillons sous l'effet des forces capillaires.

La méthode de resaturation utilisée consiste donc à utiliser des solutions salines sursaturées qui vont imposer une hygrométrie constante (après stabilisation) même après un échange gazeux (figure 3.6 et photo 3.6).

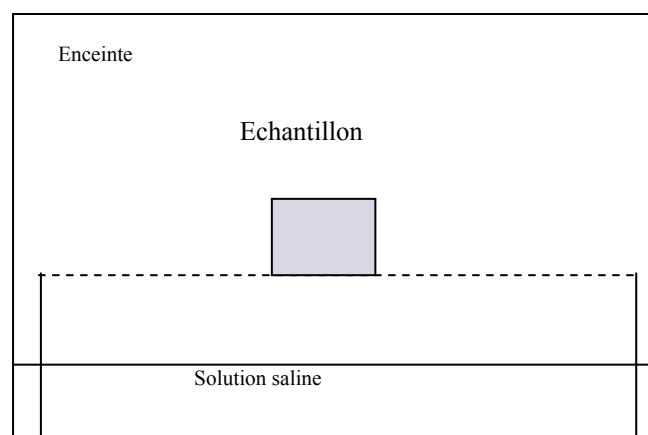


Figure 3.6. Schéma de l'enceinte d'imposition de l'humidité relative



Photo 3.7. Echantillons entreposées dans différentes solutions salines

Les produits utilisés pour les solutions sont données dans le tableau 3.5. Les solutions sont composées d'environ 20-40g de chaque produit ajouté à 50-100g d'eau, le tout dans des enceintes de 0.75 à 1 litre. Le dosage a été effectué par ajouts successifs de produit jusqu'à avoir sursaturation durable. L'hygrométrie est mesurée à l'aide d'un hygromètre FISCHER (Hr de 25 à 100% avec une précision de $\pm 3\%$). Il faut noter que la différence entre le degré de saturation théorique et effectif est due à l'impureté de la solution et que les résultats qui seront pris comme référence dans l'étude sont les valeurs effectives.

L'argilite considérée provient d'une carotte prélevée à 415m de profondeur ; elle a une humidité naturelle variant entre 60 et 70%. Pour connaître le degré de saturation initiale exacte de la roche (S_r) nous avons mesuré la teneur en eau w de l'échantillon qui est de l'ordre de 3.5%. Puis on considère la relation suivante :

$$S_r = w \cdot \gamma_d / n \cdot \gamma_w \quad \text{avec} \quad \gamma_d = \gamma_h / (1+w)$$

où w est la teneur en eau, γ_d est le poids volumique du matériau sec, γ_h celui du matériau à l'état initial (humide), et γ_w celui de l'eau. Enfin, n est la porosité. Selon (Chiarelli A.S, 2000) n vaut 13%, tandis que γ_h est égal à 2.41. On en déduit donc la valeur 64% pour l'humidité relative S_r .

Les tests d'indentation ont été réalisés juste après l'ouverture de l'échantillon (humidité initiale de roche) ; ils fournissent ainsi les valeurs de modules d'Young qui correspondent à l'humidité initiale de la roche (64%).

Tableau 3.5. Solutions salines utilisées.

Bocal	Solution saline	Hr	
		Théorique	Effectif
1	K ₂ SO ₄ (Sulfate de potassium)	98%	98%
2	KCL(Chlorure de potassium)	85%	86%
3	NaCL(Chlorure de sodium)	75%	80%
4	KI(Iodure de potassium)	70%	75%
5	NaBr(Bromure de sodium)	59%	60%
6	Mgcl ₂ *(6H ₂ O)(Magnésium chlorure)	33%	46%

Les échantillons destinés à l'étude de l'humidité relative ont été laissés en bocal pendant deux mois nécessaires pour la stabilisation totale du système. Puis nous avons commencé à faire les tests d'indentation sur les échantillons sachant que nous avons utilisé les deux méthodes de dépouillement suivantes :

-un dépouillement basé sur l'hypothèse d'isotropie qui peut être justifiée par la faible anisotropie élastique attendue pour l'argilite de l'est. Les résultats sont synthétisés dans le tableau 3.6, où nous présentons les valeurs de E₂ (orientation parallèle), et celles de E₁ (orientation perpendiculaire).

Tableau 3.6. Valeurs du module d'Young (E) en MPa en fonction de l'humidité relative.

Dépouillement isotrope		
Humidité relative(%)	PAR(E2)	PER(E1)
98	2875	2410
85	3985	3300
80	4335	3315
75	4910	4095
64 (Etat initial)	5595	4600
61	5700	4840
45	7410	5220

- un dépouillement sous l'hypothèse d'isotropie transverse qui prend en compte les deux orientations parallèle et perpendiculaire à l'axe de symétrie. Les résultats sont présentés dans le tableau 3.7, où nous reportons les valeurs de E_2 (orientation parallèle), E_1 (orientation perpendiculaire), G_{12} (module de cisaillement dans le plan X_1X_2 , voir figure 3.1), et G_{23} (module de cisaillement dans le plan X_2X_3).

Tableau 3.7. Les valeurs des paramètres élastiques (en MPa) en fonction de l'humidité relative en utilisant un dépouillement isotrope transverse.

Dépouillement isotrope transverse				
Humidité relative(%)	E_1 (PER)	E_2 (PAR)	G_{12}	G_{23}
98	2395	3185	1165	1090
85	3180	4335	1460	1325
80	3200	4905	1670	1335
75	4140	5515	2175	1880
64 (Etat initial)	4620	6035	2075	1925
61	4920	6385	2555	2235
45	4980	8640	2945	2265

La synthèse (dépouillement isotrope, et isotrope transverse) des résultats (tableaux 3.6 et 3.7) est présentée et illustrée sur les figures 3.7 et 3.8. Sur la figure 3.7 on a les valeurs de module de Young en fonction de l'humidité relative, où PAR et PER correspondent respectivement aux orientations parallèle et perpendiculaire à l'axe de symétrie matérielle de la roche. On remarque que plus l'humidité relative est importante, plus le module de Young est faible. Les deux points gras indiquent les valeurs du module d'Young correspondant à l'humidité relative initiale de l'argilite obtenues par un dépouillement avec l'hypothèse d'isotropie du matériau pour les tests de micro indentation.

La deuxième remarque est la suivante : plus l'argilite de l'est est saturé, plus elle peut être considérée isotrope.

Dans le cas de l'argilite, les valeurs de E obtenues à l'aide d'un dépouillement isotrope étant proches de celles obtenues en tenant compte de l'isotropie transverse, on peut conclure qu'un dépouillement avec hypothèse d'isotrope des tests de micro indentation s'avère ici d'une précision suffisante. En particulier pour l'orientation PER, on note que les valeurs de module de Young sont quasi identiques pour les deux méthodes de dépouillement.

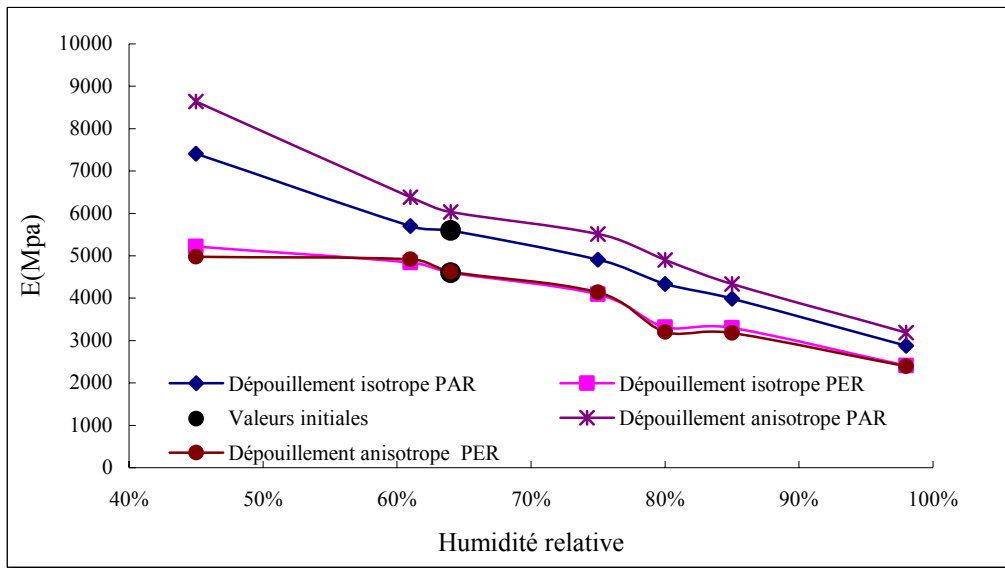


Figure 3.7. Influence de l'humidité relative sur le module de Young de l'argilite de l'Est

Sur la figure 3.8 sont illustrées les variations des modules de cisaillement G_{12} (le module de cisaillement dans le plan X_1X_2), et G_{23} (module de cisaillement dans le plan X_2X_3).

Sur la base de cette figure, il ressort que plus l'argilite est humide plus les valeurs des modules sont proches, ce qui confirme l'idée que nous pouvons traiter l'argilite comme une roche isotrope à un degré de saturation élevé. De plus on note que les valeurs diminuent significativement avec l'augmentation de l'humidité relative ;

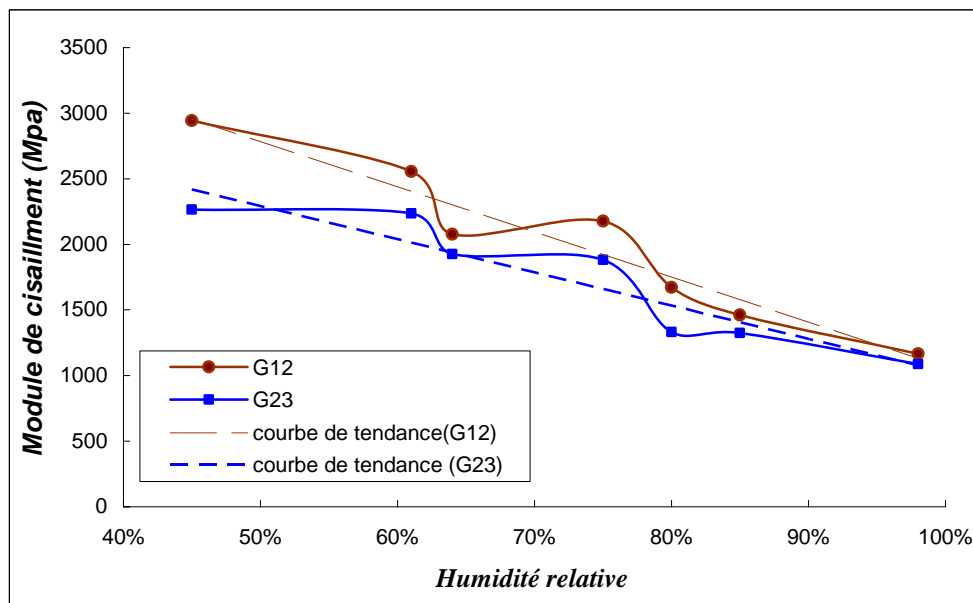


Figure 3.8. Variation des modules de cisaillement en fonction de l'humidité relative de l'argilite de l'Est.

3.4 Vérification numérique des tests d'indentation pour l'argilite de l'Est

Dans ce paragraphe, on se propose de décrire comment nous avons utilisé le code de calcul ABAQUS, dans le cas d'un matériau isotrope transverse, pour simuler l'essai de micro-indentation suivant l'axe de symétrie et dans l'axe perpendiculaire à cet axe de symétrie.

La roche simulée en 3D est représentée par un cube déformable de 2cm de cote ; l'indenteur est simulé par un corps rigide circulaire plat dont le diamètre est de 2mm ; l'indenteur est positionné sur la roche au centre de la surface (figure 3.9). Un contact sans frottement est adopté entre l'indenteur et la roche. La roche est bloquée complètement au niveau de sa base ; l'indenteur est bloqué dans toutes les directions sauf dans la direction verticale à la surface de roche. On rappelle que la roche modélisée ici est l'argilite de l'Est (Meus/Haute Marne), matériau envisagé comme possible hôte du stockage de déchets radioactifs. Il s'agit d'une roche isotrope transverse avec une anisotropie élastique légère dont les caractéristiques connues sont dans le tableau 3.8.

Tableau 3.8. Paramètres élastiques de l'argilite de callovo oxfordien

	E_1 MPa	E_2 MPa	ν_{12}	G_{12} MPa	G_{12} MPa	ν_{21}	ν_{23}
Micro indentation	4620	6035	0.23	2075	1925	0.3	0.3

Nous avons d'abord procédé à l'identification des paramètres élastiques en utilisant la méthode de dépouillement présentée ci-dessus, les paramètres obtenus sont présentés dans le tableau 3.8.

Nous avons réalisé une phase de chargement puis une phase de déchargement par déplacement imposé sur l'indenteur. Le maillage est adapté pour qu'il soit plus fin en dessous de l'indenteur (figure 3.10). Le champ de déplacement obtenu à la fin de la phase de chargement est illustré sur la figure 3.11.

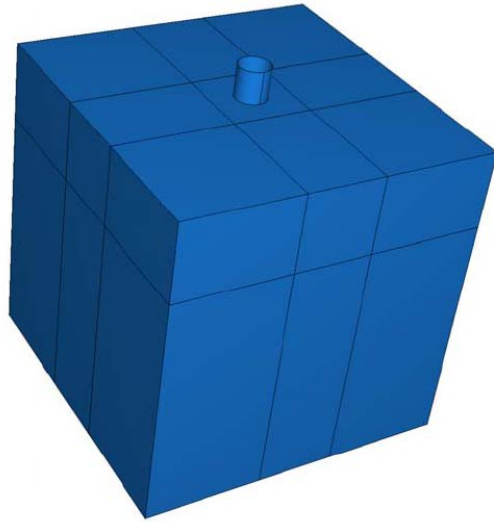


Figure 3.9. Vu générale de la géométrie utilisée pour la modélisation numérique du test d'indentation de l'argilite de l'Est.

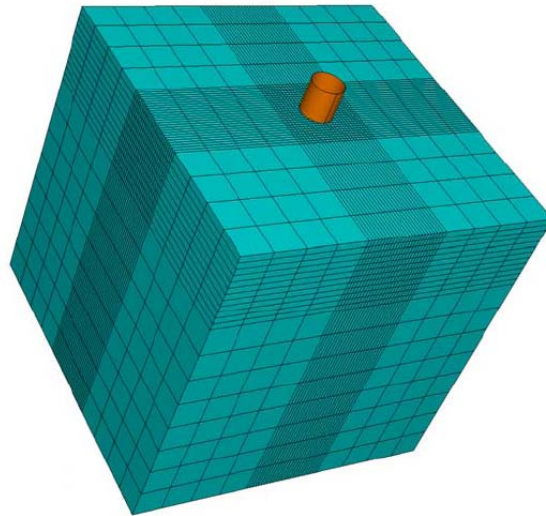


Figure 3.10. Maillage utilisé dans la modélisation de l'essai d'indentation.

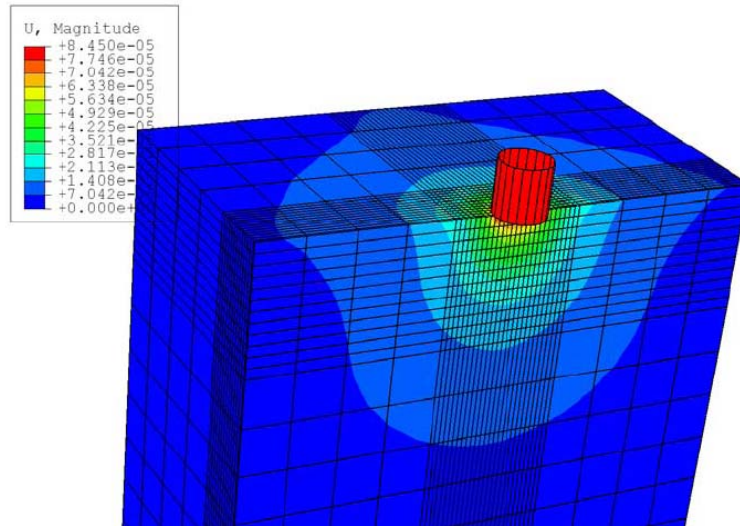


Figure 3.11. Champ de déplacement obtenu sous l'indenteur.

A la fin de la modélisation nous avons obtenu deux courbes d'indentation dans l'axe de symétrie et dans l'axe normal à l'axe de symétrie. Ces courbes représentent, comme nous l'avons vu au cours du chapitre précédent, la force appliquée en fonction du déplacement de l'indenteur. Sur la figure 3.12 nous présentons une comparaison entre les courbes expérimentales et les courbe issues de la modélisation numérique où PAR et PER correspondent respectivement aux orientations parallèle et perpendiculaire à l'axe de symétrie matérielle de la roche. Sachant que, comme au chapitre précédent, les courbes issues de la modélisation sont décalées pour bien voir la comparaison entre la pente de déchargement expérimentale et la pente issue des calculs numériques, on note à nouveau une bonne comparaison modèle numérique – expériences (tableau 3.9).

Tableau 3.9 Comparaisons entre les valeurs numérique et expérimentale des pentes issues des courbes du test d'indentation.

Orientation	Parallèle (PAR)	Perpendiculaire (PER)
Pente expérimentale(MICROPE)	3665	3145
Pente numérique(ABAQUS)	3710	3055

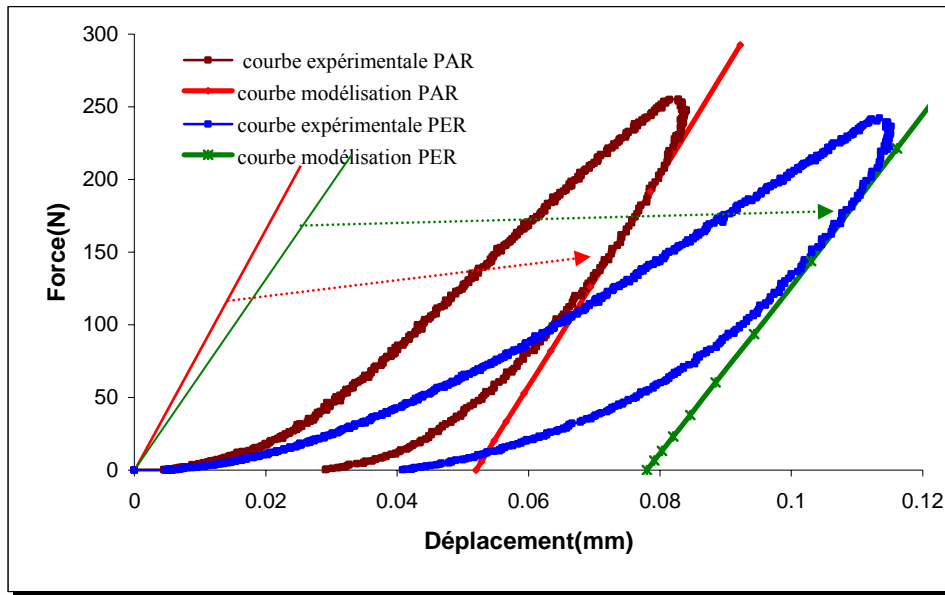


Figure 3.12. Comparaison entre les courbes numériques et les courbes expérimentales pour le test d'indentation de l'argilite

Conclusion

L'essai d'indentation est un test simple, rapide, et fiable, comme nous l'avons déjà vu. A nouveau, il importe de faire attention à la préparation des échantillons pour ce test, cette préparation ne nécessitant cependant qu'une petite quantité de roche (ce qui est un atout majeur pour faire face au problème d'échantillonnage). L'étalonnage de la machine est de manière générale très important pour éliminer l'effet de la rigidité de la machine. Nous avons proposé une méthode de dépouillement pour interpréter l'essai de micro indentation dans le cas d'un milieu isotrope transverse. Cette méthodologie complète celle déjà présentée au second chapitre. Les applications présentées dans le présent chapitre ont permis de confirmer que le test de micro indentation développé peut être adapté de façon tout à fait probante pour déterminer les propriétés mécaniques des roches isotropes transverses. De plus, ce test de micro indentation a pu être utilisé pour caractériser le degré d'endommagement des roches anisotropes, l'anisotropie induite par microfissuration et l'effet de l'humidité relative sur les propriétés élastiques d'une roche isotrope transverse. Le test doit cependant être amélioré pour déboucher sur une détermination plus quantitative des paramètres d'endommagement.

Chapitre 4

Micro compression simple et mini compression simple : applications aux roches élastoplastiques

Nous avons vu dans les chapitres précédents comment à partir du test d'indentation nous pouvons déterminer les paramètres élastiques d'une roche isotrope ou isotrope transverse. Dans ce chapitre on se propose d'abord d'identifier les paramètres de rupture C et Φ en combinant un test plastique d'indentation avec un autre, dit de micro compression simple (MCS). Ce dernier a requis un certain nombre de modifications du système MICROPE. La micro compression simple a été appliquée à diverses problématiques (effet de l'humidité relative, influence de la microfissuration thermique) pour lesquelles des résultats concernant les paramètres de rupture sont présentés en détail. Le chapitre s'achève sur le développement d'un nouveau type de test, dit de mini compression simple (MiniCS), dont l'objectif est de permettre la réalisation sur des échantillons de faible taille des essais similaires à la compression simple classique. On soulignera dès à présent que l'optimisation du test MiniCS a également nécessité une modification du logiciel de pilotage de la machine d'essai.

4.1 Détermination des paramètres de rupture C et Φ :

4.1.1 Méthodologie :

(Giroud, 1973) a établi la solution donnant la pression limite ou la pression portante exercée par une fondation rigide sur un milieu élastique isotrope dont l'épaisseur est suffisamment grande pour que le milieu soit considéré comme infini (figure 4.1).

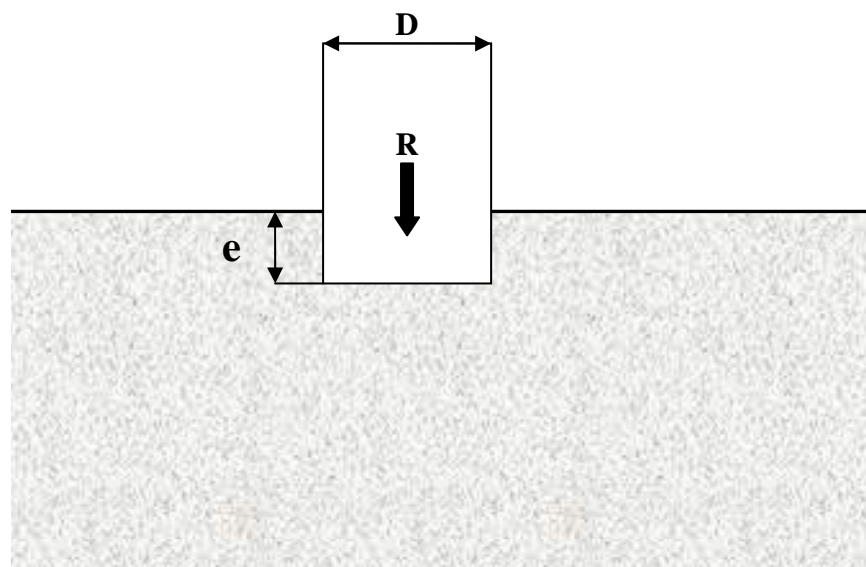


Figure 4.1. Schématisation d'une fondation en milieu isotrope infini.

R désignant la valeur de pression limite, D la largeur de la fondation ou son diamètre dans le cas d'une fondation de section circulaire plate, e l'enfoncement de la fondation dans le milieu, la pression limite est donnée par :

$$R = C.N_c + \gamma.e.N_q + \frac{1}{2}(\gamma.D.N_\gamma) \quad (4.1)$$

avec :

C : la cohésion du milieu.

γ : le poids volumique du milieu.

N_c , N_q , N_γ sont des coefficients sans dimensions qui dépendent uniquement de ϕ . Les valeurs de ces coefficients sont données dans une table en fonction de l'angle de frottement (Giroud, 1973).

La relation (4.1) lie l'angle de frottement à la cohésion d'une façon indirecte. Il convient de rappeler que le test élastoplastique d'indentation fournit un moyen de déterminer la valeur de R et celle de e correspondant à la valeur de R (voir figure 2.5). La démarche suivie requiert une autre équation reliant C et Φ . Pour cela, on considère la relation usuelle de la résistance à la rupture (R_c) en fonction de ϕ , issue du critère de Mohr-coulomb (voir chapitre 1) :

$$R_c = 2 . C . \cos\phi / (1 - \sin\phi) \quad (4.2)$$

La valeur de R_c sera obtenue à l'aide du test de micro compression simple MCS (expliqué plus loin). L'essai d'indentation même ne permet pas de déterminer la (ou une) résistance R_c , car c'est un essai de structure. Les deux relations (4.1) et (4.2) suffisent pour déterminer la valeur de Φ si la valeur de R_c est connue. Le calcul se fait à l'aide une procédure d'itération réalisée analytiquement et à l'aide du logiciel (MAPLE 8).

4-1-2 Essai de micro-compression simple (MCS) ; détermination C et

ϕ :

Le test de micro-compression consiste à utiliser deux poinçons plats parfaitement coaxiaux qui sont en contact avec l'échantillon (voir figure 4.2 et photo 4.1) ; l'épaisseur de l'échantillon est prise égale au diamètre des poinçons (en général 4 mm). Les conditions du test sont bien précises afin d'utiliser des préparations proches de celles de la micro-

indentation. En effet les surfaces de l'échantillon doivent être parfaitement parallèles, et le test sera réalisé très proche du bord de l'échantillon afin de relâcher les contraintes et de se rapprocher de l'essai de compression simple. On souhaite, tout au moins du point de vue des paramètres de résistance, que les résultats de l'essai de micro-compression soient très proches de ceux de l'essai de compression simple. La valeur au pic conduit à la résistance que nous notons σ_{mc} ou (résistance en **m**icro-compression). Cette valeur sera reportée dans la relation (4.2), pour obtenir C et Φ .

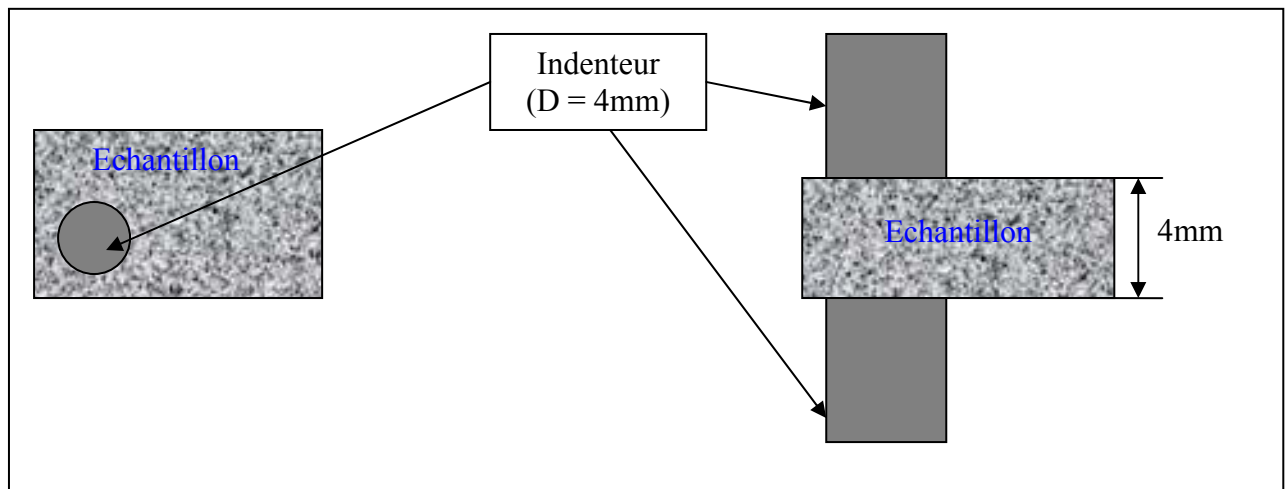


Figure 4.2. Schématisation de l'essai de micro compression simple.

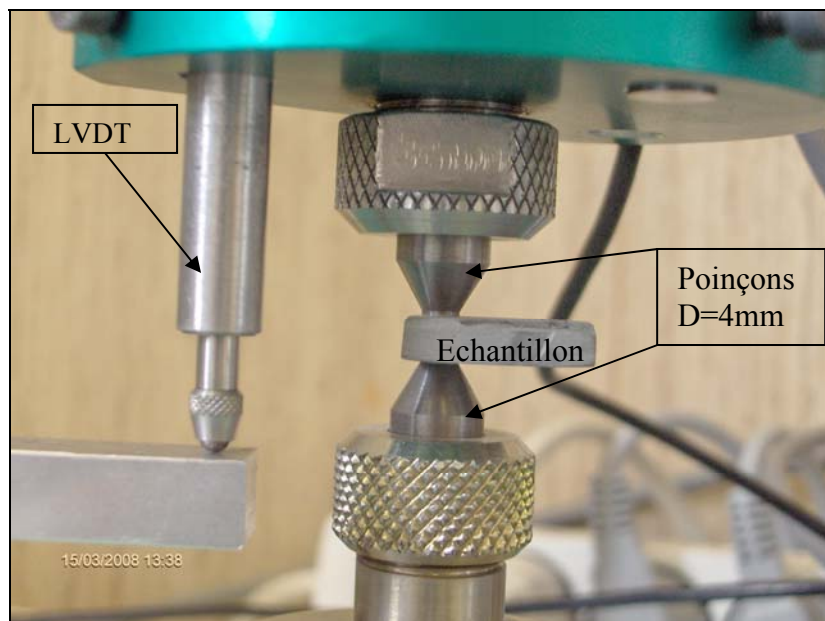


Photo 4.1. Photographie illustrant l'essai de micro compression simple

Une courbe de l'essai de micro compression simple sur la craie de Liège est présentée, à titre d'exemple, sur la figure 4.3. Cette courbe présente très similaire à celle d'un essai de compression simple classique. Cependant, nous avons constaté que seule la valeur au pic peut être exploitée, car on ne peut pas exprimer la courbe de MCS en contrainte-déformations vu la nature très spéciale de ce test. Il importe de rappeler que nous sommes ici dans un contexte d'un essai de structure même si on approche de l'essai de compression simple.

C'est pour cette raison que nous avons cherché à mettre au point un nouveau test de compression simple, susceptible de donner une courbe permettant la possibilité d'obtenir des paramètres comparables. Nous avons dénommé ce test comme celui d'une mini compression simple (MiniCS).

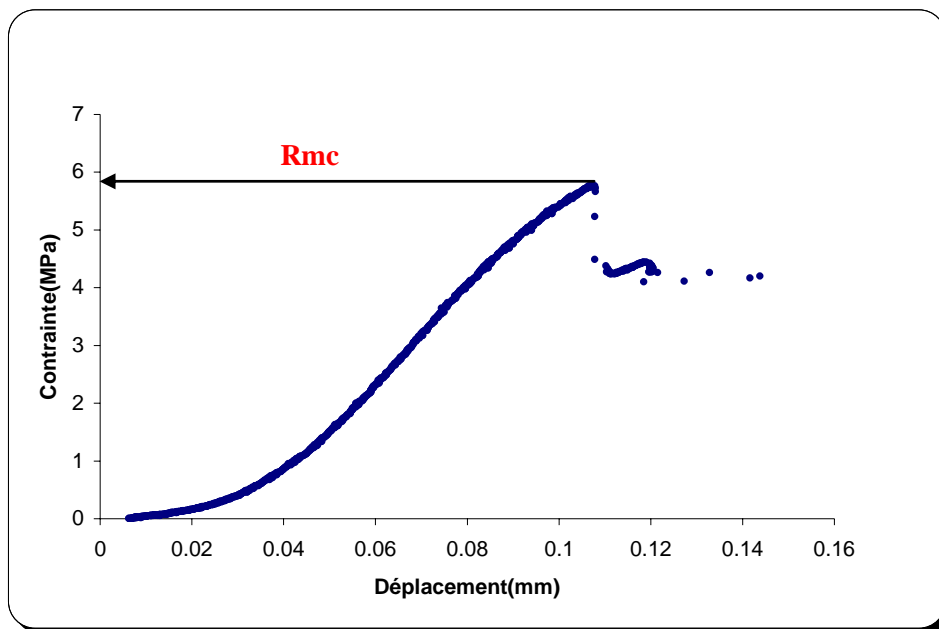


Figure 4.3. Courbe d'un test de Micro Compression Simple (MCS) sur la craie de Liège.

Sur la figure 4.3 nous avons exprimé l'axe d'ordonnées en MPa résultant de la division de la force obtenue au pic sur la surface de l'indenteur dont le diamètre est de 4mm, de sorte à pouvoir comparer la valeur du pic de 6 MPa avec celle de Geoffroy (1996) de 7 MPa. Ceci confirme que ce type de test est adapté pour la détermination de la résistance à la rupture.

4.2 Applications du test MCS aux roches isotropes et isotropes transverses :

Nous avons vu précédemment comment à partir du test de micro compression simple nous pouvons avoir la valeur de R_{mc} et, connaissant celle de R à partir d'un test plastique d'indentation, comment nous pouvons déterminer les paramètres de rupture d'une roche isotrope. Dans cette partie du chapitre nous allons d'abord déterminer ces paramètres pour le grès de Fontainebleau et pour la craie de Liège qui sont des roches isotropes. On se limitera pour le grès à l'identification de l'influence d'une microfissuration isotrope issue d'une sollicitation thermique (du type de celle considérée au chapitre 2 pour les propriétés élastiques). Puis nous essayerons d'appliquer la même méthodologie de détermination de dépouillement isotrope sur des roches isotropes transverses (argilite du Callovo Oxfordien et argilite de Clearwater) dont nous avons présenté précédemment les résultats des modules d'élasticité. La détermination des paramètres de rupture sur ces milieux isotropes transverses s'est faite en s'accommodant d'un certain nombre d'hypothèses. En particulier, les essais dans les deux directions (PER et PAR) ont été dépouillés en considérant le matériau plastiquement isotrope. La comparaison des résultats correspondant à ces deux directions donnera une idée précise sur la pertinence de l'hypothèse adoptée.

4.2.1 Paramètre de rupture pour des roches isotropes :

a- Craie de liège :

Nous présentons dans le tableau 4.1 les paramètres de rupture calculés en suivant la méthodologie expliquée au début du chapitre. La comparaison des résultats du système MICROPE avec des données de tests traditionnels (H. Geoffroy, 1996) indique une bonne concordance.

Tableau 4.1. Les paramètres de rupture pour la craie de Liège.

Paramètre de rupture	R_c (Mpa)	ν	C (Mpa)	ϕ
LML(MICROPE)	6	0,12	2	23
H. Geoffroy, 1996	7	0,13	2,6	24

Pour calculer les paramètres de rupture, nous avons commencé par faire un test d'indentation plastique pour avoir la valeur de $R = 37\text{MPa}$. Puis, et grâce au test MCS nous avons obtenu

une valeur de $R_{mc} = 6$ (figure 4.3). Avec ces deux valeurs et connaissant les valeurs de l'enfoncement $e = 0.06\text{mm}$ qui correspond à la valeur de R , nous avons pu calculer C et ϕ .

b- grès de Fontainebleau :

On souhaite évaluer l'influence d'une microfissuration isotrope sur les différents paramètres de rupture. On rappelle que les états de microfissuration isotrope ont été obtenus par sollicitation thermique à différentes températures de chauffage (300° , 500° , 600° et 800°C). De plus, des tests hydrostatiques ont montré que l'endommagement induit par cette microfissuration thermique est bien isotrope. Puis des tests de compression simple ont été réalisés à 20° , 300° , 500° , 600° et 800°C . Les résultats de ces tests ont été reportés sur la figure 2. 19 (SIBAI et al., 2003).

A partir des essais de compression simple nous pouvons déterminer la résistance à la rupture, usuelle, σ_c . Par ailleurs, des tests de micro compression simple que nous avons réalisés sur le grès de Fontainebleau permettent d'avoir la valeur de σ_{mc} (résistance à la rupture issue du test de **micro** compression simple). La figure 4.4 montre la comparaison entre les valeurs de σ_c et celles de σ_{mc} (système MICROPE). Nous constatons que la forme de deux courbes est très similaire. On note que l'échantillon correspondant à une température de 800°C donne les valeurs les plus faibles dans les deux cas.

Les valeurs de σ_{mc} sont plus faible que celles de σ_c , cette différence étant de l'ordre de 20% , ce qui est tout à fait acceptable compte tenu de la nature délicate et nouvelle du test de micro compression qui nécessite des échantillons très difficiles à préparer (4 mm d'épaisseur).

La figure 4.5 reprend les mêmes données en normalisant les valeurs de la résistance (σ_{mc} , σ_c) à différentes températures par celles de (σ_{mcv} , σ_{cv}) à 20°C . On constate que dans les deux cas, les variations des valeurs de rapports sont faibles jusqu'à 500°C , En revanche, une chute importante est notée pour la température de 800°C pour laquelle les valeurs sont nettement plus faibles. Nous constatons aussi que les deux types de test donnent des résultats très proches, sauf pour la température élevée de 800°C .

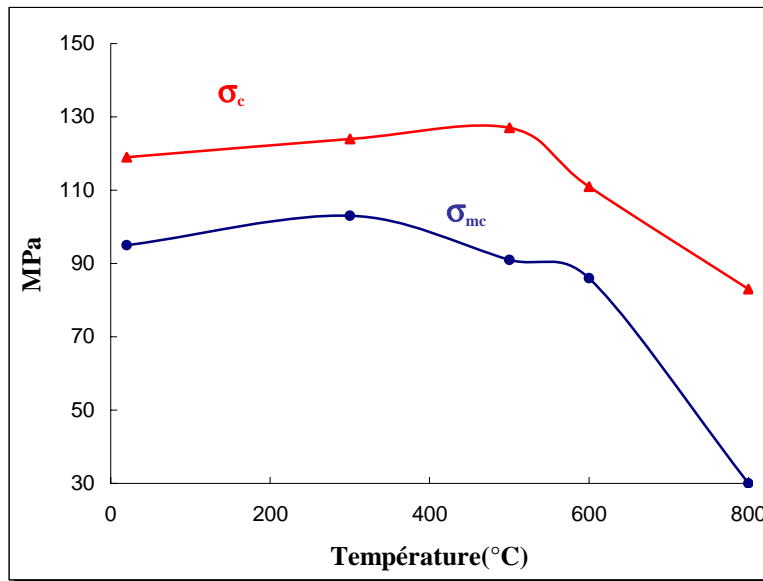


Figure 4.4 : Comparaison des valeurs de la résistance pour les essais de compression simple et les essais de micro compression

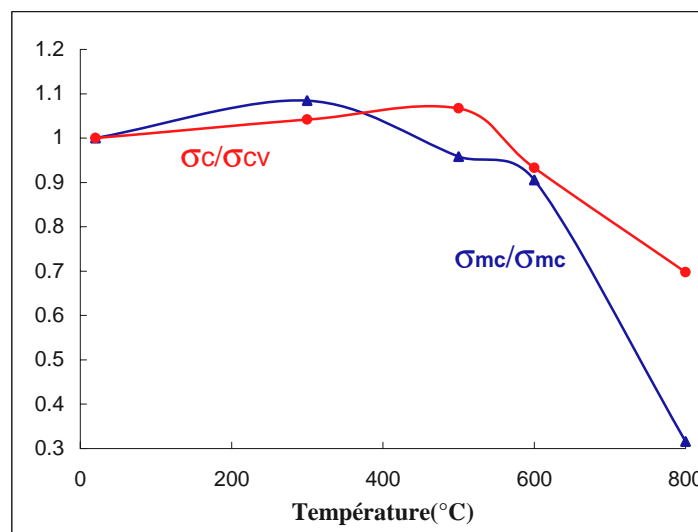


Figure 4.5: Comparaison des valeurs des rapports de la résistance pour les essais de compression simple et les essais de micro compression.

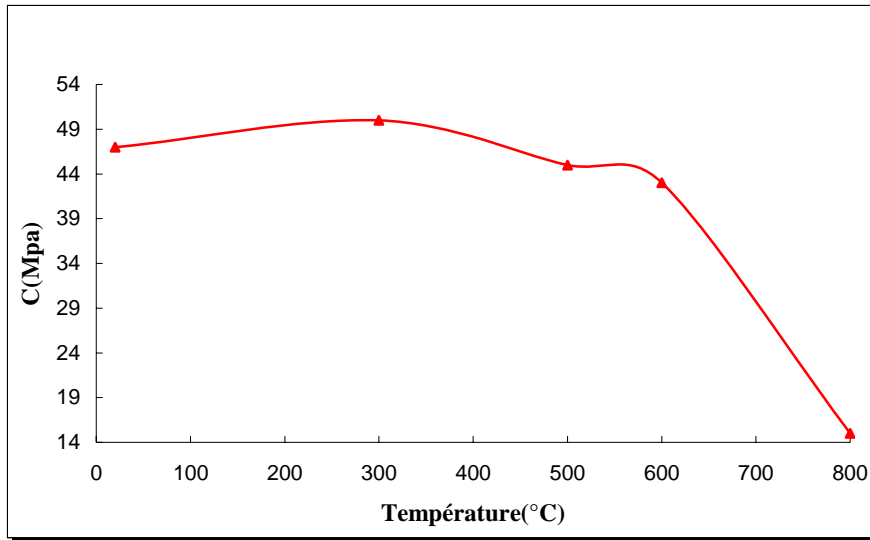


Figure 4.6: Valeurs de la cohésion C en fonction de la température.

La figure 4.6 montre la variation des valeurs de la cohésion C en fonction de la température de chauffage. On note une dégradation importante de la cohésion, tout à fait similaire à celle observée pour la résistance Rmc.

La figure 4.7 montre la variation des valeurs de l'angle de frottement ϕ en fonction de la température de chauffage. Nous constatons que l'angle de frottement reste presque constant jusqu'à 600 °C, puis sa valeur augmente brutalement après 800 °C.

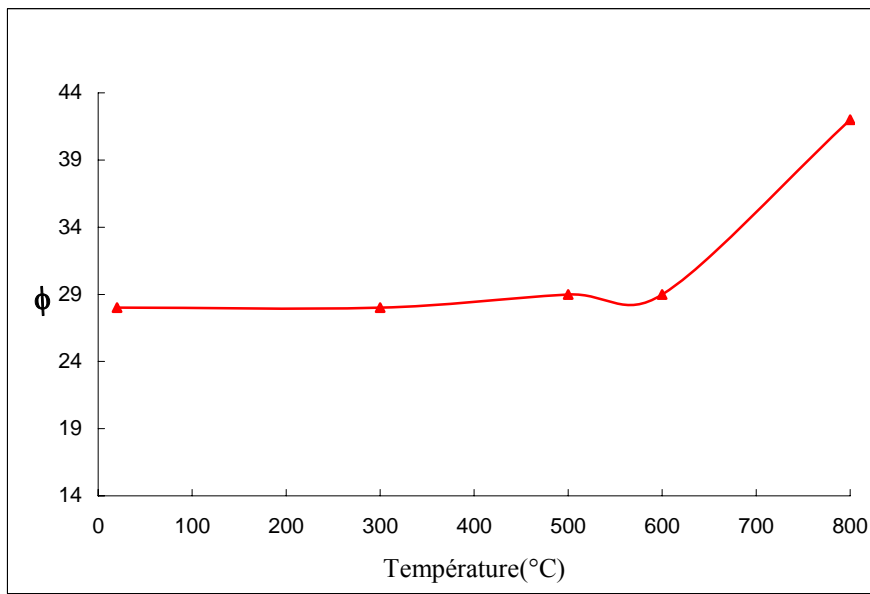


Figure 4.7: Valeurs de l'angle de frottement en fonction de la température.

4.2.2 Application à l'étude de l'effet de l'endommagement thermique pour une roche isotrope transverse (essais sous température)

Nous rappelons d'abord que le chapitre 3 fourni des indications sur la préparation des échantillons de l'argilite de Clearwater ainsi que des résultats concernant l'effet de la température sur les modules d'Young et de cisaillement (paramètres de l'essai d'indentation). Dans ce qui suit nous évaluons l'effet de la température sur les paramètres de rupture de cette argilite, les essais étant réalisés sous différentes températures (23°C, 50°C, 100 °C, 150°C, 200°C), c'est-à-dire sans refroidissement.

Les premiers tests de micro compression simple (MCS) ont été effectués juste après le découpage des échantillons afin de déterminer les propriétés mécaniques de l'argilite à l'état initial (température ambiante et humidité initiale). La photo 4.2 montre la mise au four des échantillons.

Pour faire les tests sous température nous avons chauffé la zone de test à la même température que les échantillons testés.



Photo 4.2 : Échantillons du test de MCS dans le four.

Les valeurs des paramètres de rupture (résistance à la rupture et la cohésion) obtenues ont été rassemblées dans le tableau 4.2, et sur les figures 4.8 et 4.9. La procédure adoptée n'a pas pu converger pour ϕ ; ce qui aboutit au fait que cette grandeur est resté indéterminée.

Tableau 4.2 : Valeurs de la résistance à la rupture et de la cohésion en fonction avec la température.

Paramètres de rupture							
	T (°C)	23°C et à l'humidité initiale	23	50	100	150	200
PER	Rmc (MPa)	17	43	53	53	50	46
	R (MPa)	41	84	90	94	96	80
	C (MPa)	8	21.5	26.5	26.5	25	25
PAR	Rmc (MPa)	14	40	48	43	40	36
	R (MPa)	21	76	89	85	85	80
	C (MPa)	7	20	24	21.5	20	18

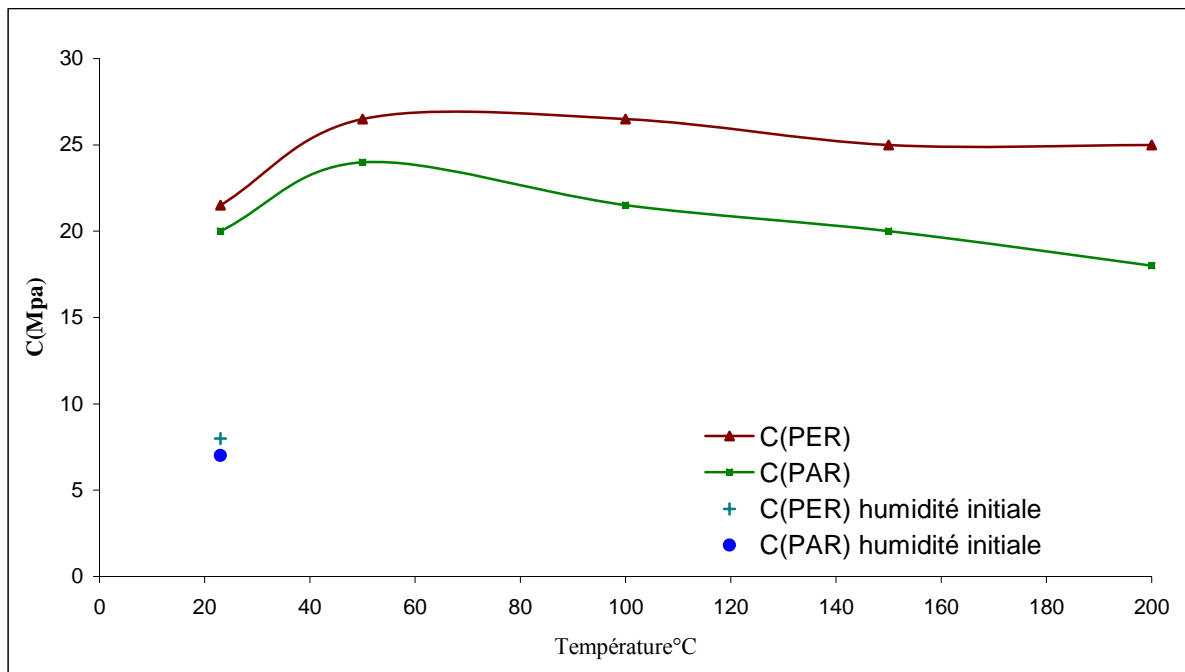


Figure 4.8: Variation de la cohésion avec la température.

La figure 4.8 indique la variation de la cohésion calculée à partir des tests de MCS. Nous constatons une augmentation des valeurs de C jusqu'à une température de 50 °C, puis une diminution après 50 °C. Il faut noter aussi que l'écart entre les deux orientations est relativement faible, ce qui suggère indirectement une faible anisotropie plastique. Néanmoins, cet écart augmente de plus en plus avec la température.

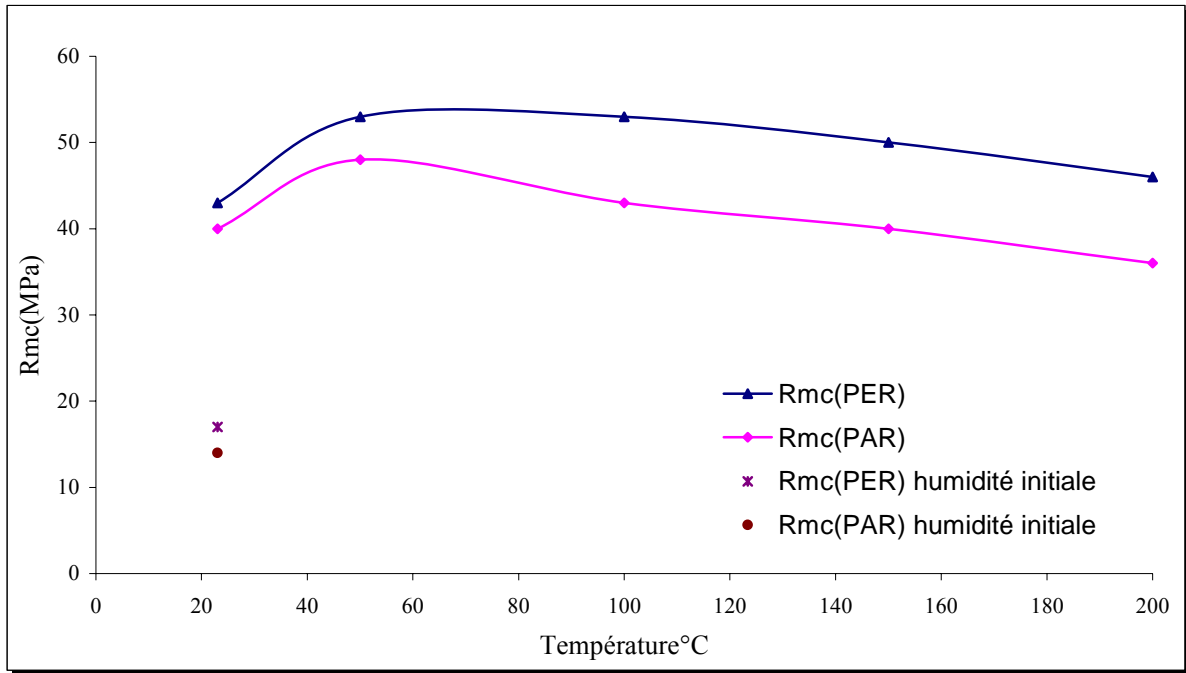


Figure 4.9: la variation de la résistance à la rupture(Rmc) avec la température.

Sur la figure 4.9 nous présentons les valeurs de Rmc en fonction de la température. Le constat est similaire à celui indiqué pour la cohésion : les valeurs augmentent jusqu'à 50 °C puis commencent à baisser ; l'anisotropie suggérée reste faible.

4.2.3 Influence de l'humidité relative sur les paramètres de rupture de l'argilite du Callovo Oxfordien :

Dans cette section, on s'intéresse à l'application du test de MCS sur des échantillons d'argilite du Callovo Oxfordien. On rappelle que cette argilite est impliquée dans les recherches en France sur le stockage souterrain (déchets radio actifs, ...). Et comme le stockage porte sur une longue durée, l'influence de l'humidité sur cette roche s'avère une donnée déterminante. C'est pour cette raison que nous avons considéré différentes valeurs de l'humidité relative contrôlée (50%, 60%, 70%, 80%, 90% et 100%) dont l'effet sur l'élasticité a été déjà analysé dans le chapitre 3.

Le principe de la méthode de resaturation a été déjà expliqué lors de l'étude de l'élasticité de l'argilite : elle est basée sur la dessiccation, car l'immersion directe dans de l'eau conduit généralement à l'éclatement des échantillons sous l'effet des forces capillaires. La méthode de resaturation consiste donc à utiliser des solutions salines sursaturées qui vont imposer une

hygrométrie constante (après stabilisation) même après un échange gazeux (voire figure 3.6). Les échantillons ont été laissés en bocal pendant deux mois, ces deux mois étant nécessaires pour la stabilisation totale du système dans les bocaux.

Sur la figure 4.10, nous présentons la variation de la résistance à la rupture en fonction de l'humidité relative dans les deux directions (PER et PAR). Les courbes de tendance indiquent une baisse significative ; on note que les valeurs suivant la direction PER sont toujours supérieures à celles correspondant la direction PAR. Cette constatation se trouve confirmée pour la cohésion sur la figure 4.11 qui illustre la variation des valeurs de ce paramètre avec l'humidité relative.

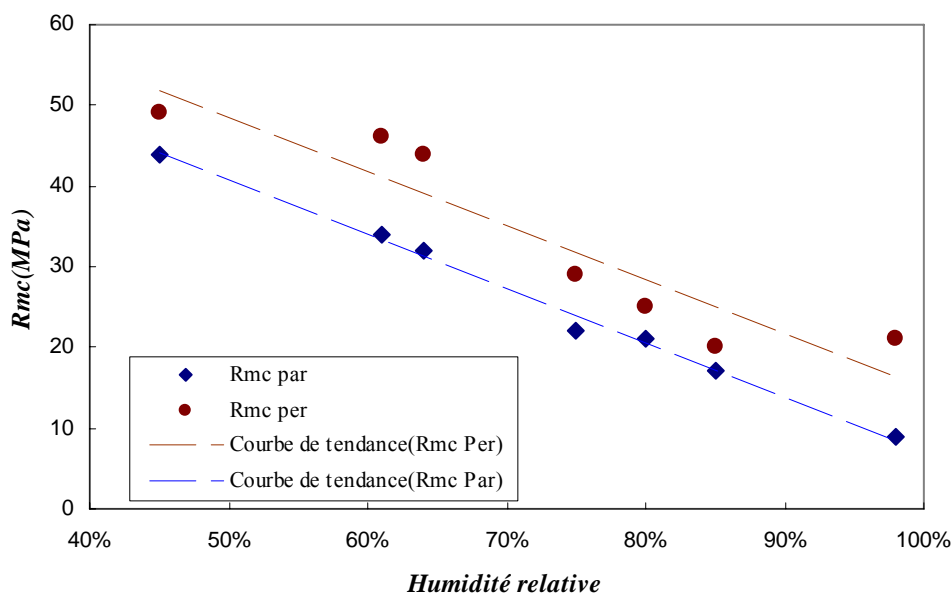


Figure 4.10. Variation de la résistance à la rupture en fonction de l'humidité relative.

De manière générale, ces derniers résultats, avec ceux de chapitre 3, indiquent que plus l'argilite est humide plus ses propriétés mécaniques et ses paramètres de ruptures sont détériorés.

Enfin, nous présentons sur la figure 4.12 la variation de l'angle de frottement Φ en fonction de l'humidité relative. Les résultats obtenus présentent une forte dispersion, mais il est quand même possible de dégager une tendance de la variation de Φ , Nous remarquons en effet que, de manière générale, la valeur de l'angle de frottement augmente avec l'humidité relative.

Il importe de souligner que cette dispersion est due à l'absence d'une méthode stricte permettant le calcul de l'angle de frottement grâce au test indentation dans le cas d'un milieu

isotrope transverse. En effet la méthode du calcul utilisée revient à considérer chaque orientation de la roche comme une roche isotrope et résoudre le problème de C et phi par une approche isotrope. Or il est très possible que l'anisotropie affecte également la plasticité. C'est un point qui nécessitera des développements futurs.

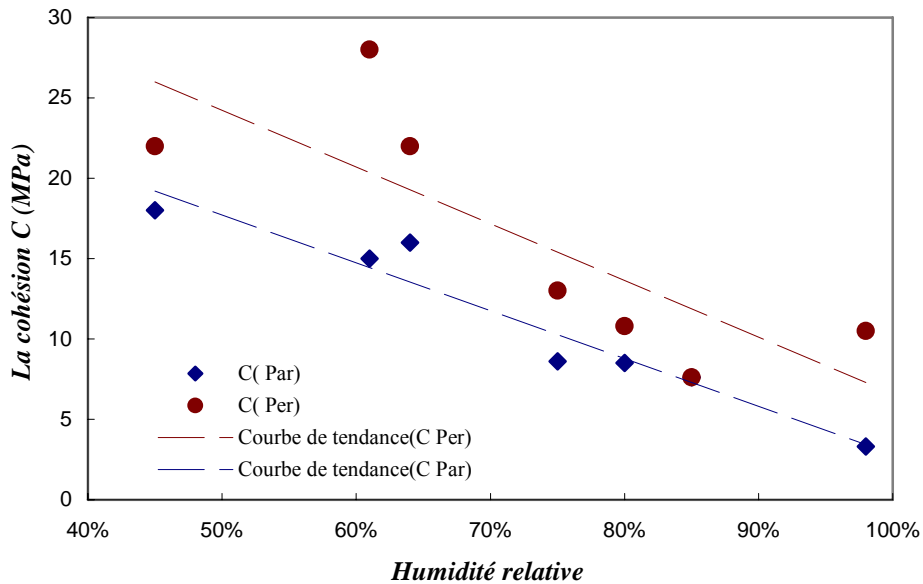


Figure 4.11. Variation de la cohésion C en fonction de l'humidité relative.

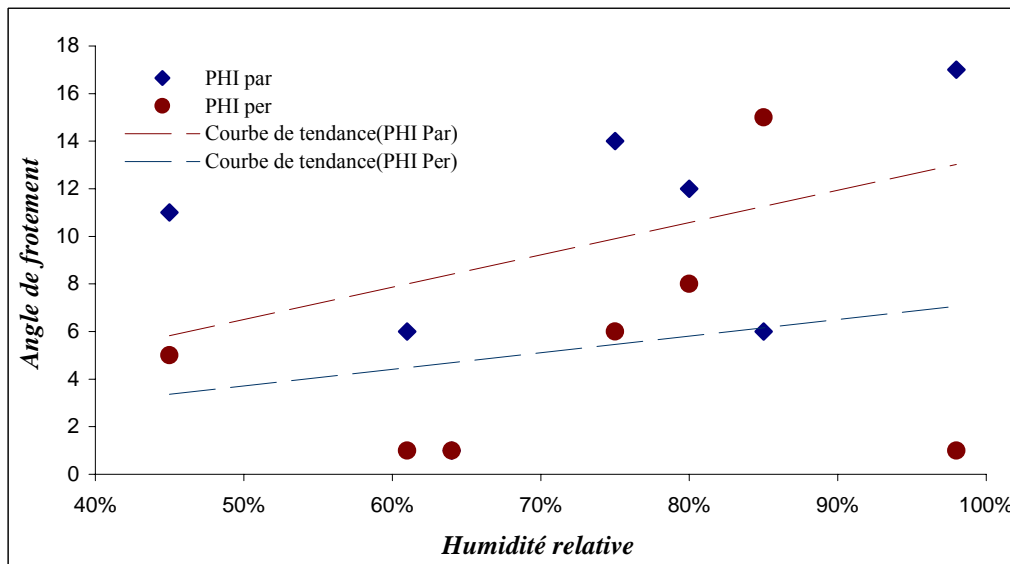


Figure 4.12. Variation de Φ en fonction de l'humidité relative.

Dans le tableau 4.3, nous présentons une synthèse des résultats concernant les paramètres de rupture de l'argilite de l'est.

Tableau 4.3. Variations des paramètres de rupture en fonction de l'humidité relative.

Humidité relative(%)	Rmc (MPa)		C (MPa)		Φ	
	PAR	PER	PAR	PER	PAR	PER
98	9	21	3.3	10.5	17	1
85	17	20	7.6	7.6	6	15
80	21	25	8.5	10.8	12	8
75	22	29	8.6	13	14	6
64(Etat initial)	32	44	16	22	1	1
61	34	46	15	28	6	1
45	44	49	18	22	11	5

Pour résumer, il doit être souligné que la courbe de MCS n'a pu être utilisée que pour la valeur de la résistance. Elle n'a pas pu être exploitée pour les autres paramètres de rupture ; à cela s'ajoutent les difficultés de calcul de Φ . Ce dernier point peut d'ailleurs expliquer en partie les imprécisions observées sur les valeurs de Rmc. Cet ensemble d'observation a motivé le développement d'un nouveau test, dit de Mini Compression Simple (MiniCS), susceptible de permettre la détermination des mêmes paramètres qu'un test de compression simple classique.

4.3 Essai de mini compression simple (MiniCS) et modification du logiciel MICROPE

4.3.1 Présentation générale du test : dispositif expérimental et procédure

L'intérêt du test de mini compression réside dans le petit volume d'échantillons utilisé pour réaliser un essai du même type que la compression simple classique (CS). De plus, ce test qui ne prend que quelques minutes est en mesure de fournir une courbe contrainte-déformations (axiale et latérale), ce qui autorise le calcul du module d'Young et du coefficient de Poisson. Rappelons d'abord que pour les tests standards de compression simple (CS), des échantillons cylindriques de diamètre 37mm et de hauteur 74mm sont généralement considérés.

Pour un test de mini compression simple (MiniCS), les dimensions de l'échantillon sont choisies de l'ordre de 11mm de diamètre et de 22mm d'hauteur. La photo 4.3 illustre la comparaison de la taille les deux types d'échantillons.

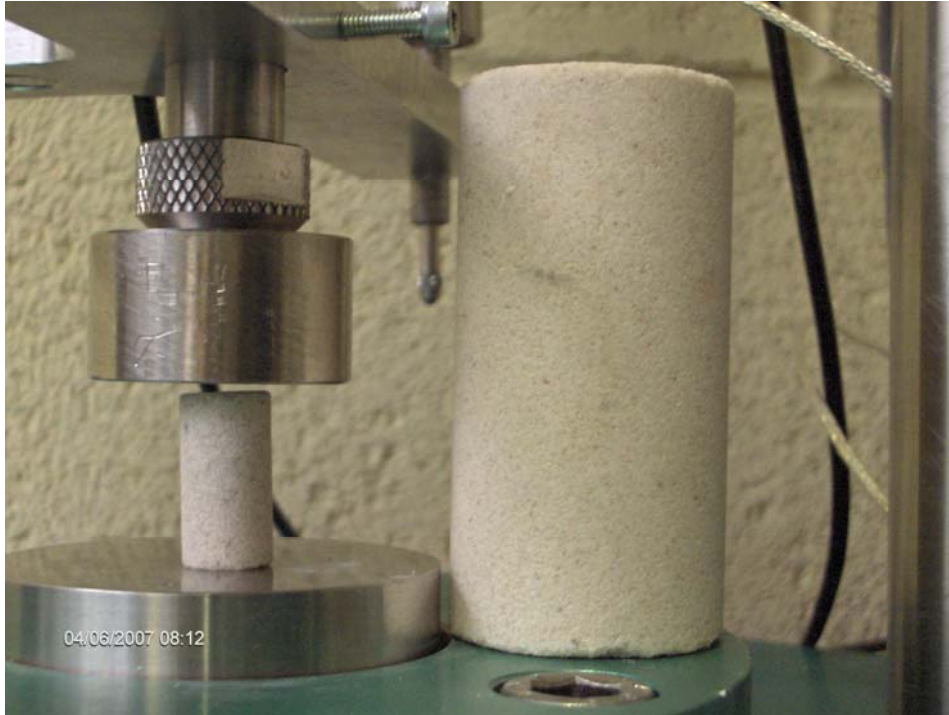


Photo 4.3. Comparaisons des dimensions des échantillons de compression simple (CS) et de Mini compression simple (MiniCS).

Pour la réalisation des tests de mini compression simple, avec des dimensions de l'échantillon aussi petites, nous avons été amenés à faire un certain nombre de modifications, en particulier sur la machine d'indentation. Plus précisément, nous avons ajouté un piston adapté pour appliquer la charge désirée sur l'échantillon. La mesure des déformations axiales a été réalisée à l'aide de capteurs LVDT. Pour la mesure des déformations latérales nous avons utilisé un collier avec un pont complet de jauges. Ce système de mesure est une proposition originale dans notre laboratoire car cela permet de se passer du collage de jauges sur les échantillons. L'intérêt d'un tel procédé est très important dans le cas de petits échantillons sur lesquels il est difficile (voire impossible) de coller des jauges. La photo 4.4 montre les modifications du système MICROPE. Pendant le test, le piston descend avec une vitesse de chargement fixée. Puis nous mesurons les déformations axiales et latérales de la roche jusqu'à la rupture. Enfin, les données de mesure collectées sont traitées pour obtenir les courbes

contrainte-déformation de la roche étudiée.

Compte tenu de la nécessité de faire des cycles de chargement-déchargement, nous avons également dû modifier le logiciel de pilotage de la machine d'essai qui ne permettait pas de réaliser des cycles.



Photo 4.4. Modifications de la machine pour le test de MiniCS

La figure 4.13 illustre l'organigramme de la procédure du test d'indentation avec l'ancien logiciel du système Micrope, tandis que la figure 4.14 présente le nouvel organigramme après modification.

L'ancien logiciel permettait de faire une phase de chargement puis une phase de relaxation et enfin une phase de déchargement, sachant que nous sommes obligés de passer par ces phases et en respectant l'ordre indiqué. La modification a porté essentiellement sur la possibilité de basculer vers n'importe quelle phase à tout moment durant le test. Autrement dit, nous avons gagné avec ces modifications une liberté totale dans la réalisation du test. Nous pouvons ainsi faire des cycles de chargement et déchargement autant de fois que nous le souhaitons. Il est même possible de faire des demi-cycles, etc..... (Voir figure 4.14).

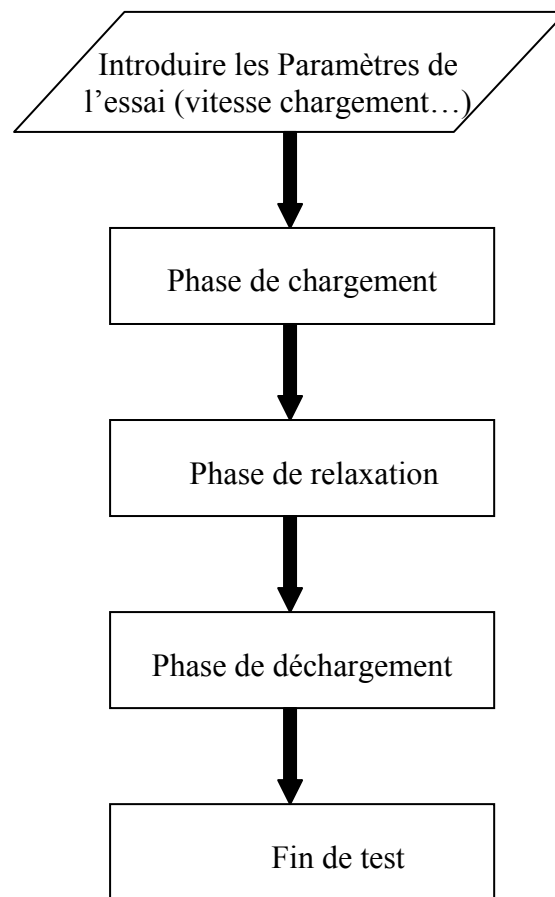


Figure 4.13. Procédure du test de micro compression avec l'ancien logiciel MICROPE

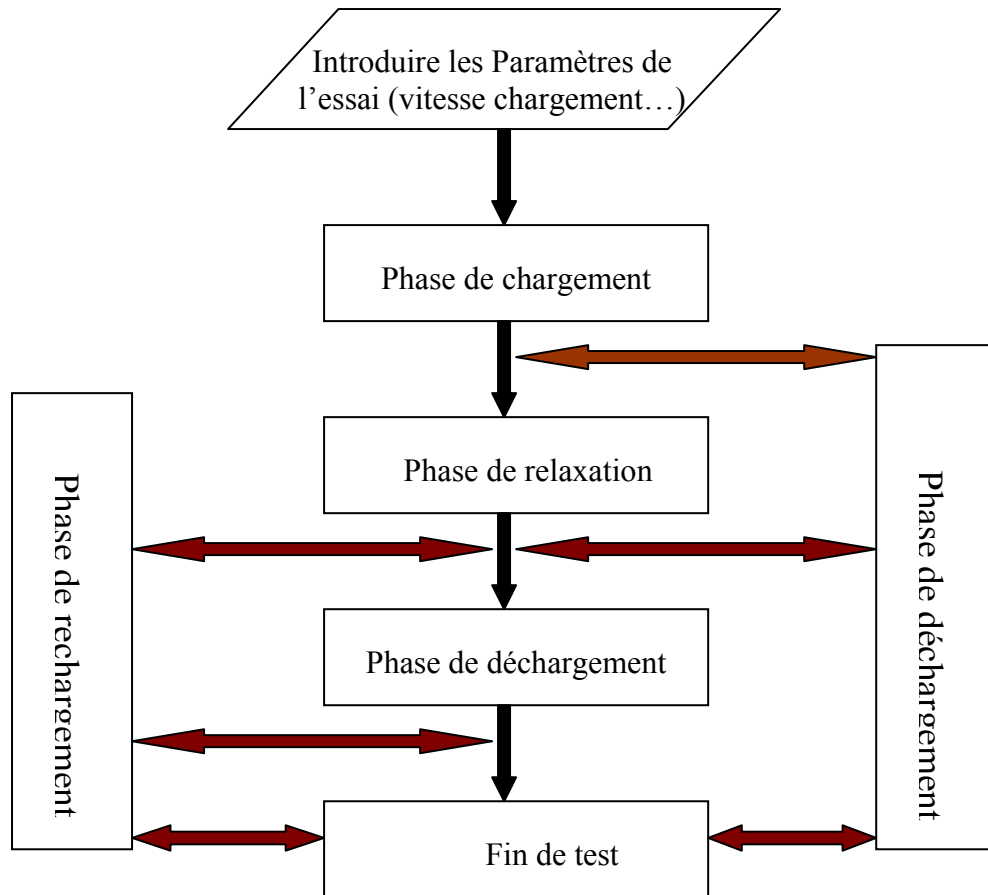


Figure 4.14. Procédure du test de micro compression après les modifications du logiciel MICROPE.

4.3.2 : Préparation des échantillons du test de mini compression simple

La préparation des échantillons est très importante pour ce type de test. En effet, il faut s'assurer que les opérations de carottage et de rectification des surfaces des échantillons soient très bien faites. La garantie d'une surface latérale très bien réalisée est indispensable pour mesurer des déformations latérales. De plus, pour les deux autres surfaces il faut que ces surfaces soient bien parallèles et les plus lisses possible pour diminuer le frottement entre la base et la surface inférieure d'une part et entre le piston et la surface supérieure d'autre part. Pour ce faire nous utilisons tout d'abord **une scie à file** (photo 4.5), très précise, qui permet d'assurer un parallélisme très satisfaisant. Le principe de travail de cette scie est la coupe par

un fil diamanté tendu verticalement et qui réalise un circuit fermé. La partie verticale du fil bouge dans les deux sens (montant et descendant). Il coupe donc la roche qui est en contact avec le fil, et qui est tirée par une masse faisant bouger la table où est fixée la roche.

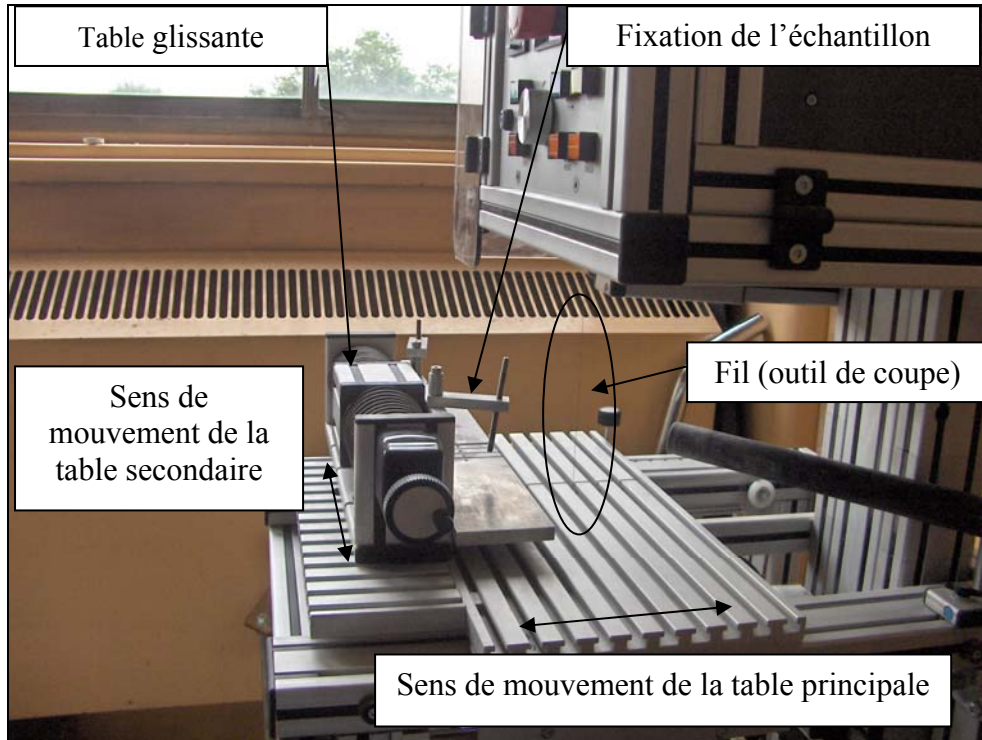


Photo 4.5 : Photographie des principales parties de la scie à fil.

Le deuxième outil dont nous nous servons pour préparer les échantillons est une carotteuse spéciale conçue pour carotter des échantillons de petite taille (photo, 4.6 et 4.7).



Photo 4.6 : Vue générale de la carotteuse.

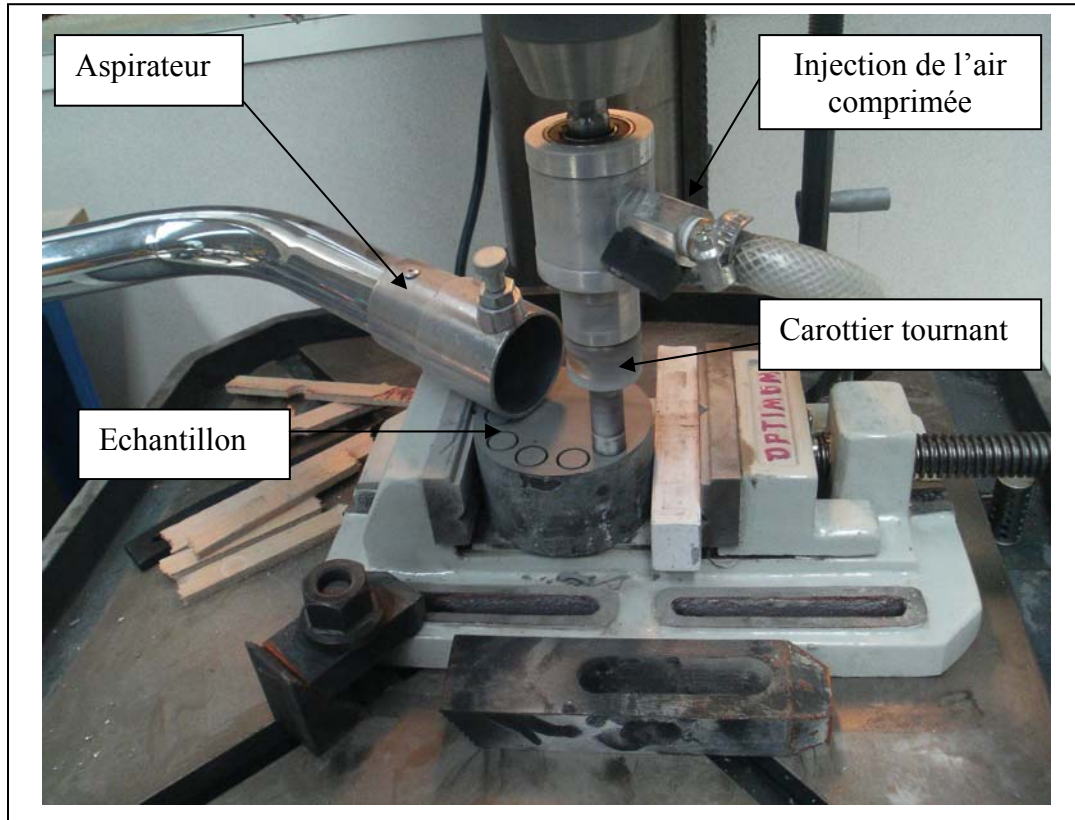


Photo 4.7 : Vue détaillée de différentes parties de la carotteuse.

Pour cette carotteuse nous pouvons contrôler la vitesse de rotation et la vitesse de descente et surtout nous pouvons avoir des vitesses bien adaptées à la roche carottée.

Finalement pour rectifier les deux surfaces de l'échantillon carotté, nous utilisons une polisseuse (photo 4.8) dont le principe de travail est simple. En effet l'échantillon est maintenu dans un support dont l'épaisseur est légèrement inférieure à celle de l'échantillon. Le support est posé sur un disque tournant sur lequel nous avons fixé un papier abrasif. Le support est ainsi pris en tenaille entre une mâchoire qui bouge latéralement en aller et retour. Une fois la première surface réalisée, nous retournons le support sans débloquent l'échantillon, puis travaillons la deuxième surface.



Photo 4.8 : Les différentes parties constitutives de la polisseuse.

4.3.3 : Etalonnage Préalable aux mesures de déformation :

Un étalonnage précis est nécessaire pour ce test.

Etalonnage des déformations axiales mesurées par les LVDT

Le but de cet étalonnage est d'éliminer les effets indésirables de la rigidité de la machine. Le principe de l'étalonnage réalisé est simple : nous effectuons un essai sur un étalon dont les

propriétés mécaniques sont bien connus (aluminium dans notre cas), et les dimensions sont les mêmes que les vrais échantillons de la roche. La courbe obtenue représente la réponse cumulée de la machine et l'étalon. Par ailleurs, nous avons obtenu la courbe contrainte-déformation de l'aluminium (la valeur de module de Young étant connue). A partir des deux courbes (expérimentale et théorique) de l'aluminium, on peut alors évaluer la réponse de la machine que nous devons soustraire lors de chaque test effectué pour obtenir la réponse mécanique de la roche.

La figure 4.15 présente les courbes d'étalonnage avec quelques cycles de chargement-déchargement-rechargement.

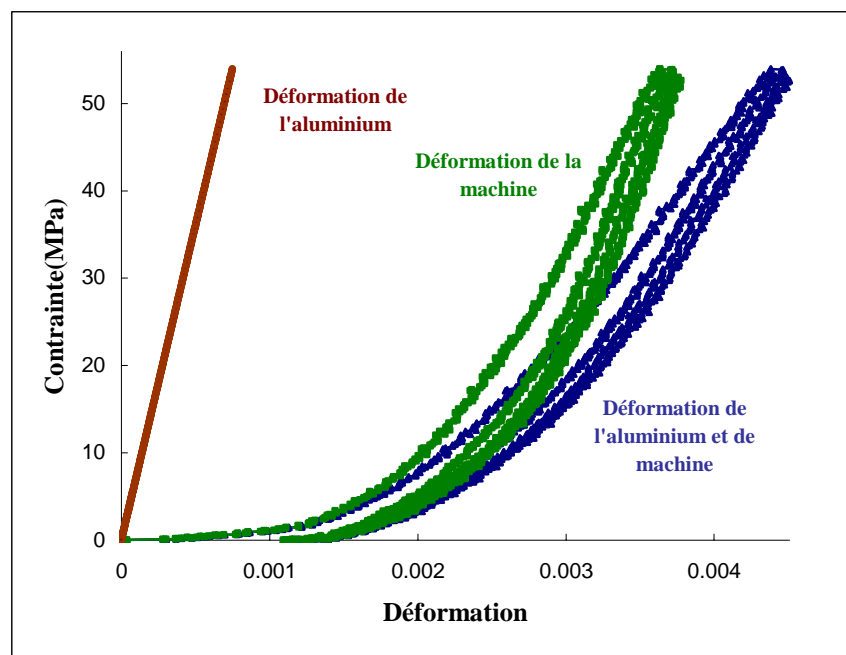


Figure 4.15. Résultat issu de l'étalonnage du test de mini compression simple.

Étalonnage des déformations latérales mesurées par le collier

Au début du test, le collier entoure solidement l'échantillon grâce à la petite différence entre le diamètre de celui-ci et le collier. On notera en plus qu'il y a un ressort qui applique une force initiale de serrage sur l'échantillon. Puis quand l'échantillon se déforme latéralement, le collier s'ouvre également et comprime une lame métallique qui s'incline sous cette pression (photo 4.9). Les déformations mesurées par les jauges fixées sur cette lame et montées en pont complet vont permettre de remonter directement à l'ouverture de collier grâce à une courbe d'étalonnage déterminé à partir d'un outil mesurant le diamètre du collier utilisé et permettant également de modifier la valeur de ce diamètre.

Le principe d'étalonnage est simple : nous fixons l'outil dans le collier puis nous imposons une valeur d'ouverture de collier. Nous recevons le signal électrique correspondant ; ce geste est répété trois fois, ce qui permet d'obtenir la courbe d'étalonnage (figure 4.18).

Cette courbe est généralement linéaire, ce qui justifie qu'il suffit d'entrer dans la machine d'acquisition deux points de cette courbe.

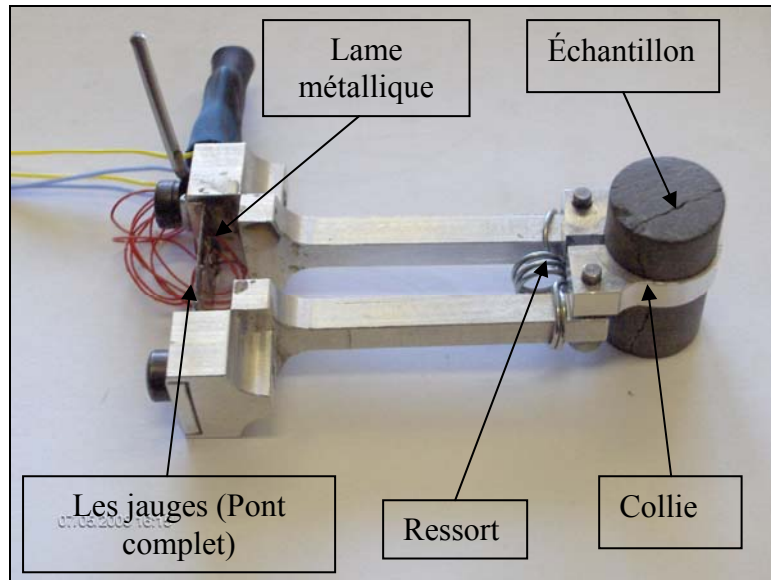


Photo 4.9. Différentes parties du collier de mesure de déformations latérales.

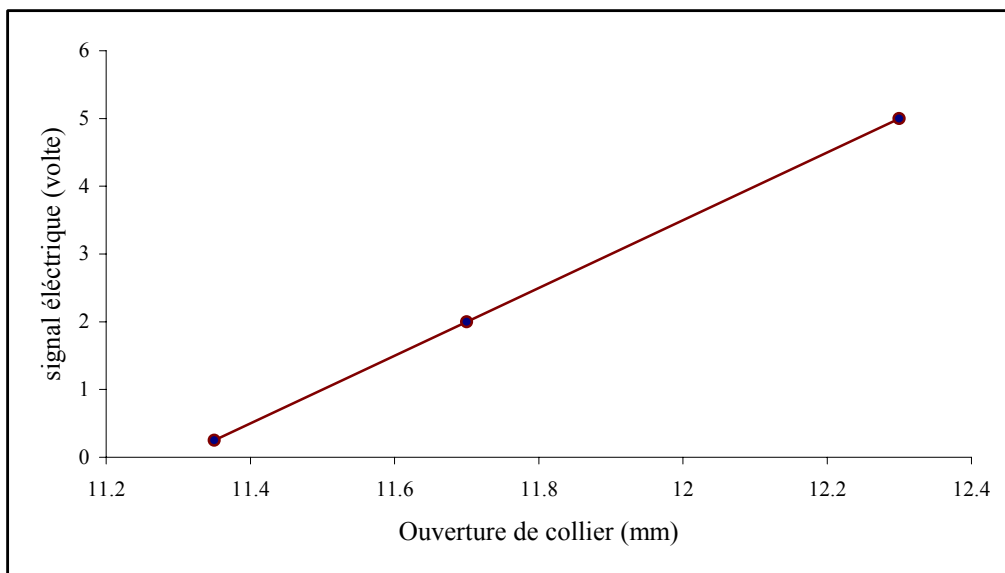


Figure 4.16. Courbe d'étalonnage du collier de mesure de déformations latérales

Nous avons effectué le test de mini compression sur le grès des Vosges pour lequel nous présentons les courbes obtenues sur la figure 4.17. Sur cette figure sont également reportées les courbes d'un test de compression simple réalisé sur le même grès par Verdin (2001). Nous constatons que les pentes des courbes sont très proches. On soulignera à nouveau que la qualité du test de MiniCS est tributaire d'un certain nombre de précautions telles que la préparation des échantillons, car comme nous l'avons déjà indiqué, l'état de l'échantillon et le parallélisme influent significativement sur les résultats du test.

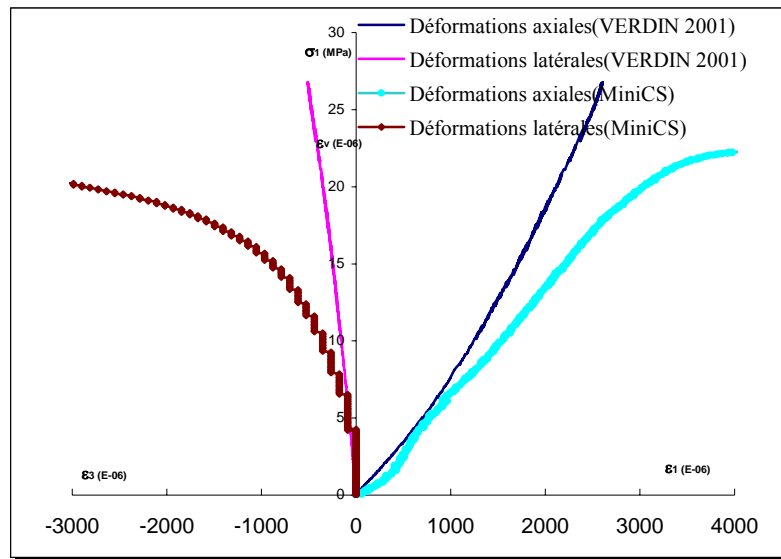


Figure 4.17. Résultats du test MiniCS et du test CS sur le grès des Vosges

Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre un certain nombre de nouveaux tests tels que l'essai de micro compression simple (MCS) et l'essai de mini compression simple (MiniCS). Combiné avec le test plastique de micro indentation, l'essai MCS permet de déterminer les paramètres de rupture des roches. L'application de ce procédé expérimentale à diverses roches ont permis d'illustrer son intérêt et d'évaluer l'effet de différents facteurs (humidité, microfissuration thermique) sur les paramètres de rupture. Un second test, dit de mini compression, et de portée plus générale, a été proposé. Il consiste en la réalisation d'essais de compression simple sur des échantillons cylindriques de faible dimension. Il a été validé par comparaison à des données de compression simple classique (CS) disponibles pour le grès des Vosges. Ce test MiniCS est d'un très grand intérêt pratique et mériterait de faire l'objet d'applications plus larges.

Chapitre 5

**Identification d'une loi de comportement
élastoplastique de roche par micro indentation –
approche par analyse inverse**

Nous avons vu dans les chapitres précédents comment peuvent être identifiés les paramètres élastiques d'un milieu isotrope et isotrope transverse à l'aide du test de micro indentation. De plus, nous avons pu déterminer les paramètres de rupture C et Φ , qui ont un grand intérêt pour identifier certaines lois de comportement élastoplastique des roches. L'identification d'une loi d'élastoplasticité passe par la détermination de paramètres correspondant à la partie plastique, et en particulier ceux intervenant dans la fonction de charge. Le problème avec le test d'indentation considéré est que nous ne disposons pas de solution directe pour la partie plastique. De plus, la courbe d'indentation, force/déplacement, ne peut pas être directement traduite sous la forme d'une courbe contrainte/déformation, comme c'est le cas dans les essais mécaniques traditionnels. Il convient de souligner que l'indentation du matériau élastoplastique est un essai de structure qui ne peut être analytiquement résolu. Nous n'avons qu'un seul type d'essai, donc une seule courbe difficilement exploitable de manière directe du fait du contexte non linéaire. Il n'est ainsi pas possible d'exploiter directement l'essai d'indentation. Pour cette raison, à la suite d'autres auteurs ((Tardieu et Constantinescu, 2000), (Shao et al., 1991)), nous avons eu recours à une méthode d'analyse inverse pour identifier les paramètres de la loi de comportement, en se basant ici sur le test de micro indentation.

La stratégie que nous avons suivie se résume comme suit :

- Choisir une loi de comportement élastoplastique adéquate pour la roche étudiée.
- Déterminer les paramètres élastiques de cette loi de comportement (test indentation élastique).
- Utiliser une stratégie de méthode inverse tirant profit des données issues du test d'indentation et d'une modélisation numérique par éléments finis. Cette étape conduit à une identification des paramètres de la loi élastoplastique.
- Validation de cette identification de loi de comportement par une modélisation numérique par éléments finis d'un test triaxial avec des différentes pressions de confinement.

5.1 Loi de comportement élastoplastique

La roche étudiée est la craie de Liège, considérée isotrope et dont le comportement en régime élastique a été étudié au chapitre 2. La loi de comportement élastoplastique utilisée est de type Drucker-Prager non associée avec un écrouissage isotrope. La surface de charge est donnée par :

$$f = q + \alpha^p (\gamma^p) (p - c_p) \quad (5.1)$$

où :

α^p est la force thermodynamique associée à la variable d'écroissage γ^p .

p est la pression moyenne $p = tr(\underline{\underline{\sigma}})/3$.

$q = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{s}} : \underline{\underline{s}}}$ avec $\underline{\underline{s}}$ le déviateur du tenseur de contrainte.

c_p : la cohésion (MPa).

La relation d'écroissage est choisie de la forme suivante :

$$\alpha^p = \alpha_0^p + (\alpha_m^p - \alpha_0^p) \frac{\gamma^p}{b + \gamma^p} \quad (5.2)$$

α_0^p correspond à l'état initial de la surface de charge.

α_m^p est associé à l'état ultime de la surface de charge, quand $\alpha^p \longrightarrow \alpha_m^p$ (c'est-à-dire à la rupture).

b est un paramètre qui contrôle l'évolution de la forme de la courbe d'écroissage.

La forme du potentiel plastique est la suivante :

$$g = q + \beta^p(\gamma^p)p \quad (5.3)$$

où β^p est le paramètre qui détermine si le matériau est contractant ou dilatant. Par simplicité, il est adopté sous la forme :

$$\beta^p = \alpha^p - \beta_0^p \quad (5.4)$$

β_0^p paramètre à déterminer et régissant avec α^p l'écoulement plastique.

Pour cette loi de comportement nous avons deux paramètres élastiques E et ν et

cinq paramètres décrivant la plasticité :

$\alpha_0^p, \alpha_m^p, b$ paramètres d'écroissage.

β_0^p paramètre du potentiel plastique.

c_p paramètre de la fonction de charge.

Nous avons ainsi en tout sept paramètres à déterminer.

5.2 Détermination des paramètres de la loi de comportement

Les paramètres élastiques ont été déterminés grâce au test d'indentation élastique (voir chapitre 2). Nous avons donc $E=3540$ MPa et $\nu=0.12$.

Comme nous n'avons qu'une seule courbe d'indentation force-déplacement (figure 5.1), la procédure retenue consiste à utiliser une méthode d'analyse inverse pour déterminer les paramètres de la loi élastoplastique.

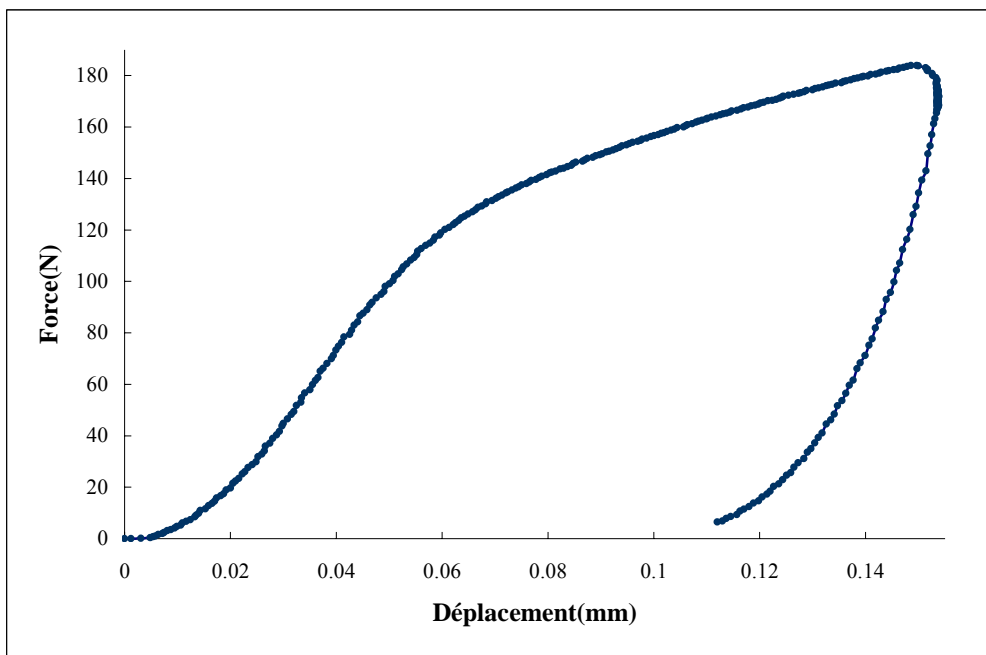


Figure 5.1. Courbe expérimentale élastoplastique issue de l'indentation de la craie

5.2.1 Analyse inverse pour identifier les paramètres en régime élastoplastique

La théorie des problèmes inverses est basée sur une approche probabiliste des problèmes physiques. Cette théorie prend en compte les incertitudes sur les données expérimentales (Tarantola, 2005).

Compte tenu de l'incapacité à déterminer de façon directe les paramètres de la loi élastoplastique (ici de type Drucker-Prager) à partir des mesures expérimentales ou simplement à cause d'une manque des données expérimentales, nous recherchons le jeu de paramètres en mesure de reproduire la réponse expérimentale (courbe force/déplacement)

disponible.

Principe de l'analyse inverse : (Shao et al., 1991), (Tardieu et Constantinescu, 2000), (Constantinescu et Tardieu, 2001).

On convient tout d'abord de mettre la solution directe du problème sous la forme suivante :

$$D = F(P, C, S) \quad (5.5)$$

où F est la fonctionnelle représentant la loi de comportement, C l'ensemble des paramètres du problème, S le trajet de sollicitations. D est la réponse du matériau aux sollicitations ; dans le cas présent D représente la courbe d'indentation (force-déplacement), P le vecteur des paramètres. La détermination des paramètres se résume formellement à trouver P en ayant la courbe expérimentale d'indentation (D_{exp}) :

$$P = F^{-1}(D_{\text{exp}}, C, S) \quad (5.6)$$

La résolution explicite de ce problème s'avère en général impossible ; elle est abordée à l'aide de techniques d'optimisation du type :

$$\text{Min}_P = \|D_{\text{exp}} - D_C\| \quad (5.7)$$

$$D_C = F(P, C, S) \quad (5.8)$$

où D_C est la réponse calculée à l'aide du modèle.

Comme il y a toujours une marge d'erreurs dans les mesures expérimentales, nous allons considérer que D_{exp} est la moyenne des mesures expérimentales. On notera S_1 , l'écart-type des mesures. D_C est classiquement considérée comme une variable aléatoire qui vérifie la distribution de Gauss (Tarantola, 2005).

Sous cette hypothèse nous pouvons définir la fonction de densité de probabilité suivante :

$$f_1(P) = P_1 = \text{const.} \exp\left(-\frac{1}{2} \left[{}^t(D_C - D_{\text{exp}}) C_d^{-1} (D_C - D_{\text{exp}})\right]\right) \quad (5.9)$$

C_d : est la matrice de variance-covariance calculée à partir des écart-types des mesures

expérimentales par :

$$C_d = \begin{bmatrix} S_1^2(1) & 0 & \bullet & 0 \\ 0 & S_1^2(2) & \bullet & 0 \\ \bullet & \bullet & \bullet & \bullet \\ 0 & 0 & \bullet & S_1^2(n) \end{bmatrix} \quad (5.10)$$

n est le nombre des mesures expérimentales.

Comme D_C est fonction de P donc le problème est de trouver P tel que D_C donne une valeur maximale pour P_1 . Le problème revient ainsi à minimiser la quantité S_d :

$$S_d = {}^t(D_C - D_{\text{exp}})C_d^{-1}(D_C - D_{\text{exp}}) \quad (5.11)$$

Plusieurs solutions peuvent parfois exister pour ce problème, mais il n'y a qu'une seule solution qui a un sens physique et doit être retenue. Ceci nous amène à définir un domaine physique des paramètres à partir des connaissances disponibles, par exemple sur la base d'études paramétriques.

Pour cette raison nous considérons les valeurs initiales (ou de référence) des paramètres comme la moyenne P_0 des paramètres recherchés. La marge physique des paramètres est exprimée par les écarts-types S_2 . En considérant une distribution de Gauss pour D_C , on obtient la fonction de densité de probabilité suivante :

$$f_2(P) = P_2 = \text{const.} \exp\left(-\frac{1}{2} \left[{}^t(P - P_0)C_p^{-1}(P - P_0) \right] \right) \quad (5.12)$$

C_p : est la matrice de variance-covariance calculée à partir des écart-types des paramètres recherchés à l'aide des moyennes P_0 :

$$C_p = \begin{bmatrix} S_2^2(1) & 0 & \bullet & 0 \\ 0 & S_2^2(2) & \bullet & 0 \\ \bullet & \bullet & \bullet & \bullet \\ 0 & 0 & \bullet & S_2^2(r) \end{bmatrix} \quad (5.13)$$

r : est le nombre de paramètres.

La résolution du problème (5.2) consiste à trouver le vecteur P dans le domaine physique satisfaisant aux conditions (5.7) et (5.8). Ceci correspond à définir l'intersection de P_1 et P_2 , donc une fonction globale de densité de probabilité :

$$f(P) = P_1 P_2 = \text{const.} \exp(-S) \quad (5.14)$$

avec

$$S = \frac{1}{2} {}^t (D_C - D_{\text{exp}}) C_d^{-1} (D_C - D_{\text{exp}}) + {}^t (P - P_0) C_p^{-1} (P - P_0) \quad (5.15)$$

La résolution du problème inverse se traduit ainsi par la maximisation de $f(P)$, donc par la minimisation de la quantité S . Le vecteur des paramètres à déterminer est ainsi celui qui minimise S .

Il existe différentes méthodes de résolution basées sur la connaissance de la solution directe du problème physique. Malheureusement, dans notre cas, aucune de ces méthodes n'est utilisable, en raison du fait que le test d'indentation est un essai de structure qui donne une courbe force/déplacement, cette courbe étant la réponse de la roche obéissant à la loi de comportement non linéaire dont nous ignorons les paramètres.

Dans la relation (5.15) nous connaissons les termes D_{exp} et C_d^{-1} .

P_0 sont les paramètres de référence que nous déterminons grâce à une étude paramétrique.

$P = P_0 + \Delta P$ est obtenu par perturbation des paramètres recherchés à partir d'une valeur quelconque.

Il reste à déterminer D_C qui est la courbe calculée d'indentation. Cette détermination, sera réalisée à partir de la modélisation numérique en utilisant la loi de comportement avec le vecteur de paramètres P .

Finalement, la valeur de S peut être calculée et nous pourrons répéter cette opération jusqu'au balayage des valeurs des paramètres cherchés dans le domaine physique, ce qui assure d'avoir le vecteur de P minimisant S . La figure 5.2 montre un organigramme résumant la méthode de résolution.

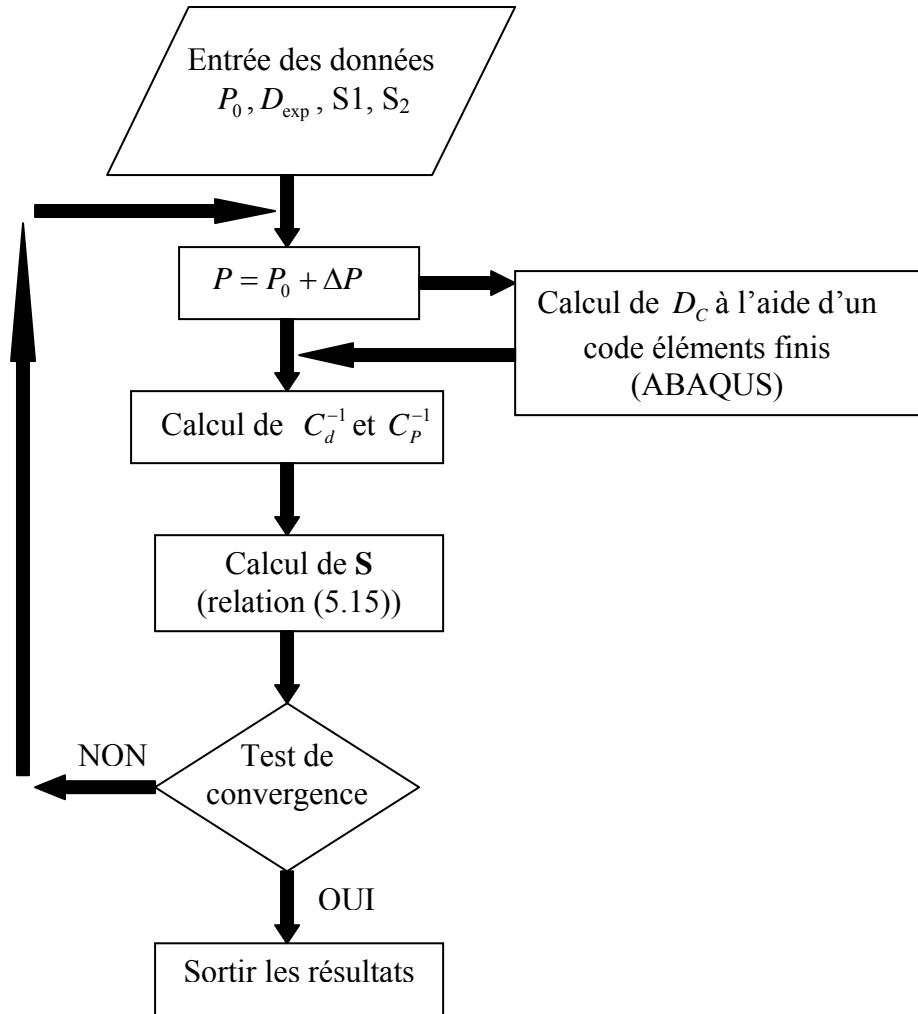


Figure 5.2. Schéma d'utilisation et résolution par la méthode inverse

Comme le calcul de D_c se fait à l'aide d'un code éléments finis (ABAQUS), il importe de faire un calcul de la structure correspondant au test d'indentation et pour chaque perturbation des paramètres.

5.2.2 Modélisation numérique du test d'indentation plastique

Le but de cette modélisation numérique est de trouver D_c ou la courbe d'indentation (force-déplacement), car à chaque itération nous devons trouver D_c qui correspond au nouveau vecteur de paramètres P . Cette étape n'est pas automatisée ; autrement dit, nous disposons d'un programme principal, celui de l'optimisation, qui est couplé avec un sous programme, celui de la modélisation numérique avec ABAQUS. De ce fait, la valeur de D_c trouvée sera manuellement introduite dans le programme principal, ce qui prend un temps considérable.

La géométrie choisie pour la modélisation numérique est présentée sur la figure 5.3 ; nous avons choisi de travailler en conditions axisymétriques.

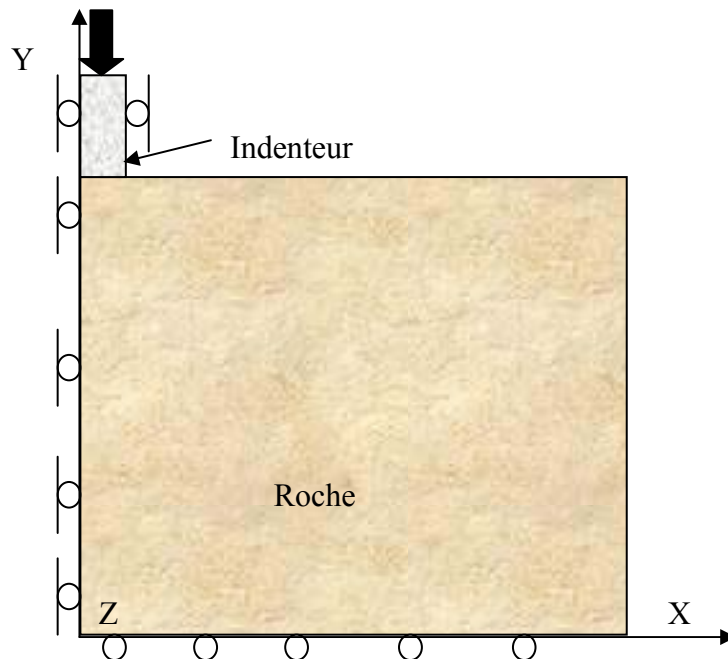


Figure 5.3. Schéma illustrant la géométrie de l'essai d'indentation.

Nous supposons que l'indenteur est rigide indéformable et ne se déplace que verticalement selon l'axe Y. Nous supposons également qu'il n'y a pas de frottement entre l'indenteur et la roche et donc que le contact entre l'indenteur et la roche est parfait.

La charge est appliquée en deux phases (par déplacement imposé) :

-Phase de chargement, où nous imposons le déplacement maximal de l'indenteur dans la roche.

-Phase de déchargement, le déplacement d'indenteur étant égal zéro à la fin de cette phase.

Le maillage est composé d'éléments quadratiques. On notera que le maillage est très fin sous l'indenteur et que la densité du maillage diminue en s'éloignant de l'indenteur (figure 5.4).

La figure 5.5 montre le champ de déplacement (m) sous l'indenteur en fin de la phase de chargement tandis que la figure 5.6 représente le champ de contrainte (MPa) sous l'indenteur à la fin de cette phase de chargement. Nous constatons une forte concentration de contraintes dans le voisinage immédiat de l'indenteur.

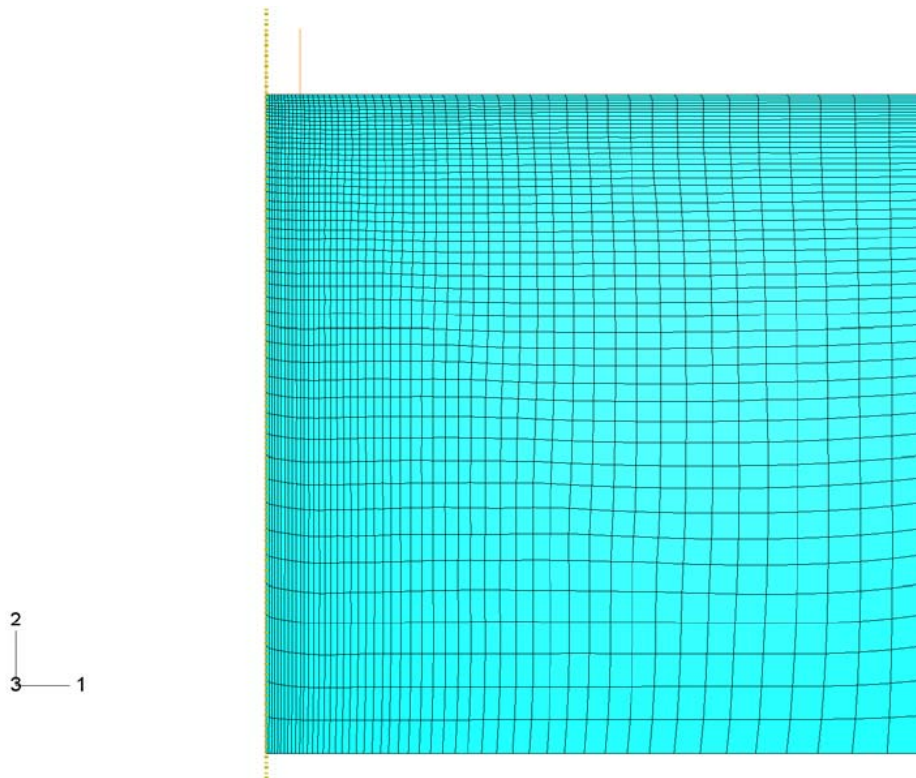


Figure 5.4. Maillage complet de l'essai d'indentation

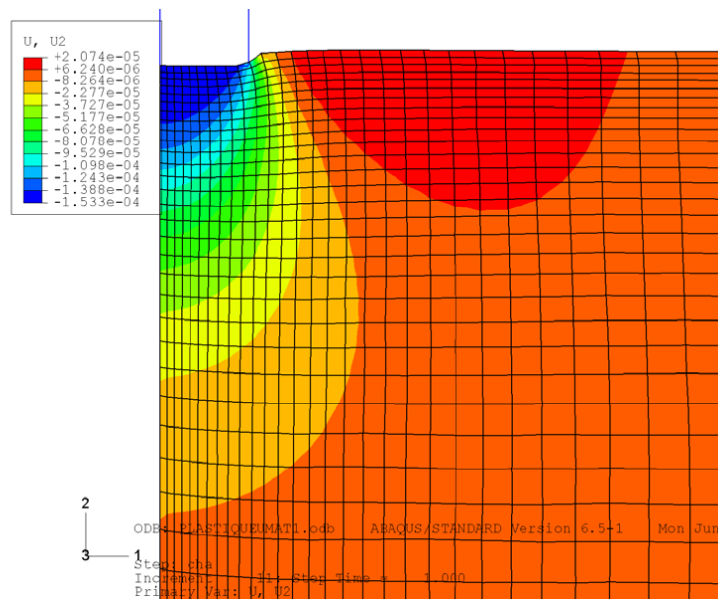


Figure 5.5. Champs de déplacement (m) sous l'indenteur en fin de chargement

Nous constatons, avec le comportement plastique, que l'étendue du champ de déplacements est plus profonde que dans le cas du comportement élastique. En plus, nous avons des déplacements latéraux de matériau (zone rouge sur la figure 5.5).

S'agissant des contraintes nous remarquons une concentration de contrainte aux bords de l'indenteur dès le premier incrément de chargement, cette zone de concentration se maintenant durant le test d'indentation, sur la figure 5.6 représente cette concentration de contrainte en fin de chargement.

Nous trouvons des déformations plastiques dès le départ du test aux bords de l'indenteur (figure 5.7), aux mêmes endroits que les zones de concentration de contrainte. En particulier, il se forme une zone conique autour l'indenteur qui est assez profonde ; la plastification totale de la zone sous l'indenteur survient presque qu'en fin de chargement (figure 5.8).

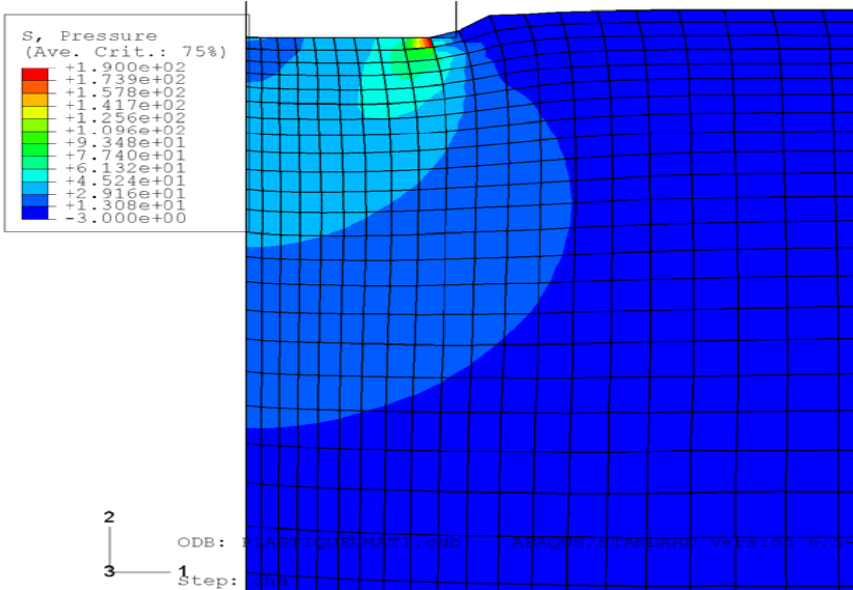


Figure 5.6. Champ de contraintes (MPa) sous l'indenteur en fin de chargement

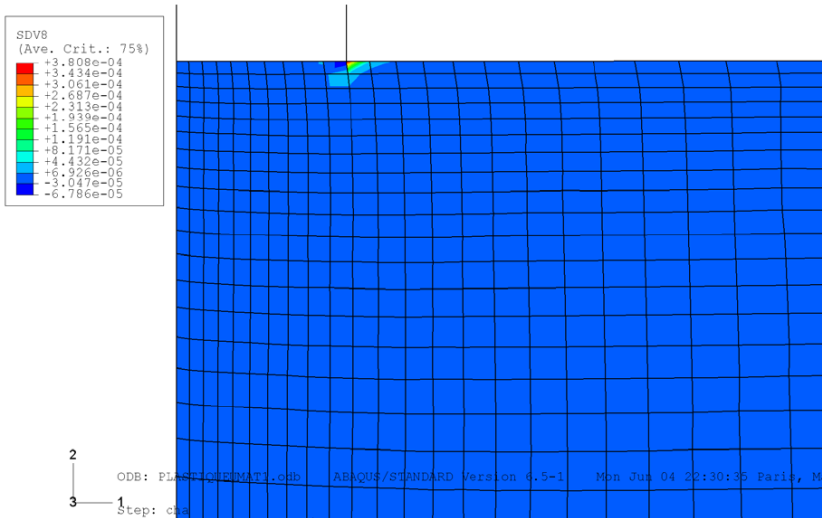


Figure 5.7. Déformations plastiques sous l'indenteur au premier incrément du chargement

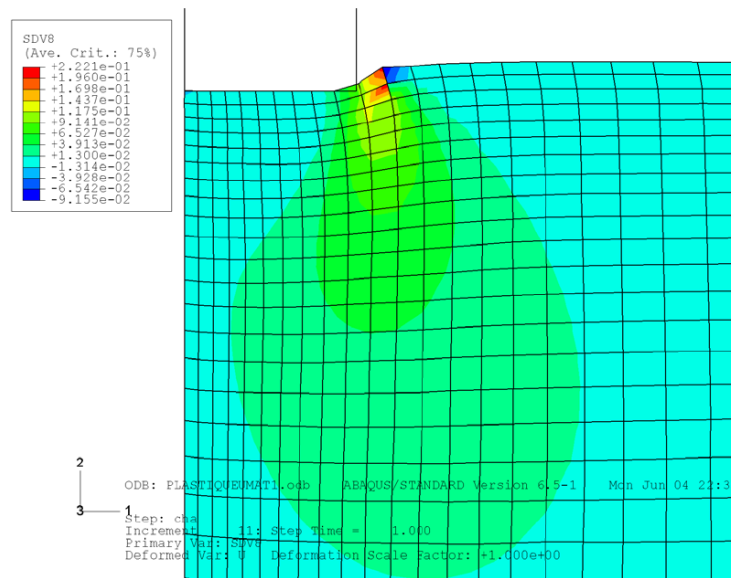


Figure 5.8. Déformations plastiques sous l'indenteur à la fin du chargement

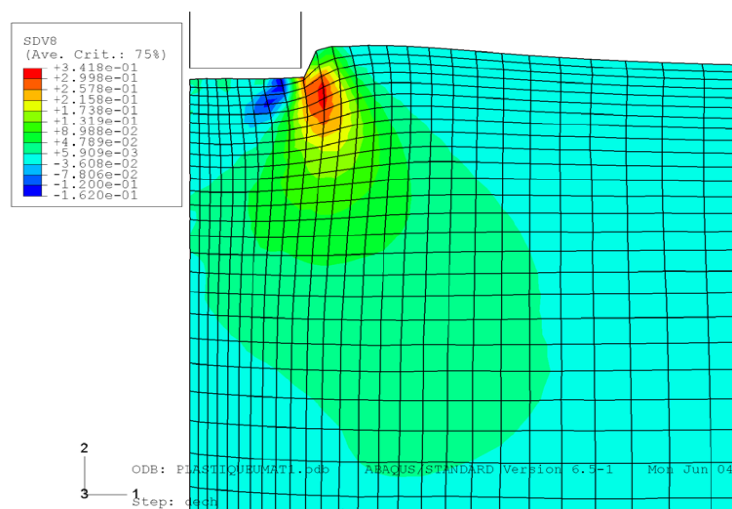


Figure 5.9. Déformations plastiques sous l'indenteur à la fin du déchargement

A la fin de phase de déchargement nous trouvons encore une concentration en déformation plastique aux bords de l'indenteur (figure 5.9), et on note que la surface de roche ne revient pas à son état initial.

Par ailleurs, on constate que la zone autour l'indenteur est gonflée, ce qui nous rappelle les problèmes de "Piling-up et Sinking-in" (voir chapitre 2).

La courbe d'indentation est obtenue en récupérant la force issue de la distribution de la réaction le long de la base de l'indenteur ainsi que le déplacement de l'indenteur correspondant à chaque incrément du calcul.

La courbe d'indentation ainsi obtenue est introduite dans le programme d'analyse inverse. Puis nous recommençons un nouveau calcul avec un nouveau jeu de paramètres et ainsi jusqu'à l'obtention de la courbe d'indentation avec les paramètres les meilleurs en comparant les résultats avec la courbe expérimentale.

Les valeurs des paramètres trouvées à l'issue de cette procédure itérative sont les suivantes :

$$\alpha_0^p = 0.5, \alpha_m^p = 1.1, b = 0.7, \beta_0^p = 0.39, C_p = 7.5 .$$

Auxquelles s'ajoutent les paramètres d'élasticité $E = 3540$ MPa et $\nu = 0.12$. Nous avons ainsi tous les paramètres de la loi de comportement, ce qui permet de simuler la courbe d'indentation. Celle-ci est présentée sur la figure 5.10 (courbe numérique 1) avec la courbe expérimentale. Nous observons qu'il y a une bonne concordance entre les deux courbes surtout la zone plastique, mais nous constatons qu'il y a un décalage dans la première partie de la courbe (partie de chargement). Ce résultat peut s'expliquer par le fait que le contact entre l'indenteur et la roche supposé parfait, sans glissement latéral, alors que dans la réalité, nous avons toujours un déplacement latéral de l'indenteur. De plus, du point de vue numérique la surface de l'indenteur et la surface de roche sont parallèles ainsi que les deux surfaces restantes de la roche, ce qui n'est pas rigoureusement le cas dans la réalité. Ajoutons à cela le fait que la rigidité de la machine même joue un rôle important dans le début du test dans la partie du contact.

Pour explorer cet effet de parallélisme nous avons incliné la surface de roche de 1.5 degrés (ce qui reste faible). Puis nous avons refait le calcul avec les paramètres trouvés. La nouvelle courbe d'indentation obtenue est présentée sur la même figure 5.10 (courbe numérique 2) ; On observe que la courbe d'indentation est parfaitement reproduite par cette nouvelle simulation, ce qui confirme le bien fondé de l'explication proposée.

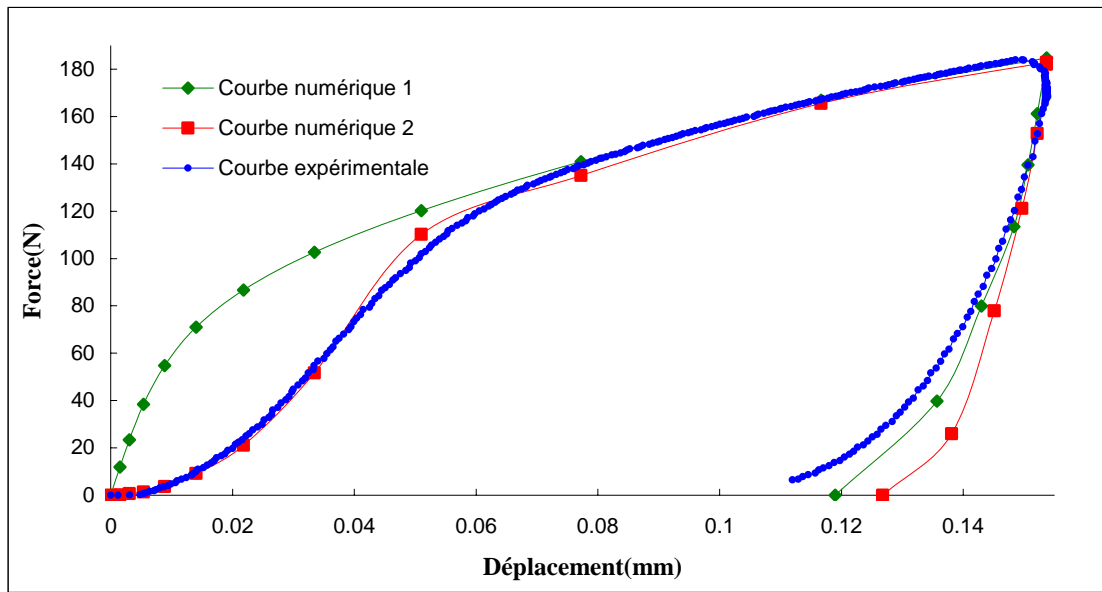


Figure 5.10. Comparaisons entre la courbe expérimentale et les courbes d'indentation issues des calculs numériques.

Pour valider les résultats obtenus nous avons réalisé une modélisation numérique de l'essai de compression simple puis nous avons comparé les résultats avec les données expérimentales obtenues par (Homand, 2000) sur la même roche.

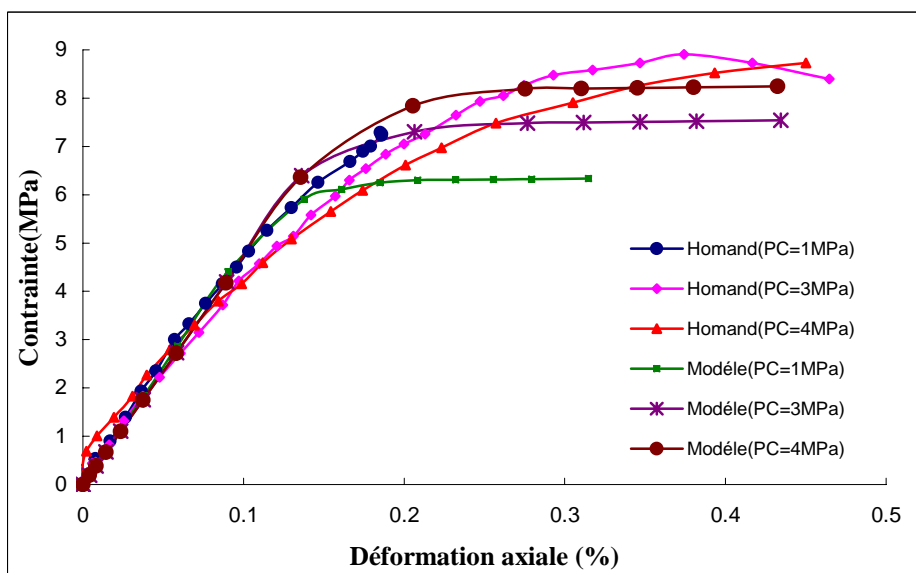


Figure 5.11. Comparaison entre les résultats expérimentaux (Homand, 2000) et la modélisation numérique de l'essai triaxial.

Là encore, nous constatons une bonne concordance qualitative (figure 5.11) entre les résultats expérimentaux et les ceux du calcul numérique ce qui constitue une validation probante de la démarche proposée. On notera que les essais expérimentaux de compression simple sont faits sur une craie saturée par du Soltrol, ce qui explique la légère différence entre les résultats numériques et les données de compression simple.

Conclusion

Nous avons pu, par l'essai d'indentation et une méthode d'analyse inverse, identifier les paramètres d'une loi de comportement élastoplastique. Mais il faut faire attention avec l'utilisation de l'analyse inverse car il a ses limites au niveau de nombre des paramètres à déterminer. Pour cela nous n'avons pas toute la liberté de choisir n'importe quelle loi de comportement ; le grand avantage de cette méthode de détermination est qu'elle ne nécessite pas une large base de données expérimentales à part un essai élastoplastique d'indentation. En l'absence d'une solution directe du problème d'indentation en régime plastique, nous avons eu recours à une modélisation numérique pour déterminer la courbe d'indentation calculée. Cette détermination, même lourde, s'est révélée tout à fait probante et a été de plus validée par une simulation d'essais de compression triaxiale sur le même matériau.

Conclusion générale :

Ce travail de thèse a été consacré au développement d'une méthode de caractérisation des propriétés mécaniques des roches, basée sur la micro indentation. Le système Micrope a prouvé son efficacité pour l'identification des roches isotropes, l'étude réalisée sur les différentes roches isotropes comme la craie et le grès de Fontainebleau ayant montré qu'on peut déterminer avec une précision suffisante le module d'Young de ces roches. De plus, nous avons pu identifier et caractériser la variation de ce module suite à un endommagement thermique de la roche.

Une méthode semi analytique a été spécifiquement proposée pour le dépouillement des essais d'indentation dans le cas des milieux isotropes transverses. Elle a permis d'exploiter ces essais pour déterminer les paramètres élastiques (5) des roches concernées telles que le schiste pour lequel la méthode a été validée. L'application de l'approche développée à la caractérisation de l'anisotropie élastique a été menée pour identifier l'endommagement mécanique (anisotrope) préalable du grès des Vosges. Les résultats indiquent bien une diminution significative des modules d'élasticité quand le niveau du chargement endommageant augmente. Par ailleurs, une étude de l'effet d'un endommagement d'origine thermique a été menée sur un matériau anisotrope, l'argilite de Clearwater (Canada) ; les essais sur ce matériau ont la particularité d'être réalisés sous température. Les résultats ont confirmé que, plus la température est élevée plus les modules d'élasticité sont dégradés. Sur un plan tout à fait similaire, des investigations concernant l'effet de l'humidité relative sur les propriétés élastiques de l'argilite de l'est (roche orthotrope de révolution impliquée dans la problématique du stockage souterrain de déchets radioactifs) ont révélé que plus l'argilite est humide, plus nous pouvons le considéré comme isotrope.

Un volet extrêmement important de notre étude a concerné la détermination des paramètres de rupture (cohésion C et angle de frottement interne ϕ) à l'aide de la combinaison de deux tests que sont l'essai d'indentation et le test de micro compression simple (MCS) introduit à ce propos. La procédure mise en œuvre sur la base de cette combinaison s'est révélée concluante puisqu'elle a permis d'obtenir sur craie de Liège des valeurs obtenues très concordantes avec celles obtenues à partir d'essais traditionnels tels que la compression simple. Les valeurs de C et ϕ pour un milieu isotrope (craie de Liège) étaient proche des

valeurs espérées. Nous avons aussi étudié l'influence de la microfissuration induite thermiquement dans le grès de Fontainebleau sur les paramètres de rupture. Cette étude a montré que, plus la température est élevée, plus la cohésion du matériau est affectée (diminue). On a noté que les valeurs de ϕ ont montré une stabilisation jusqu'à 600 °C puis une augmentation brutale. Ces résultats mériteraient d'être réinterprétés dans le cadre d'une analyse micromécanique donnant les critères de résistance des milieux fissurés.

L'application de cette méthode de détermination des paramètres de rupture sur des roches isotropes transverses a été plus délicate, puisque nous avons été amenés, pour le dépouillement, à considérer que l'anisotropie plastique est négligeable. La démarche s'est révélée cependant bien efficace pour la détermination des valeurs de C (qui diminue bien au fur et à mesure que la température augmente) dans le cas de l'argilite de Clearwater (Canada). S'agissant de l'argilite de l'est, il a été observé que les paramètres de rupture (cohésion, résistance) se dégradent en fonction de l'humidité relative et que ϕ augmente avec l'humidité relative. Il convient de souligner que la procédure adoptée pour la détermination de C et ϕ pour les roches isotropes transverses n'a pas pu converger pour ϕ dans le cas de l'argilite de clearwater ; cette grandeur n'a donc pu être déterminée dans ce cas.

Enfin, à ce stade de l'étude, une alternative au test de MCS a été proposée. Elle consiste en la réalisation de tests de mini compression simple (MiniCS) sur des échantillons de très petite taille. Ce nouveau test, tout à fait original, fournit la possibilité d'avoir des courbes contrainte-déformation comparables à celles issues d'essais de compression simple classique.

Le dernier volet de l'étude a été dédié à la modélisation du test plastique d'indentation. La démarche proposée a consisté à combiner ce test avec des simulations numériques de type éléments finis (code Abaqus) et une analyse inverse. Appliquée à la détermination des paramètres d'une loi élastoplastique de type Drucker-Prager, sa cohérence a pu être vérifiée puisque les paramètres ainsi déterminés conduisent à une courbe plastique d'indentation très proche de la courbe expérimentale. La première partie de la courbe d'indentation plastique a pu être aussi reproduite, moyennant l'adoption d'une inclinaison de la surface de la roche de 1.5°. Enfin, la démarche proposée a été validée à travers une simulation d'un essai de compression simple classique à l'aide du jeu de paramètres déterminé.

Pour résumer, on dira de manière générale que les tests d'indentation proposés et mis en

œuvre dans cette étude restent simples, rapides et de très grande précision dans les diverses applications effectuées. Naturellement, il reste de nombreux points à améliorer. En particulier, l'étalonnage du test de mini compression simple (Mini CS) a encore besoin d'être poursuivi en vue d'applications de plus grande envergure. Sur le plan de la modélisation de l'essai d'indentation plastique, un travail d'automatisation plus poussé doit être mené sur la procédure numérique développée. Cette perspective pourrait être complétée par la proposition d'une méthode de dépouillement du test plastique en y intégrant au niveau expérimental des phases de relaxation pour l'étude des effets de la viscosité des roches. De même une extension de l'analyse de ce test aux matériaux plastiquement anisotropes constituerait une contribution nouvelle très importante.

Références bibliographiques:

Audoin B., Baste S. (1994), Ultrasonic evaluation of stiffness tensor changes and associated anisotropic damage in a ceramic matrix composite. *Journal of Applied Mechanics*, Vol. 61, pp. 309-316.

Berthelot J.M. (1999), *Matériaux composites, comportement mécanique et analyse des structures*. Tec et Doc.

Berthaud Y. (1988), *Mesure de l'endommagement du béton par une méthode ultrasonore*. Thèse de doctorat : université paris VI.89 p.

Berthaud Y. (1991), *Mesures et modélisations de l'endommagement des matériaux*. Mémoire d'habilitation à diriger des recherches, Université Paris 6.

Bolshakov A., Pharr G.M. (1998), Influence of pile-up on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques, *J. Mater. Res*, Vol.13, pp.1049-1058.

Boussinesq J. (1885), *Applications des potentiels à l'étude de l'équilibre et du mouvement des solides élastiques*, Gauthier-Villars, Paris 1885.

Bulychev S.I., Alekhin V.P., Shorshorov M.Kh., Ternovskii A.P., Shnyrev G.D. (1975), Determination of Young's modulus according to indentation diagram. *Ind. Lab.* 41, 1409–1412.

Chamley H. (1990), *Sedimentology*. Springer-Verlag, 285 pp. Editeur : Springer-Verlag (octobre 1990) ASIN : 3540523766.

Chiarelli A.S. (2000), *Etude expérimentale et modélisation du comportement mécanique de l'argilite de l'est*. Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille.

Cojan I., Renard M. (1999), *Sédimentologie*. Dunod, 418 pp. ASIN : 2100043870

Constantinescu A., Tardieu N. (2001), On the identification of elastoviscoplastic constitutive laws from indentation tests. *Inverse Problems in Engineering*, 9:19–44.

Cuxac P. (1991), Propagation et atténuation des ondes ultrasoniques dans les roches fissurées et anisotropes. Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy.

Dahan M. (1979), Poinçons axisymétriques rigides sur un massif élastique semi-infini transversalement isotrope. *J. Mech Appliquée* vol 3, N 3.

Delafargue A, Ulm F.-J. (2004), Explicit approximations of the indentation modulus of elastically orthotropic solids for conical indenters. *International Journal of Solids and Structures* 41 (2004) 7351–7360.

Drucker D.C, Gibson R.E, Henkel D.J. (1957), Soil mechanics and work-hardening theories of plasticity. *Transactions of the ASCE* 122, p. 338-346.

Ganneau F.P., Constantinides F.-J. Ulm. (2006), Dual-indentation technique for the assessment of strength properties of cohesive-frictional materials. *International journal of solids and structures* 43, 1727-1745.

Gatelier N. (2001), Etude expérimentale et théorique de l'endommagement des roches anisotrope. Thèse de doctorat, université de Grenoble I.

Geoffroy H. (1996), Etude de l'interaction roche/outil de forage : influence de l'usure sur les paramètres de coupe. Thèse de doctorat 1996, université de Lille I-France.

Giroud J.P., Tran-Vo-Nhiem et Obin J.P. (1973), Tables pour le calcul des fondations : force portante, Dunod (Paris, 1973), 470 p.

Gueguen Y., Palciauska V. (1992), Introduction à la physique des roches. Hermann, Paris.

Haied A. (1995), Etude expérimentale de la rupture en mode de déformations localisé d'un grès. Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille.

Hammade A. (1992), Etude expérimentale du comportement d'un matériau anisotrope : caractérisation de la rupture et détermination des paramètres élastiques. Thèse de doctorat, université des sciences et technologie de Lille.

Hanson, M.T. (1992), The elastic field for conical indentation including sliding friction for transverse isotropy. *J. Appl. Mech.* 59, S123-S130.

Henry J.P. et al., (2004), Determination of elastic and rupture properties of rocks through micro penetration test. Conference internationale of géotechnique-Beyrouth 2004.

Henry J. P., Homand-Etienne F. (1990), Apport des capteurs acoustiques dans l'étude du comportement rhéologique des géomatériaux. *Entropie*, Vol.155, pp. 92-95.

Hicher P.Y., Shao J.F. (2008), Constitutive modelling of soils and rocks. ISTE and Wiley.

Homand F., Duffaut P. (2000), Manuel de mécanique des roches. Tome 1, Fondements. Presses de l'Ecole des mines.

Homand F., Morel E., Henry J.P., Cuxac P., Hammade E. (1993), Characterisation of the moduli of elasticity of an anisotropic rock using dynamic and static methods. *Int. J. Rock Mech. Min. Sci. & Geomech. Abstr.* 1993;30(5):527-35.

Homand F. (ed.), (2002), Endommagement des granites et des argilites. Numéro Spéciale de la Revue Française de Génie Civil, Vol. 6, n° 1.

Homand S. (2000), Comportement mécanique d'une craie très poreuse avec prise en compte de l'effet de l'eau: de l'expérience à la simulation. Thèse de doctorat de 3ème cycle, Université de Lille 1.

Ikogou S. (1990), Etude expérimentale et modélisation du comportement d'un grès. Thèse de Doctorat, Université de Lille I.

Ibrahim N., Sibai M., Kondo D., Shao J.F. (2007), Caractérisation des propriétés des roches par Micro indentation. *Studia geotechnica et mechanica*. Vol. XXIX (3-4), 89 – 100

Jalbout A., Sibai M., Shao J.F. (2004), Experimental study of damage in a sandstone, EUROCK, Balkema, octobre 2004, Austria, 539-544.

Jalbout A. (2004). Etude expérimentale de l'influence de l'endommagement induit sur le comportement mécanique d'une roche fragile. Thèse de doctorat, Université des sciences et technologies de Lille.

Kachanov L.M. (1958), Time of rupture process under creep conditions. Izv.Akad Nanc. S.S.R Otd.teck.Nank., n°8, pp.26-31.

Khazraie R. (1995), Etude expérimentale et modélisation de l'endommagement anisotrope des roches fragiles, Thèse de doctorat, Université des sciences et technologies de Lille.

Lekhnitskii S.G. (1963), Theory of elasticity for an anisotropic body. Holden day, inc. san Francisco.

Lemaitre J., Chaboche J-L. (1978), Aspect phénoménologique de la rupture par endommagement. Journal de Mécanique appliquée, vol. 2, p. 317-365.

Lemaitre J., Chaboche J-L. (1985), Mécanique des matériaux solides. Dunod, paris.

Lemaitre J., Dufailly J. (1987), Damage measurements. Engineering Fracture Mechanics, Vol. 28, n° 5 et 6, pp. 643-661.

Love A.E.H. (1944), Theory of elasticity, Dover.

Marigo J. J. (1980), Propagation des ondes ultrasonores et microfissuration du béton. Thèse de doctorat 3^e cycle, Université Paris 6.

Mestat P., (2002), Modélisation élastoplastique des sols - I Chargements monotones. Dans «Modèles de comportement des sols et des roches», Traité MIM, Vol. I, Lois incrémentales, Viscoplasticité, endommagement, chap. 3, pp. 91-157. Coord. P.Y. Hicher & J.F. Shao, Hermès.

Niandou H. (1994), Etude du comportement rhéologique et modélisation de l'argilite de Tournemire. Application à l'étude de la stabilité d'ouvrages souterrains. Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille.

Ovaert T.C. (1993), On the indentation of a transversely isotropic half-space with application to thin solid lubricant films. *ASME J. Tribol.* 115, 650–657.

Pan, Y.C. and Chou, T.W. (1979), Green's function solutions for semi-infinite transversely isotropic materials. *International Journal of Engineering Science* 17, pp. 545–551.

Pan, Y.C. and Chou, T.W. (1979), Green's functions for two-phase transversely isotropic materials. *ASME, Journal of Applied Mechanics* 46, pp. 551–556.

Pan Y.C., Chou T.W. (1976), Point force solution for an infinite transversely isotropic solid. *Journal of Applied Mechanics* 43(12), 608–612.

Pharr G.M. (1998), Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation, *Materials Science and Engineering A*, Vol.253, pp.151-159.

Rabotnovy N. (1969), Creep problem in structural members, North-Holland.

Sayehi M. (1992), Etude expérimentale de l'endommagement du grès de Fontainebleau. Thèse de Doctorat, Université de Sciences et Technologies de Lille.

Sayehi M., Kondo D., Cuxac P., Henry J.P. (1990), Etude expérimentale de l'endommagement du grès de Fontainebleau. 25^e Colloque du Groupe Français de Rhéologie, pp. 39-49.

Shao J.F., Dahou A., Henry J.P. (1991), Application de la théorie des problèmes inverses à l'estimation des paramètres des modèles rhéologiques. *Revue française de géotechnique*, 57:75–80.

Shi D., Lin Y., Ovaert T.C. (2003), Indentation of an orthotropic half-space by a rigid ellipsoidal indenter. *ASME J. Tribol.* 125, 223–331.

Sibai M., Dormieux L., Pensee V., Kondo D. (2003), Effet de la microfissuration en poroélasticité des roches : étude expérimentale et analyse théorique. 16 CFM, Nice, 1-5 septembre.

Sibai M., Ibrahim N., Kondo D., Shao J-F. (2005), Caractérisation des propriétés mécaniques par micropénétration. Rapport d'étude LML pour le GDR Forpro.

Sibai M., Shao J-F., Xie S., Ibrahim N., Masri M. (2008a), Etude expérimentale et modélisation numérique du comportement thermo-hydrromécanique des argiles raides à haute température (250 °C). Rapport de contrat TOTAL, EP/TDO/FP/EP, 20

Sibai M., Shao J-F., Ibrahim N. (2008b), Etude expérimentale et rhéologique des argilites pour l'interprétation du comportement des galeries à -490 m. Rapport de contrat ANDRA, DRPP 0 LML 2006.005/A

Sneddon J.N. (1965), The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile, *int. J. Engng. Sci* Vol.3, pp.47-57.

Swadener J.G., Pharr G.M. (2001), Tndentation modulus of elastically anisotropic half-space by cones and parabolae of revolution. *Philos. Mag. A* 81, 447–466.

Tardieu, N., Constantinescu, A. (2000), On the determination of elastic coefficients from indentation experiments. *Inverse Problems*, 16(3): 577–588.

Tarantola, A. (2005), *Inverse Problem Theory and Methods for Model Parameter Estimation*, Society for Industrial and Applied Mathematics. Disponible au (<http://www.ipgp.jussieu.fr/~tarantola/>)

Ulm F-J., Delafargue A., Constantinides G. (2005), Experimental microporomechanics, in : *Applied Micromechanics of Porous Media*, CISM, ed.: L. Dormieux and F.J. Ulm, Springer Wien, 207-288, 2005.

Verdin P. (2001), Détermination des caractéristiques d'un grès des Vosges pour l'étude de la stabilité de la jonction multilatérale d'un puits pétrolier. Rapport de stage de DEA, DEA

Génie Civil, USTL, Lille.

Vlassak J.J., Nix W.D. (1993), Indentation modulus of elastically anisotropic half spaces. *Phil. Mag. A*, 67 (5), 1045-1056.

Vlassak J.J., Nix W.D. (1994), Measuring the elastic properties of anisotropic materials by means of indentation experiments. *J. Mech. Phys. Solids*, 42, (8), 1223-1245.

Vlassak J.J., Ciavarella .M., Barber J.R., Wang X. (2003), The indentation modulus of elastically anisotropic materials for indenters arbitrary shape. *J. Mech. Phys. Solids* 51, 1701–1721.

Wang W. (2005), Identification du comportement mécanique de géomatériaux par micropénétration. Thèse de doctorat de 3ème cycle, Université de Montpellier II.

Willis J.R. (1966), Hertzian contact of anisotropic bodies. *J. Mech. Phys. Solids*, 14, 163-176.