

**Université Lille I - Sciences et Technologies**  
**Laboratoire de Mécanique de Lille (UMR CNRS 8107)**  
**Ecole Doctorale SPI Lille Nord-de-France**

**Année 2011- N° d'ordre : 40687**

**THESE**

**Pour obtenir le grade de**  
**Docteur de l'Université Lille I - Sciences et Technologies**  
**Discipline : Génie Civil**

**Présentée par**  
**Fan ZHANG**

**Comportement mécanique des argilites de MHM – influences de la  
saturation, de la composition minéralogique et de la température**

**Soutenue publiquement le 09 Décembre 2011 devant le jury composé de**

<b>M. D. HOXHA, Professeur, Université d'Orléans</b>	<b>Rapporteur</b>
<b>M. H. ZHOU, Professeur, IRSM, Académie des Sciences de Chine</b>	<b>Rapporteur</b>
<b>M. P. DELAGE, Professeur, Ecole des Ponts Paris Tech</b>	<b>Examineur</b>
<b>M. B. GATMIRI, Docteur, Ingénieur, ANDRA</b>	<b>Examineur</b>
<b>M. D. KONDO, Professeur, Université Paris 6</b>	<b>Examineur</b>
<b>M. Q. SHENG, Professeur, IRSM, Académie des Sciences de Chine</b>	<b>Examineur</b>
<b>M. J.F. SHAO, Professeur, Université de Lille I</b>	<b>Directeur de thèse</b>

## Table des matières

Remerciements .....	5
Résumé .....	6
Abstract .....	7
Principales notations .....	8
Introduction générale.....	10
Chapitre 1 : La Problématique d'un Centre de Stockage .....	13
1.1. Contexte général sur le stockage souterrain des déchets radioactifs .....	13
1.1.1. Contexte .....	13
1.1.2. Bases de conception liées à la sûreté.....	14
1.1.3. Concept de stockage de déchets radioactifs.....	16
1.1.4. Le laboratoire de recherche souterrain .....	17
1.2. Propriétés des argilites du Callovo – Oxfordien .....	19
1.2.1. Contexte géographique et géologique des argilites.....	19
1.2.2. Principales caractéristiques de l'argilite du Callovo – Oxfordien .....	20
1.3. Problématique du couplage THM .....	22
1.3.1. Processus thermiques .....	22
1.3.2. Processus hydriques et hydrauliques .....	23
1.3.3. Les effets mécaniques .....	24
1.4. Conclusion .....	24
Chapitre 2. Echantillonnage, dispositif expérimental et analyse minéralogique des argilites du Cavollo – Oxfordien .....	25
2.1. Échantillonnage .....	25
2.1.1. Conditions de forage et de stockage des échantillons.....	25
2.1.2. Préparation des échantillons.....	25
2.2. Principe et dispositif expérimental de l'essai de micro-indentation.....	27
2.2.1. Principe d'essai de micro indentation .....	28
2.2.2. Présentation du système MICROPE.....	30
2.3. Composition minéralogique et microstructure des argilites du Cox .....	32

2.3.1.	Composition minéralogique .....	32
2.3.2.	Synthèse sur la mésostructure des argilites Cox .....	39
2.3.3.	Mécanismes de déformation à l'échelle mésoscopique .....	41
2.4.	Conclusion.....	42
Chapitre 3 : Etude de l'influence de l'humidité relative sur le comportement mécanique des argilites du Callovo – Oxfordien .....		
3.1.	Désaturation et resaturation des argilites.....	44
3.1.1.	Phénomènes capillaires.....	44
3.1.2	Dispositif expérimental .....	46
3.1.2.	Variation de la teneur en eau des échantillons.....	48
3.2.	Essais de micro indentation et mini compression- influences de l'humidité relative.....	51
3.2.1.	Procédure des essais .....	51
3.2.2.	Analyses des résultats .....	52
3.3.	Conclusion.....	61
Chapitre 4 Etude de l'influence de la température sur le comportement mécanique de l'argilite du Callovo-Oxfordien.....		
4.1.	Procédure de désaturation et de resaturation sous différentes températures .....	63
4.2.	Essais de micro-indentation et de mini compression.....	67
4.2.1.	Essais de micro indentation.....	68
4.2.2.	Essais de mini compression .....	68
4.2.3.	Compression hydrostatique .....	70
4.2.4.	Compression triaxiale drainée.....	72
4.3.	Analyse des résultats - influence de la température sur le comportement mécanique de l'argilite .....	74
4.3.1.	Propriétés élastiques initiales .....	75
4.3.2.	Propriétés à la rupture .....	77
4.4.	Conclusion.....	79
Chapitre 5 Etude de l'influence de la composition minéralogique .....		
5.1.	Composition minéralogique .....	81
5.2	Résultats des essais en fonction de profondeur .....	83
5.3.1.	Propriétés élastiques initiales .....	83

5.3.2. Propriétés à la rupture .....	86
5.4. Influence de la composition minéralogique.....	90
5.5 Conclusion.....	93
Chapitre 6 Modélisation mésoscopique.....	94
6.1. Principe de l'Approche incrémentale .....	94
6.3 Comportement local des phases .....	98
6.3.1 Modèle élastoplastique de la matrice argileuse .....	98
6.4 Application du modèle .....	101
6.4.1. Identification des paramètres .....	102
6.4.2. Validations expérimentales.....	104
6.5 Conclusion.....	107
Conclusion générale .....	109
Références bibliographiques.....	111
Annexe 1 : Photos des dispositifs expérimentaux et des échantillons .....	116
Annexe2 : Courbes de contrainte- déformation issues des essais de mini- compression sous différentes humidités relatives .....	122
Annexe 3 : Courbes isothermes de désorption sous différentes valeurs de température .....	128
Annexe 4 : Courbes de force – enfoncement des essais de micro indentation sous température contrôlée .....	131
Annexe 5 : Courbes de contraintes- déformation issues des essais de compression triaxiale sous température contrôlée.....	141

## Remerciements

Ces travaux ont été réalisés au Laboratoire de Mécanique de Lille sous la direction du Professeur Jianfu SHAO et financés par l'Agence Nationale pour la gestion des déchets radioactifs. J'aimerais donc adresser mes sincères remerciements à Monsieur Jianfu SHAO qui a bien voulu m'accueillir au sein de son équipe de recherche. Il m'a aidée à gérer et réaliser de façon efficace le lourd programme scientifique prévu dans cette thèse. Il m'a également fait profiter de ses nombreuses connaissances scientifiques. Je lui serais toujours reconnaissante pour sa patience, sa disponibilité et son indulgence à mon égard.

Monsieur Djimédo KONDO m'a fait l'honneur de présider mon jury. Qu'il trouve ici l'expression de toute ma gratitude. Messieurs Hui ZHOU et Dashnor HOXHA ont accepté la tâche ardue d'être rapporteurs de ce travail. Je les en remercie sincèrement. Je remercie tout autant Messieurs Pierre DELAGE, Behrouz GATMIRI et Qian SHENG pour avoir pris part au jury en tant qu'examineurs.

J'adresse tous mes remerciements à tous mes collègues et amis de l'équipe ER4 du Laboratoire de Mécanique de Lille pour son soutien moral et matériel qui m'a permis de mener à bien ce travail. Je voudrais également remercier Messieurs Shouyi XIE et Jean SECQ, pour toutes les aides précieuses qu'ils m'ont apportées pour la réalisation des études expérimentales, et Madame Marie SECQ pour la correction de mon mémoire.

Je souhaiterais remercier l'ANDRA pour le financement à cette étude.

Enfin, je remercie mes parents et mon épouse pour leur patience, leur aide et leur soutien qu'ils m'ont apportés tout au long de ces années de thèse. J'ai une pensée affectueuse pour eux et pour nos enfants.

## Résumé

Des roches argileuses raides (argilites) sont étudiées comme barrières géologiques potentielles pour le stockage des déchets radioactifs. Dans ce contexte, les argilites sont soumises à des sollicitations couplées : variation de contraintes lors de l'excavation des galeries, variation de saturation (désaturation et resaturation), variation de température due aux déchets exothermiques, et processus chimique. Il est donc nécessaire de développer des modélisations THM-C couplées pour l'étude de la faisabilité du stockage géologique à court et long termes. La présente étude est consacrée à l'étude expérimentale et à la modélisation du comportement mécanique des argilites de Meuse- Haute Marne (MHM) avec prise en compte des influences de la saturation, de la composition minéralogique et de la température.

Un grand nombre d'études expérimentales ont été effectuées sur le comportement mécanique des argilites de MHM sous la coordination de l'ANDRA. La présente étude propose de réaliser de nouvelles expériences pour compléter les données existantes. L'accent est mis sur les influences de la saturation, et la composition minéralogique et de la température. Des essais de micro-indentation et de mini compression sont effectués sur des échantillons de petites tailles sous différentes humidités relatives et températures. Ces essais permettent d'obtenir une meilleure distribution de saturation au sein des échantillons. Les variations des propriétés élastiques et de la résistance mécaniques des argilites sont étudiées en fonction de saturation et de température. Des échantillons provenant de différentes profondeurs sont étudiées et les influences de la composition minéralogique sur les propriétés mécaniques sont mises en évidence.

Différents types de modèles de comportement sont également développés pour décrire le comportement mécanique des argilites. En revanche, la plupart des modèles est basée sur des formulations phénoménologiques. Dans la présente étude, on propose d'utiliser un modèle micromécanique basé sur une méthode d'homogénéisation non linéaire, ceci afin de prendre en compte des influences de la composition minéralogiques des argilites. L'argilite est schématisée par un matériau à trois phases : la matrice argileuse élastoplastique, des grains de calcite et de quartz élastiques linéaires. Des comparaisons entre les simulations numériques et les données expérimentales sont présentées.

**Mots clés :** Roches argileuses, milieux poreux, couplage thermo-hydrromécanique, composition minéralogique, modélisation micromécanique, homogénéisation

## Abstract

Clayey rocks are largely investigated for the feasibility study of geological storage of radioactive wastes. In that context, the clayey rocks are subjected to solicitations of different origin: stress variation due to cavity excavation, change of water saturation degree (drying and resaturation), variation of temperature due to exothermal wastes, and chemical reaction processes. Therefore, it is necessary to develop coupled THM-C modelling for the short and long term feasibility analysis of geological storage facilities. The present work is devoted to experimental investigation and modelling of mechanical behaviour of Meuse- Haute Marne (MHM) argillites by taking into account influences of saturation, mineralogical composition and temperature.

A number of laboratory investigations have been performed for studying mechanical behaviour of MHM argillites. We propose to realize new investigations to extend and complete existing data. The emphasis is put on the influences of saturation and temperature. Micro-indentation and mini compression tests are conducted on small size samples under different values of relative humidity and temperature. Argillite samples from different depth are then investigated and the influences of mineralogical composition on mechanical properties are shown.

Different kinds of constitutive models have also been proposed to describe mechanical properties of MHM argillites. However, most models have been based on macroscopic formulations. In the present work, we propose to apply a homogenization-based micromechanical model to describe influences of mineralogical compositions on macroscopic behaviours. The argillites are considered as a three phase composite: clay matrix, calcite and quartz grains. Comparisons between numerical modelling and experimental data will be presented.

**Keywords:** Clayey rocks, porous media, thermo-hydromechanical coupling, mineralogical composition, micromechanical modelling, homogenization

## Principales notations

### Notations tensorielles

$T$ scalaire	· contraction simple
$\underline{T}$ vecteur	: double contraction
$\underline{\underline{T}}$ tenseur d'ordre deux	$\otimes$ produit tensoriel
$\mathbb{T}$ tenseur d'ordre quatre	$\underline{\underline{\delta}}$ tenseur unité d'ordre deux
$\mathbb{I}$ tenseur unité d'ordre quatre	$\mathbb{K} = \mathbb{I} - \mathbb{J}$
$\mathbb{J} = \frac{1}{3} \underline{\underline{\delta}} \otimes \underline{\underline{\delta}}$	
$tr(\underline{\underline{T}})$ trace d'un tenseur d'ordre deux	
$dev(\underline{\underline{T}})$ partie déviatorique d'un tenseur d'ordre 2	$dev(\underline{\underline{T}}) = \underline{\underline{T}} - \frac{1}{3} tr \underline{\underline{T}}$

### Notations communes à tous les chapitres

$\mathbb{T}^{\text{hom}}$	grandeur homogénéisée
$T_r$	grandeur associée à la phase $r$
$\underline{\underline{E}}$	tenseur de déformations macroscopiques
$\underline{\underline{\Sigma}}$	tenseur de contraintes macroscopiques
$\underline{\underline{\varepsilon}}$	tenseur de déformations microscopiques
$\underline{\underline{\sigma}}$	tenseur de contraintes microscopiques
$\underline{\underline{\sigma}}'$	tenseur de contraintes effectives microscopiques
$\mathbb{C}$	tenseur d'élasticité
$\mathbb{L}$	opérateur tangent
$\mathbb{A}$	tenseur de location (élastique ou tangent)
$\mathbb{P}$	tenseur de Hill
$\mathbb{S}^E$	tenseur d'Eshelby
$k$	module de compressibilité
$\mu$	module de cisaillement
$E$	module d'élasticité
$\nu$	coefficient de Poisson

$RH$  humidité relative  
 $S_w$  degré de saturation  
 $p_c$  pression capillaire

## Introduction générale

Ce travail, lié à la problématique du stockage des déchets radioactifs à haute activité et à vie longue, est réalisé au Laboratoire de Mécanique de Lille et en collaboration avec l'ANDRA (Agence nationale pour la gestion des déchets radioactifs). Dans cette thématique, différents types de roches ont été étudiées comme potentielles barrières géologiques. Actuellement dans le monde il y a trois grands types de roches préférentielles : les argilites, les formations salines et les granites. En France, suite à dix ans d'études de l'ANDRA, les données acquises montrent que la couche d'argilite du Callovo-Oxfordien présente des caractéristiques favorables (le forte compacité et la faible perméabilité) à un stockage de déchets de haute activité (HA) et de Moyenne Activité à Vie Longue (MAVL). Un laboratoire de recherche souterrain a été construit par l'ANDRA sur le site de Meuse-Haute Marne (MHM) pour mener des expérimentations in situ. Autour de ce projet de laboratoire souterrain, un grand nombre de travaux ont été menés par des partenaires de l'ANDRA, pour caractériser les comportements mécaniques, hydromécaniques et thermomécaniques des argilites à court et long terme. Un groupement de laboratoires en Géomécanique (GM-Géomécanique) a été ainsi créé pour coordonner les travaux de recherche sur les argilites de MHM. La présente étude fait partie du programme scientifique de ce groupement sur les deux volets suivants : « comportement hydromécanique » et « effets thermiques ». Les objectifs essentiels visés par la présente étude sont d'une part de compléter les données expérimentales existantes afin de mieux caractériser les influences de la saturation et de la température sur les propriétés mécaniques des argilites, et d'autre part d'étendre la modélisation multi-échelle en tenant compte de ces influences. Par ailleurs des influences de la composition minéralogique seront également considérées.

Par la présence des minéraux argileux, les études antérieures ont montré que le comportement mécanique des argilites est très sensible à la saturation en eau. Des essais de compression triaxiale ont été effectués sur des échantillons à différents degrés de saturation. Due à la très faible perméabilité des argilites, le processus de saturation et de resaturation est généralement très long. Par conséquent, la principale difficulté des essais à saturation contrôlée est l'obtention d'un état de saturation quasi homogène des échantillons en un temps raisonnable. Dans cette optique, nous proposons de réaliser des essais de micro-indentation et mini compression sur des échantillons de petite taille afin d'accélérer le processus de désaturation et de resaturation. Les essais seront réalisés en humidité relative contrôlée afin d'étudier les impacts de saturation sur les propriétés mécaniques des argilites. Des échantillons seront préparés dans les directions parallèle et perpendiculaire aux plans de stratification afin d'étudier l'influence de l'anisotropie structurale des argilites.

Dans le contexte du stockage des déchets exothermiques, les argilites sont soumises également à des variations de température. Celles-ci peuvent non seulement engendrer des variations de contraintes et de la pression interstitielle par effets de couplage thermo-hydromécanique mais également affecter les propriétés mécaniques des argilites. Par exemple, il a été démontré que l'augmentation de température induit généralement une diminution du seuil plastique du mécanisme de consolidation des argiles. A ce jour, peu d'études expérimentales ont été effectuées sur les argilites de MHM permettant de quantifier les effets de la température sur leur comportement mécaniques. Dans cette étude, on propose de réaliser des essais de micro-indentation, mini-compression et de compression triaxiale sur les argilites de MHM sous différentes valeurs de température. Les résultats obtenus permettront notamment d'étudier les évolutions des propriétés élastiques et de la rupture en fonction de température.

Afin d'étudier les phénomènes de couplages THM-C dans le contexte du stockage des déchets radioactifs, il est tout d'abord nécessaire de développer des lois de comportement mécanique des argilites. Différents types de modèles ont été proposés à ce jour : modèles élastoplastiques, modèles d'endommagement isotropes et anisotropes, modèles plastiques couplés à l'endommagement. La plupart de ces modèles ont été basés sur des approches macroscopiques et formulés dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversible. Ces modèles fournissent des outils de modèles parfois efficaces mais cependant ne permettent pas de décrire des mécanismes physiques mis en jeu à des échelles pertinentes du matériau. Des modèles micromécaniques ou mésomécaniques ont également été proposés. Ces modèles basés sont formulés en utilisant des méthodes d'homogénéisation linéaires et non linéaires et prennent en compte des mécanismes de déformation locaux des constituants minéralogiques des argilites. Par ces modèles, le modèle mésomécanique proposé par le LML a été largement utilisé pour décrire le comportement mécanique des argilites en conditions isotherme et saturées. Dans la présente étude, on propose d'étendre ce modèle en introduisant les effets de saturation et de la température sur le comportement plastique de la matrice argileuse.

Ce mémoire de thèse s'organise autour de six chapitres dont les grandes lignes sont exposées ci-après :

Dans le chapitre 1, nous présentons la problématique d'un centre de stockage. On décrit tout d'abord les bases de conception liées à la sûreté, le concept de stockage et le laboratoire de recherche souterrain MHM. Puis, les propriétés de l'argilite du Callovo – Oxfordien (Cox) sont présentées. Enfin, nous présentons la problématique de couplage thermo – hydro – mécaniques (THM) de l'argilite du Cox, dans un contexte de stockage des déchets radioactifs.

Dans le chapitre 2, nous présentons tout d'abord les états initiaux des carottes issues des forages, la procédure de préparation des échantillons pour la suite dans les essais de micro indentation et de mini compression. Puis nous présentons les principes des essais de micro indentation et de mini compression ainsi que le dispositif expérimental utilisé. Enfin, pour interpréter les propriétés mécaniques à l'échelle mésoscopique et par la suite formuler le modèle mésomécanique, nous présentons la composition minéralogique de l'argilite du Callovo – Oxfordien par la technique de diffraction au rayon X.

Dans le chapitre 3, nous présentons les résultats d'essais de micro indentation et de mini compression réalisés sur des échantillons à différentes gammes d'humidité relative. Afin d'étudier l'influence de l'anisotropie structurale du matériau, des échantillons dans les deux orientations principales, soient perpendiculaire et parallèle aux plans de stratification, sont considérées pour tous les essais.

Dans le chapitre 4, des études expérimentales complémentaires sont effectuées afin de caractériser les effets thermiques sur les propriétés mécaniques des argilites. Nous présentons les résultats des essais de micro indentation et de mini compression sous différentes températures et à l'humidité relative contrôlée, et des essais de compression hydrostatique et de compression triaxiale effectués sous différentes températures.

Dans le chapitre 5, nous nous intéressons à l'influence de la composition minéralogique sur le comportement mécanique des argilites MHM partiellement saturées. Nous présentons les résultats des essais de micro indentation et de mini compression, à l'humidité relative contrôlée comme le chapitre 4, sur des échantillons issus de trois différentes profondeurs géologiques. Les essais seront également menés dans les deux directions principales de chargement. Notamment, la relation entre le comportement mécanique et la composition minéralogique sera étudiée.

L'objectif du chapitre 6 est de fournir un outil de modélisation mésomécanique capable de décrire le comportement mécanique des argilites du Cox avec la prise en compte des effets de saturation et de température. Les propriétés plastiques de la matrice argileuse seront affectées par le degré de saturation et la variation de température. Des comparaisons entre les simulations numériques et les données expérimentales seront présentées.

# Chapitre 1 : La Problématique d'un Centre de Stockage

## 1.1. Contexte général sur le stockage souterrain des déchets radioactifs

### 1.1.1. Contexte

Les déchets radioactifs sont tous différents, selon leur origine ils peuvent être plus ou moins dangereux pour l'homme, ou être plus ou moins persistants dans la nature. La classification des déchets radioactifs s'effectue selon deux critères :

- la période de radioactivité contenue dans le déchet.
- le type de rayonnement et le niveau de radioactivité.

Ils sont classés en quatre catégories différentes :

- les déchets de très faible activité,
- les déchets A, d'activité faible, constituent 90% du total et ont une durée de vie courte ou moyenne,
- les déchets B, d'activité faible ou moyenne, qui en contenant une quantité significative de radioéléments à vie longue, constituent environ 9% du total. Ils sont produits essentiellement au cours du retraitement du combustible, de la maintenance courante et des opérations d'entretien des usines de retraitement ou du parc électronucléaire [Su, 2005a]. La Fig. 1.1 (a) présente le schéma d'un colis primaire de déchets B,
- les déchets C, d'activité forte et à vie longue. Ils sont des déchets vitrifiés issus du retraitement des combustibles usés. Ces déchets sont exothermiques. Les puissances thermiques résiduelles après la date de fabrication du colis de verre décroissent très rapidement avec le temps. Fig. 1.1 (b) pour le schéma du colis C.

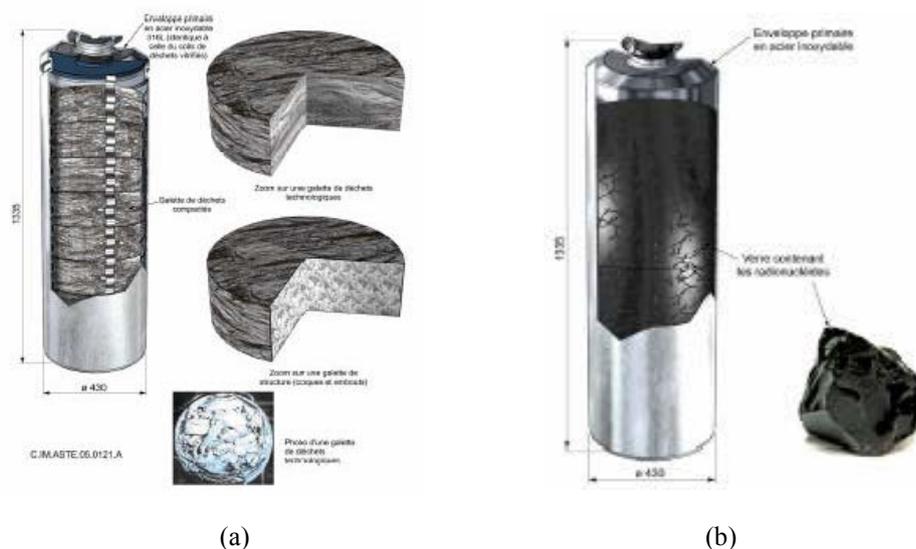


Fig. 1.1 Schéma (a) d'un colis primaire de déchets B et (b) d'un colis primaire de déchet C vitrifié

[Andra 2005a]

Les déchets d'activité forte et à vie longue (HAVL) et de moyenne activité à vie longue (MAVL) représentent moins de 5 % du volume des déchets radioactifs français mais concentrent plus de 99 % de la radioactivité totale de ces déchets. Ils proviennent essentiellement de l'industrie électronucléaire [Carle et Patarin, 2003].

Afin d'examiner toutes les solutions envisageables pour le conditionnement des déchets radioactifs en France, la loi du 30 décembre 1991 a posé trois orientations de recherches :

- séparation et transmutation : étude de solution en vue de réduire leur durée de vie à vie longue (examiné par le CEA),
- stockage en formation géologique profonde (examiné par l'ANDRA),
- conditionnement et entreposage de longue durée : étude de solution de recyclage en attendant en surface (examiné par le CEA).

Le gouvernement Français a décidé de stocker les déchets de faible et moyenne activité à vis courte dans les centres de la Hague (Manche) et de l'Aube. En revanche la gestion des déchets d'activité forte et à vie longue (HAVL) et les déchets de moyenne activité à vie longue (MAVL) fait l'objet d'une étude en cours coordonnée par l'Agence Nationale pour la gestion des déchets radioactifs (ANDRA).

L'ANDRA a été chargée par la loi de programme du 28 juin 2006 de concevoir et d'implanter un centre de stockage pour ces déchets. La loi impose que cette installation soit réversible pendant une durée d'au moins cent ans (Fig. 1.2).



Fig. 1.2 Vie du centre de stockage [Andra 2005a]

### 1.1.2. Bases de conception liées à la sûreté

Le site et les barrières artificielles de confinement doivent assurer, à long terme, une capacité d'isolation suffisante des déchets radionucléides, doivent concentrer les produits dangereux et

les confiner à l'abri des activités humaines par un système barrières de protection. Le concept multi barrières adaptés à chaque type de déchets doit isoler les matières radioactives de l'environnement pendant le temps nécessaire à la décroissance de la radioactivité contenue.

Toutefois, des objectifs quantitatifs pour les performances de confinement des différentes barrières ne pourront valablement être fixés qu'à l'issue d'un processus itératif, intégrant l'expérience acquise au cours de l'étude de la 'Sûreté des stockages'. C'est pourquoi une approche prudente est retenue, consistant à choisir ou concevoir chacune des barrières aussi efficace que raisonnablement possible compte tenu, d'une part, de son rôle dans la sûreté globale du stockage, d'autre part, de l'état des connaissances, des techniques disponibles, et des facteurs économiques.

La sûreté du stockage repose sur trois composantes :

- les colis qui contiennent les déchets,
- les ouvrages de stockage (béton et argile reconstituée) dans lesquels sont placés les colis,
- et la géologie du site qui constitue une barrière géologique (roche naturelle).

La conception des colis de déchets doit permettre d'assurer la sûreté des phases préalables au stockage définitif (entreposage, manutention, transport) et une pérennité suffisante des caractéristiques du colis de déchets ou des matériaux dans lesquels il est placé (températures limites à ne pas dépasser, tenue à l'irradiation...).

Les déchets C sont conditionnés dans une matrice en verre, coulée dans un colis en inox non allié. Ils sont ensuite placés au sein d'alvéoles de stockage cylindriques creusées dans les argilites et recouvertes d'un chemisage métallique, pendant la période où l'activité des radionucléides à vie courte ou moyenne est dominante. Pour les déchets C, le colis devra viser à éviter la dissémination des radionucléides qu'il contient, notamment en cas d'occurrence d'un événement aléatoire entraînant la création d'un 'court-circuit' de la barrière géologique et survenant pendant cette période.

Les déchets B sont confinés dans un conteneur parallélépipédique en béton armé qui sera ensuite stocké dans une chambre de stockage au sein des argilites soutenue par une épaisseur de 25 cm de béton. Ce type de colis devra limiter la dissémination de substances radioactives qu'il contient, après la fermeture du stockage, notamment en cas d'occurrence d'un événement aléatoire entraînant la création d'un 'court-circuit' de la barrière géologique et survenant pendant une période à définir.

Dans le choix des barrières ouvragées de voisinage, il faudra tenir compte des caractéristiques intervenant (Fig. 1.3):

- évacuation de la chaleur dégagée par les déchets;
- réduction de l'intensité des contraintes mécaniques engendrées;
- comportement physico-chimique au regard de la corrosion des conteneurs et de la migration des radionucléides. (Les sollicitations chimiques sont pilotées par les eaux

apportées par la resaturation des argilites et la saturation des alvéoles. Elles sont accentuées par l'augmentation de la température).

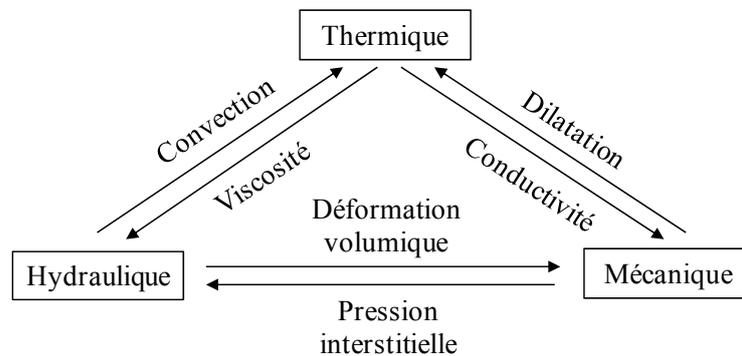


Fig. 1.3 Couplages thermo-hydro-mécaniques [Chiarelli, 2000].

Actuellement dans le monde il y a trois grands types de roches préférentielles : les argilites, les formations salines et les granites. Ces roches ont été choisies pour leur capacité à retenir les radionucléides confinés le plus longtemps possible. En France, suite à plus de dix ans d'études de l'ANDRA, les données acquises montrent que la couche d'argilite du Callovo – Oxfordien présente des caractéristiques favorables (la forte compacité et la faible perméabilité) à un stockage de déchets de haute activité (HA) et de moyenne activité à vie longue (MAVL). La roche hôte des argilites du Callovo – Oxfordien est une formation, datant de 160 millions d'années.

En particulier, pour les roches sédimentaires, on pourrait compter sur une cicatrisation des vides de la barrière géologique et des barrières ouvragées par fluage de la roche et l'évolution de cette cicatrisation devront être évaluée.

Pour la géologie du site, elle devra être choisie de sorte que la profondeur envisagée pour le stockage garantisse que les performances de confinement de la barrière géologique ne seront pas affectées de façon significative par les phénomènes d'érosion, par l'effet d'un séisme, ou par les suites d'une intrusion 'banale'.

### 1.1.3. Concept de stockage de déchets radioactifs

Le schéma de principe de l'architecture de stockage est présenté sur la Fig. 1.4. Des cavités cylindriques creusées dans la roche (les alvéoles) accueillent les colis de déchets et sont regroupées par grands ensembles. Ces derniers sont reliés entre eux par des galeries et à la surface par des puits d'accès. En surface, des installations serviront à l'accueil et au conditionnement des colis.

Cette installation doit assurer, à long terme, que les radionucléides soient retenus en profondeur par le système multi barrières et cela de manière passive afin de protéger l'homme et son environnement contre toute émission ou dissémination de matières radioactives.

Il y a trois phases :

- une phase préparatoire à l'accueil des colis,
- une phase d'exploitation,
- et une phase postérieure à la fermeture.

Cette dernière phase s'étend sur un très long terme et entre dans la problématique de la thèse. Durant ce terme, il n'y a pas d'intervention humaine possible. Et le comportement des barrières de protection est de moins en moins prévisible. Il faut que l'ultime barrière garde son intégrité le plus longtemps possible. Les conditions de stockage peuvent modifier localement les argilites et leurs propriétés. Il faut que des déchets (charge thermique), les matériaux rapportés et de remplissage n'affectent en rien la sûreté de l'installation.

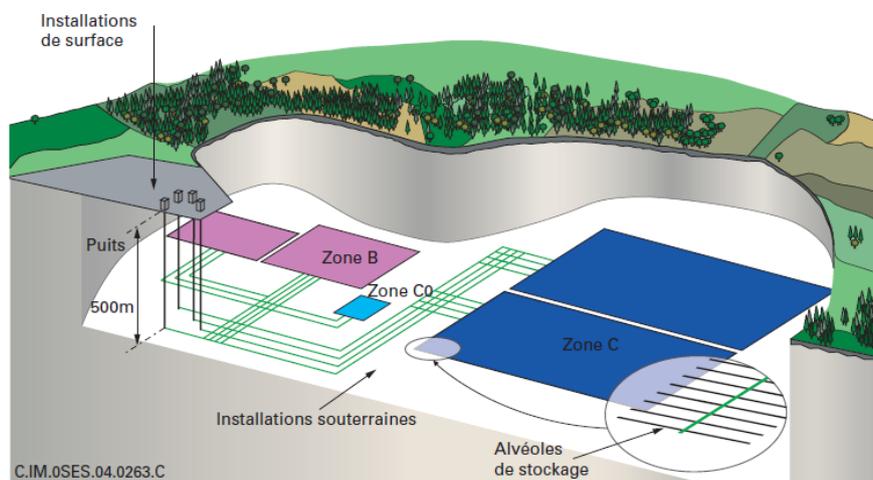


Fig. 1.4 Schéma de principe d'une architecture de stockage [Andra, 2005b].

#### 1.1.4. Le laboratoire de recherche souterrain

La réalisation du laboratoire souterrain est l'aboutissement d'une longue procédure qui a commencé par une décision gouvernementale de 1993. Afin d'étudier les propriétés du Callovo – Oxfordien, le 3 août 1999, l'ANDRA a été autorisée à construire et à exploiter le Laboratoire souterrain, à étudier le stockage profond des déchets radioactifs de haut activité et moyenne activité à vie longue, stockage située à la frontière des départements de Meuse et de Haute-Marne à -500 m de profondeur environ (Fig. 1.5).

L'architecture générale du stockage repose sur trois principes [Andra, 2005c] :

- un principe de compartimentation afin d'assurer une grande flexibilité dans la gestion des déchets, ainsi que dans la conception, l'exploitation et la réversibilité du stockage,
- un principe de 'cul de sac' afin de limiter les circulations d'eau au sein du stockage,
- un critère de température maximale admissible de 90°C dans le stockage, notamment pour les colis de déchets C et les colis de combustibles usés CU.



suivre leur évolution en temps réel. A 445 mètres de profondeur a été installée une galerie d'expérimentations pour des observations et des mesures à réaliser dans la partie supérieure de la couche hôte. A 490 mètres de profondeur, un réseau de l'ordre de plus de 700 mètres de galeries interconnectées, avec approvisionnement en électricité, en eau, en air comprimé, est actuellement disponible. Soutenues par des cintres métalliques, les parois des galeries sont armées par des boulons et couvertes de grillage et de béton projeté; le sol est constitué d'un radier en béton.

## **1.2. Propriétés des argilites du Callovo – Oxfordien**

### **1.2.1. Contexte géographique et géologique des argilites**

L'appellation "argilite du Callovo – Oxfordien (Cox)" fait référence à une couche du Callovo – Oxfordien sur le département de la Meuse et de la Haute-Marne (MHM). Elle fait partie d'une couche sédimentaire qui débute à la base du Jurassique moyen (Dogger) et se termine par les formations du Jurassique supérieur (Malm), soit une tranche de temps d'environ 40 millions d'années. Les argilites forment une couche à dominante argileuse, dont le toit et le mur sont situés respectivement à -420 et -550 m de profondeur [Andra 2005a]. La couche du Callovo – Oxfordien se situe hors de l'influence des grandes failles régionales garantissant une zone relativement stable tectoniquement. D'ailleurs, elle est régulière et homogène sur une grande surface. En raison du pendage des couches vers le Nord – Ouest, la profondeur du toit augmente progressivement pour atteindre plus de 600 m à une quinzaine de kilomètres vers le Nord. Parallèlement, l'épaisseur de la formation varie de 130 à 160 m environ du Sud vers le Nord-Ouest (Fig. 1.5). Ce matériau appartient à une classe intermédiaire située entre les sols et les roches et à un domaine géologique relativement simple. Les argilites du Callovo – Oxfordien est plus raides et plus résistantes qu'un sol et certaines, ont des propriétés physiques et mécaniques semblables à celles des roches [Colle, 2005], elles sont compactes et très peu perméables.

Les argilites du Callovo – Oxfordien contiennent en moyenne 40 à 45% de minéraux argileux qui proviennent de l'altération et de la dégradation de roches [Robinet, 2008]. La diversité des argiles est due à différentes caractéristiques physiques du milieu dans lequel se fait cette dégradation (température, pression, pH, .....). La diagénèse est un phénomène qui peut conduire à une grande variabilité spatiale. Ces produits d'altération et de dégradation se déposent pour former des couches successives qui se structureront au fil du temps. Ensuite les éléments dissous transportés par les fluides forment une cimentation entre les particules. Les diagraphies mettent en évidence une légère anisotropie du champ de contraintes horizontal [Heitz, 1997 et ANDRA, 1998b].

### 1.2.2. Principales caractéristiques de l'argilite du Callovo – Oxfordien

D'un point de vue macroscopique, les argilites du Callovo – Oxfordien sont des matériaux verdâtres, sombres et à grains très fins. On considère que les argilites du Callovo – Oxfordien sont composées en moyenne de 28.5% de quartz, 23.4% de calcite et 47.1% d'argiles et en moins grande quantité de dolomite, de feldspaths et de pyrite. La matrice argileuse est composée de l'illite, de chlorite, de kaolinite et d'un minéral gonflant, la smectite [Robinet, 2008].

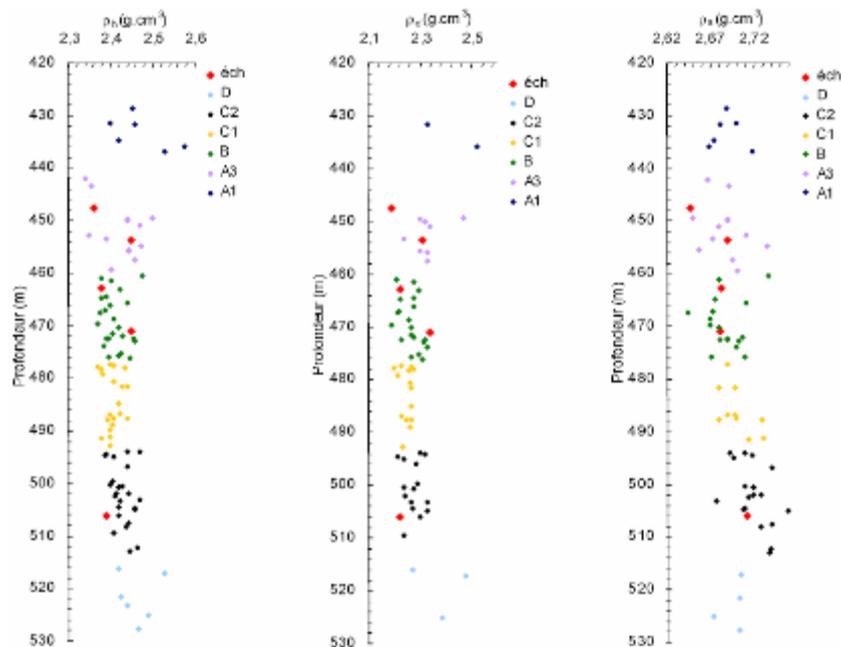


Fig. 1.7 Evolutions des densités humides, sèche et de grains en fonction de la profondeur [Ecoffier, 2002].

La densité humide  $\gamma_h$ , sèche  $\gamma_d$  et des grains  $\gamma_g$  sur l'ensemble des sondages est respectivement égale à  $2.41 \pm 0.06$ ,  $2.27 \pm 0.03$  et  $2.65$  [Chiarelli, 2000]. Les valeurs de densité humide, sèche et des grains mesurées sur l'argilite du Callovo – Oxfordien en Fig. 1.7 sont en fonction de la profondeur [Ecoffier, 2002]. La teneur en eau des argilites du Callovo – Oxfordien est égale en moyenne à  $6.27 \pm 1.38\%$  [Ecoffier, 2002]. La porosité des argilites du Callovo – Oxfordien est égale en moyenne à  $11.8 \pm 1.6\%$ , calculée à partir des valeurs de densité sèche et de la densité des grains. Le degré de saturation est égal en moyenne à  $95\%$  [Chiarelli, 2000], calculé à partir des valeurs de porosité et de teneur en eau. Sur la Fig. 1.8, on note que les valeurs de la teneur en eau, de la porosité et du degré de saturation sur l'argilite du Callovo – Oxfordien sont en fonction de la profondeur.

Le module d'Young est égale en moyenne à  $5750 \pm 1822$  MPa aux plans perpendiculaires de stratification et à  $4096 \pm 1291$  MPa dans l'autre sens [Ecoffier, 2002]. Le module d'Young correspond à des essais de compression simple et de compression triaxiale réalisés à différentes pressions de confinement sur des éprouvettes à teneur en eau naturelle. Le

coefficient de Poisson est égale en moyenne à  $0.21 \pm 0.09$  ce qui ne est pas influencé par l'orientation des éprouvettes (Fig. 1.9). La résistance en compression uniaxiale est égale en moyenne à  $19.1 \pm 6.1$  MPa ce qui est aussi en fonction de la profondeur [Lefevre et Homand, 1995 ; Thorel et al., 1995b et 1999].

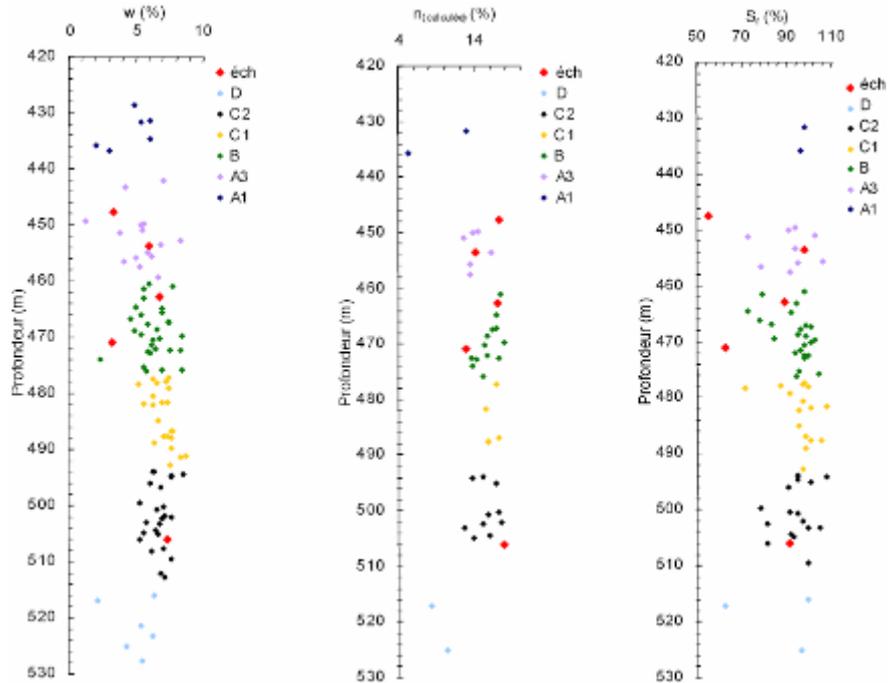


Fig. 1.8 Evolution de la teneur en eau, de la porosité calculée et du degré de saturation en fonction de la profondeur [Escoffier, 2002].

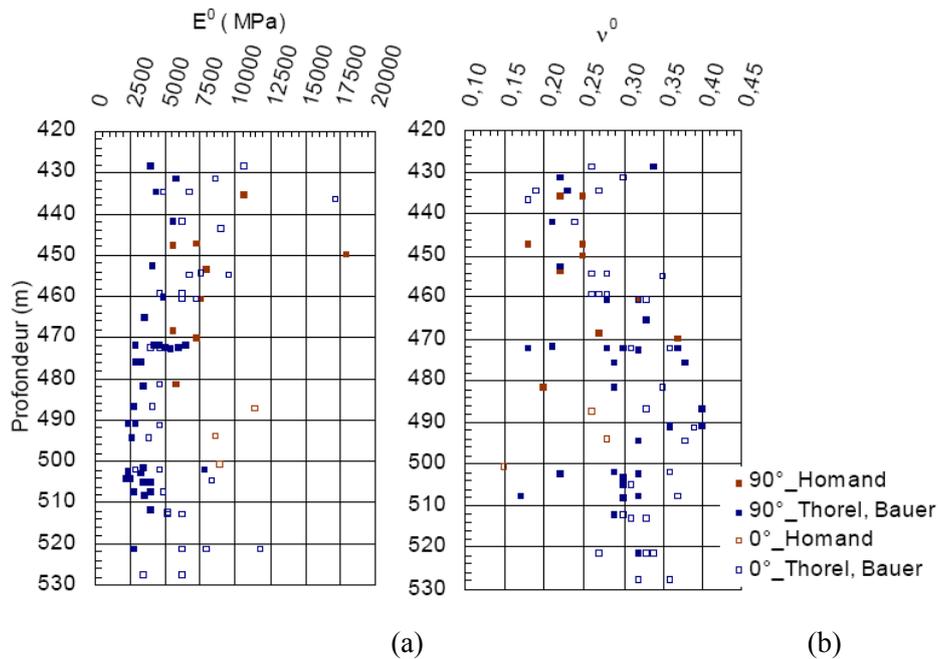


Fig. 1.9 Evolution (a) du module d'Young  $E_0$  et (b) du coefficient de Poisson en fonction de la profondeur (CT : compression triaxiale ; CS : compression simple) [Escoffier, 2002].

### **1.3. Problématique du couplage THM**

Dans un contexte de stockage des déchets radioactifs, en effet, des phénomènes divers aussi bien mécaniques que thermiques et hydriques vont interagir. L'utilisation d'un tel matériau appelle l'étude de phénomènes thermo hydro mécaniques.

#### **1.3.1. Processus thermiques**

Au stade actuel du concept de stockage, la température maximale admissible ne doit pas excéder 90 °C à la paroi argileuse de l'alvéole de stockage (Fig. 1.10) et 100 °C au contact du colis pour les alvéoles de déchets C et dans la barrière ouvragée pour les alvéoles de combustibles usés [ANDRA 2005a et Bauer 2005]. Ces limites de température, qui a été fixées au regard de la sûreté du projet, évitent une modification minéralogique de l'argilite et permettent de maîtriser l'ensemble des phénomènes. Ce critère est utilisé dans le calcul du dimensionnement thermique de stockage : espacement entre les colis, entraxe des alvéoles, distance entre les zones de stockage, etc.

Une élévation de température qui s'ajoute à la température ambiante (environ 22°C dans l'argilite à la profondeur du laboratoire souterrain) est entraînée par une source de chaleur (par exemple un colis de déchets HA). Elle est déterminée par la puissance thermique de la source et la surface d'échange entre la source et son environnement et la capacité du lieu où se trouve cette source à évacuer la chaleur.

Dans les alvéoles de type C (haute activité et à vie longue), l'évacuation de la chaleur dégagée par les colis HA s'effectue par conduction dans l'argilite. Contrairement aux installations d'entreposage des déchets HA, ce mode d'évacuation est totalement passif, il ne nécessite aucun dispositif électromécanique et ne repose pas sur la convection de l'air de ventilation. Le comportement thermique de la source et des alvéoles de stockage n'est pas impacté par l'étape de fermeture où se trouve l'alvéole et dans le temps, l'évolution de la température des colis et des alvéoles ne dépend pas du calendrier de franchissement de ces étapes.

L'élévation de la température provoque les phénomènes suivants, d'origine thermique dans et autour des alvéoles de déchets exothermiques [SU, 2005a]:

- déformations/contraintes thermomécaniques qui s'additionnent aux déformations/contraintes mécaniques et hydromécaniques [Bérest et Weber, 1988];
- augmentation de la pression de pore (résultant de la dilatation différentielle entre l'eau et la matrice solide), et donc diminution de la contrainte effective;
- augmentation de la vitesse de fluage;
- diminution de la viscosité de l'eau.

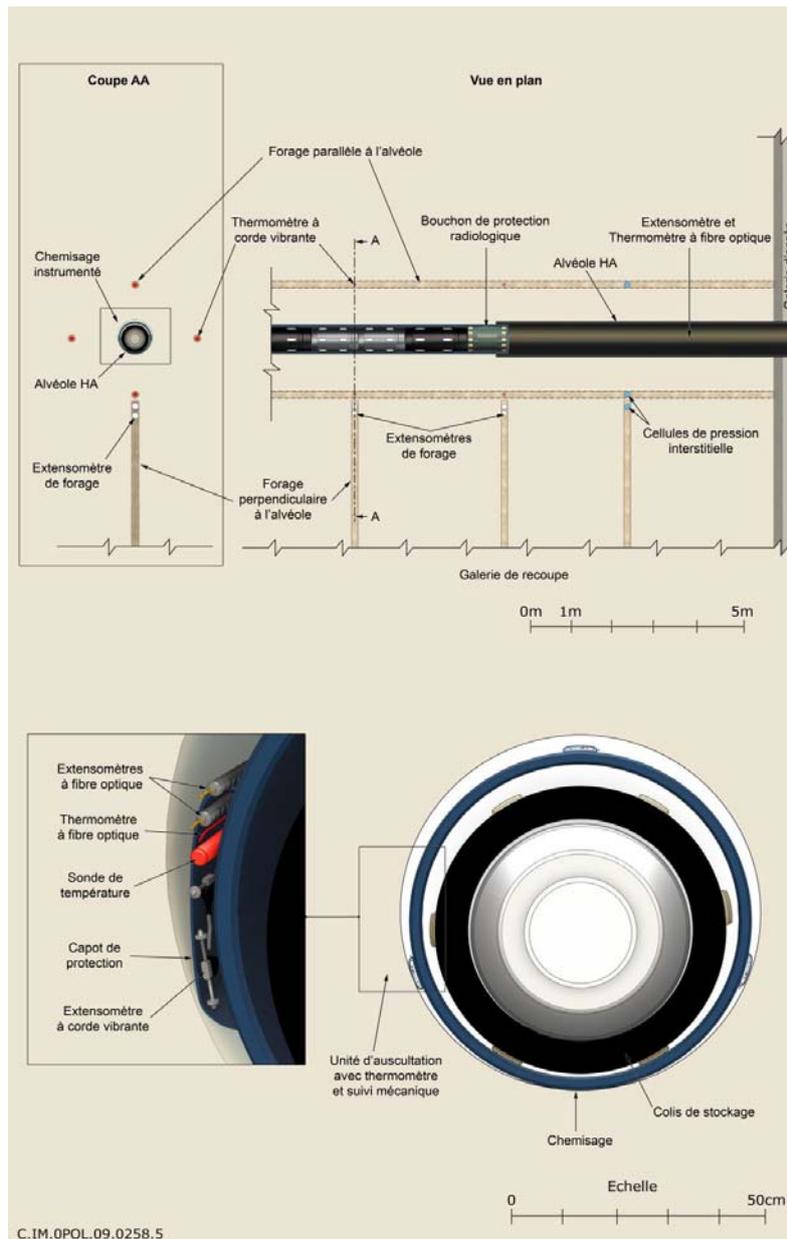


Fig. 1.10 Limite de température pour le dimensionnement du stockage des déchets HA [Andra, 2009].

### 1.3.2. Processus hydriques et hydrauliques

Les argilites du Callovo – Oxfordien sont des matériaux particulièrement sensibles à l’environnement hydrique susceptible d’influencer de façon notable ses propriétés mécaniques. Les variations de teneur en eau peuvent créer des fissures ou modifier l’ouverture des fissures existantes à la paroi [Su et al., 2003 et 2001 ; Su et Ozanam, 2001 et Ramambasoa, 2001], influencer davantage les propriétés mécaniques des argilites (le module d’Young, le contrainte à la rupture, l’endommagement ...).

Il y a trois types de sollicitations hydriques et hydrauliques dans les ouvrages de stockage [Su, 2005a] :

- la désaturation du massif induite par la ventilation,
- la resaturation des argilites et la saturation des composants des ouvrages (e.g. barrière ouvragée, bouchon, bétons) initiées avec la fermeture des alvéoles et des galeries,
- l'accumulation progressive de l'hydrogène issu de la corrosion des éléments des ouvrages.

Ces phénomènes sont également en interaction avec l'augmentation de la température après la mise en place des colis.

### **1.3.3. Les effets mécaniques**

En effet, le creusement des ouvrages de stockage constitue une sollicitation mécanique majeure. Il peut augmenter le déviateur de contrainte dans le champ proche, la fissuration et la perméabilité, et éventuellement de la fracturation en paroi et diminuer la pression de pore dans des zones où il y a des déformations irréversibles dilatantes [Conil-Aublivié et al., 2004 ; Armand et Su, 2005]. Après l'excavation, le champ proche des ouvrages continue à se déformer notamment par l'absence de soutènement. Un développement supplémentaire de la fracturation et de la fissuration initiée lors du creusement peut se créer par les différentes déformations [Shao et al., 2003].

## **1.4. Conclusion**

Dans un contexte de stockage en formation géologique profonde, le système de confinement est constitué par les colis de déchets, les barrières ouvragées et la barrière géologique. Les barrières multiples de confinement jouent des rôles complémentaires et la barrière géologique assure un rôle essentiel en particulier à long terme. En France, suite aux études de l'ANDRA, la couche d'argilite du Callovo – Oxfordien aux qualités très homogènes, forte compacité et faible perméabilité, est choisie pour la barrière géologique.

L'objectif de ce chapitre était de présenter la problématique du couplage THM (thermo – hydro – mécanique) dans le cas de stockage des déchets radioactifs. Les argilites sont des matériaux très sensibles à l'environnement hydrique susceptible. La variation d'humidité relative peut créer des fissures ou modifier l'ouverture des fissures existantes à la paroi. L'échauffement de la roche induit des contraintes et des déformations thermiques. Le couplage THM peut également modifier l'état de contrainte et de pression interstitielle dans le champ lointain [Su, 2005b]. Ces incertitudes provoquées par le phénomène de couplage THM sera progressivement levée avec les observations et les mesures in situ menées dans le laboratoire souterrain de Meuse/Haute-Marne. C'est pourquoi nous menons l'étude expérimentale de la caractérisation mécanique et développons un modèle de comportement hydro –mécanique dans les chapitres suivants.

## Chapitre 2. Echantillonnage, dispositif expérimental et analyse

### minéralogique des argilites du Cavollo – Oxfordien

#### 2.1. Échantillonnage

##### 2.1.1. Conditions de forage et de stockage des échantillons

Tous les échantillons utilisés dans la présente étude proviennent de neuf carottes de trois forages (forages PPA39, OHZ1203 et OHZ1204). Les identifications des carottes sont présentées dans le tableau 2.1.

Tout d'abord, les carottes de forage, à leur sortie du forage, ont été placées dans des cellules de confinement. Ensuite, elles sont enveloppées dans une membrane de caoutchouc et rapidement confinées par une enveloppe de béton et un tube PVC (photo A.1). Tous ces procédés garantissent autant que possible l'état naturel de la roche et évitent les contacts avec le milieu extérieur.

Pour d'ouvrir les cellules, nous avons besoin de suivre les quatre étapes suivantes : tout d'abord, on relâche la contrainte axiale en desserrant le ressort, ensuite, on scie le tube en plastique PVC, on retire les trois ailettes en plastique permettant de détacher le béton et enfin, on scie la membrane de caoutchouc pour tirer l'échantillon de forage (photo A.1).

Tableau 2.1 Description des carottes des argilites du Cavollo – Oxfordien.

Numéro	Forage	Z/sol toit(m)	Orientation du forage
EST22532	PPA39	503.24	Horizontal
EST22533	PPA39	503.27	Horizontal
EST22537	PPA39	503.43	Horizontal
EST30369	OHZ1203	490.08	Horizontal
EST30370	OHZ1203	490.08	Horizontal
EST30371	OHZ1203	490.08	Horizontal
EST30397	OHZ1204	501.79	Vertical
EST30445	OHZ1204	521.01	Vertical
EST30447	OHZ1204	521.89	Vertical

##### 2.1.2. Préparation des échantillons

Toutes les carottes d'argilite reçues au laboratoire sont des cylindres de 7.5 cm de diamètre sur 30 cm de longueur (photo A.1). Trois types d'échantillons sont fabriqués : le premier est préparé pour les essais de micro indentation, le deuxième est préparé pour les essais de mini compression simple et le troisième est préparé pour les essais de compression triaxiale.

Le type d'échantillon pour les essais de compression triaxiale est similaire à celui des essais de mini compression simple, la seule différence est dans la dimension. Les procédés de fabrication des échantillons des essais de compression triaxiale et de mini compression simple sont similaires. Nous n'avons pas présenté d'échantillons de compression triaxiale dans ce chapitre. Tous les contenus qui concernent les essais de compression triaxiale seront présentés dans le chapitre 4.

### **Echantillons pour essais de micro indentation**

A l'aide d'une scie à fil (photo A.2), qui permet d'assurer un parallélisme très satisfaisant, nous avons découpé des rondelles de 1.5 cm d'épaisseur moyenne, puis les rondelles (forage OHZ1203 et OHZ1204) ont été découpées en petits échantillons (photo A.3 (a)) dans les deux axes d'orientation (perpendiculaire et parallèle aux plans de stratification) pour l'étude des effets d'anisotropie structurale (Fig. 2.1). D'autres ont été découpées en petits échantillons dans l'axe d'orientation parallèle aux plans de stratification (forage PPA39).

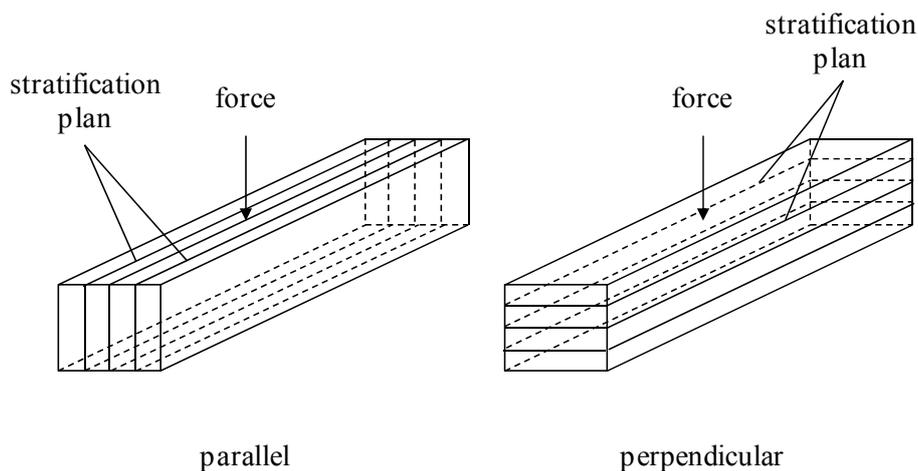


Fig. 2.1 Orientations de la stratification des échantillons des essais de micro indentation.

### **Echantillons pour essais de mini compression simple**

Pour ce type d'essais, il est très important de bien préparer des échantillons. Il est nécessaire de s'assurer que les opérations de carottage et de rectification des surfaces des échantillons soient très bien faites. Il faut que la surface latérale soit bien lisse et que les deux autres surfaces soient bien parallèles et lisses afin de diminuer le frottement entre l'échantillon et la machine et éviter un moment de torsion.

Tout d'abord, comme cité plus haut, nous utilisons la scie à file (photo A.2) qui permet de garantir un parallélisme très précis pour découper des rondelles de 2.5 cm d'épaisseur moyenne. Ensuite, grâce à une carotteuse spécialement conçue dont nous pouvons contrôler la vitesse de rotation et de descente, nous carottons des échantillons de petite taille (photo A.4). Enfin, afin de rectifier les deux surfaces des échantillons carottés, nous utilisons une

polisseuse (photo A.5). Photo A.3 (b) présente le taille du petit échantillon. Comme pour les échantillons pour essais de micro indentation, pour les échantillons d'essais de mini compression simple, nous avons également considéré deux directions de chargement, soit respectivement perpendiculaire et parallèle aux plans de stratification (Fig. 2.2).

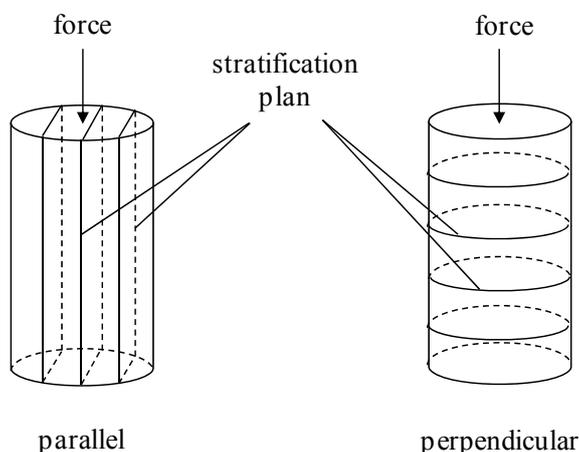


Fig. 2.2 Orientations de chargement par rapport aux plans de stratification pour des échantillons utilisés dans des essais de mini compression.

Tous les échantillons se présentaient en général entières et non fissurées, sauf quelques-uns qui se sont fracturées dans les procédures de traitement. Nous allons choisir les échantillons ne comportant pas ce type de problème pour faire les essais mécaniques. Pour l'argilite du Callovo-Oxfordien, la taille moyenne des grains de calcite et de quartz est généralement inférieure à  $200\mu\text{m}$ . Donc, la taille des échantillons utilisés peut être considérée comme représentative.

## 2.2. Principe et dispositif expérimental de l'essai de micro-indentation

L'essai d'indentation est une technique qui consiste à appliquer une charge sur une petite zone de la surface du matériau étudiée à l'aide d'un indenteur (poinçon). Grâce à l'évolution du déplacement en fonction de la charge, on obtient la courbe d'indentation qui permet de déduire par la suite les propriétés mécaniques du matériau testé.

Avec le développement de la technique, l'indentation permet maintenant l'identification de diverses propriétés mécaniques telle que l'élasticité, la plasticité, la viscoélasticité [Lemaitre et Chaboche, 1985], etc. Cette technique peut être utilisée pour différents types de matériaux tels que les roches, les polymères, les métaux, les céramiques, les alliages.

On classe principalement les indenteurs en cinq types : l'indenteur plat, l'indenteur pyramidal, l'indenteur cube corner, l'indenteur conique et l'indenteur sphérique.

Généralement l'indenteur plat est le plus souvent utilisé pour les roches, parce que la surface de contact reste fixe.

La supériorité de l'essai d'indentation réside dans sa simplicité, en effet, il ne nécessite qu'un petit volume de roche. Ceci représente un grand intérêt pratique, parce qu'il n'est pas toujours facile de préparer des échantillons standards (par exemple des cylindres d'un diamètre de 37mm et d'une hauteur de 74mm) pour des tests traditionnels.

### 2.2.1. Principe d'essai de micro indentation

L'un des problèmes de l'indentation est un problème de contact entre deux matériaux différents dont l'un est considéré comme élastique linéaire alors que l'autre est un matériau qui présente un comportement mécanique plus compliqué. Le principe de l'essai est présenté sur la Fig. 2.3. Boussinesq [Boussinesq, 1885] a donné la solution analytique de base pour un indenteur circulaire plat rigide sur un milieu isotrope semi infini.

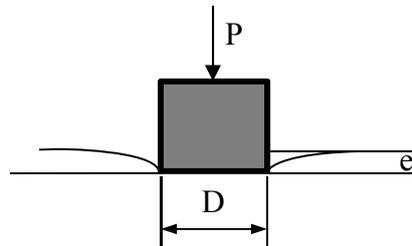


Fig. 2.3 Principe de l'essai de micro-indentation

$$-\frac{dP}{de} = \frac{E \cdot D}{1 - \nu^2} \quad (2.1)$$

avec :

$P$  [N] : la force appliquée ;

$e$  [mm] : l'enfoncement mesuré ;

$E$  [MPa] : le module d'Young ;

$\nu$  : le coefficient de Poisson ;

$D$  [mm] : le diamètre de l'indenteur.

Cette relation est applicable à condition que l'épaisseur du matériau à tester soit plus grande que le diamètre de l'indenteur et à l'enfoncement de l'indenteur. Il faut également supposer que la rigidité de l'indenteur soit plus grande que celle du matériau. Cependant, les déformations de l'indenteur et de la machine sous grande pression ne sont pas toujours négligeables, surtout si le matériau testé a une grande raideur. Afin d'éliminer l'effet de la rigidité de la machine et de l'indenteur, il est nécessaire d'étalonner la machine d'indentation. Un modèle simplifié caractérisé par deux ressorts en série [Wang, 2005] est proposé (Fig. 2.4).

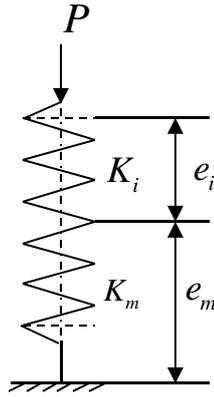


Fig. 2.4 Présentation du principe d'étalonnage du système MICROPE.

On peut supposer que le premier ressort correspond à la machine (y compris le poinçon), caractérisé par la raideur  $K_i$ , et le deuxième soit associé au matériau testé, caractérisé par la raideur  $K_m$ . Le paramètre  $K$  est noté comme la raideur de l'ensemble.

Le déplacement global  $e$ , soumis à une force  $P$ , est caractérisé en deux parties : le déplacement de la machine et l'indenteur  $e_i$  et celui de l'échantillon  $e_m$  :

$$e = e_i + e_m \quad (2.2)$$

En introduisant  $K_i$ ,  $K_m$  et  $K$ , on obtient :

$$P = K \cdot e = K_i \cdot e = K_m \cdot e \quad (2.3)$$

En combinant (2.2) et (2.3), on en déduit :

$$\frac{1}{K} = \frac{1}{K_i} + \frac{1}{K_m} \quad (2.4)$$

L'équation (2.1) peut s'écrire :

$$K_m = -\frac{dP}{de} = \frac{E \cdot D}{1 - \nu^2} \quad (2.5)$$

En combinant (2.4) et (2.5), on en déduit :

$$\frac{1}{K} = \frac{1 - \nu^2}{E \cdot D} + \frac{1}{K_i} \quad (2.6)$$

L'équation (2.6) est la base de dépouillement d'un essai de micro indentation [Wang, 2005]. La raideur de la machine  $K_i$  est calculée après un étalonnage de la machine en utilisant des

étalons en acier ou en laiton. Afin de bien connaître les valeurs de  $E$  et  $\nu$  de ces matériaux, la valeur de  $K_i$  est déduit en faisant des tests d'indentation sur ces étalons et en mesurant la pente de chaque courbe. Une fois la valeur de  $K_i$  déterminée, il est possible de calculer le module d'Young du matériau testé en mesurant la pente de la courbe d'indentation et en utilisant l'équation(2.6).

### **2.2.2. Présentation du système MICROPE**

Le système MICROPE utilisé dans la présente étude a été conçu spécialement pour l'analyse des roches par des essais d'indentation à une échelle mini métrique (photo A.6). Le système MICROPE est un système qui permet de déterminer certaines caractéristiques mécaniques de l'échantillon de roche testé. Le processus de l'utilisation du système MICROPE est entièrement automatique et rapide. Le test complet ainsi que l'enregistrement des données ne prend que quelques minutes. Son intérêt est lié à sa simplicité ainsi qu'à l'acquisition des graphiques. Le schéma du système expérimental est présenté sur la Fig. 2.5. Il y a trois composants inclus dans le système MICROPE :

- une cellule de chargement ;
- un coffret de contrôle ;
- un micro-ordinateur.

Particulièrement, le système MICROPE permet d'effectuer des essais à température et humidité relative contrôlées car un dispositif expérimental spécifique est conçu à cet effet. Il s'agit d'une boîte climatique (photo A.7) dans laquelle il est possible d'imposer une valeur constante pour l'humidité relative et la température [Zhang et al., 2010].

En ce qui concerne le chargement et l'instrumentation, le système MICROPE est composé d'un capteur de force, deux capteurs de déplacement (LVDT) et un indenteur. 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 chargement adopte le principe du piston mobile fixé à une vis-à-billes entraînée en rotation par une moto – réducteur. Le principe d'un capteur de force est basé sur la mesure de sa propre déformation qui est mesurée par deux capteurs LVDT fixés directement sur le support d'indenteur. Les signaux des deux capteurs LVDT et d'effort normal sont amplifiés puis transformés en signaux numériques qui sont transférées à l'ordinateur via deux liaisons de type communication numérique. Afin de réaliser des essais de mini compression simple, nous avons changé un plateau afin de l'adapter pour exercer la charge désirée sur l'échantillon. La mesure des déformations axiales a été aussi réalisée à l'aide de capteurs LVDT. Pour la mesure des déformations latérales,

nous avons utilisé un collier avec une lame élastique équipée de jauges [Secq, 2006], car dans le cas de petits échantillons d'argilite, il est impossible de coller des jauges. Pendant l'essai, 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.

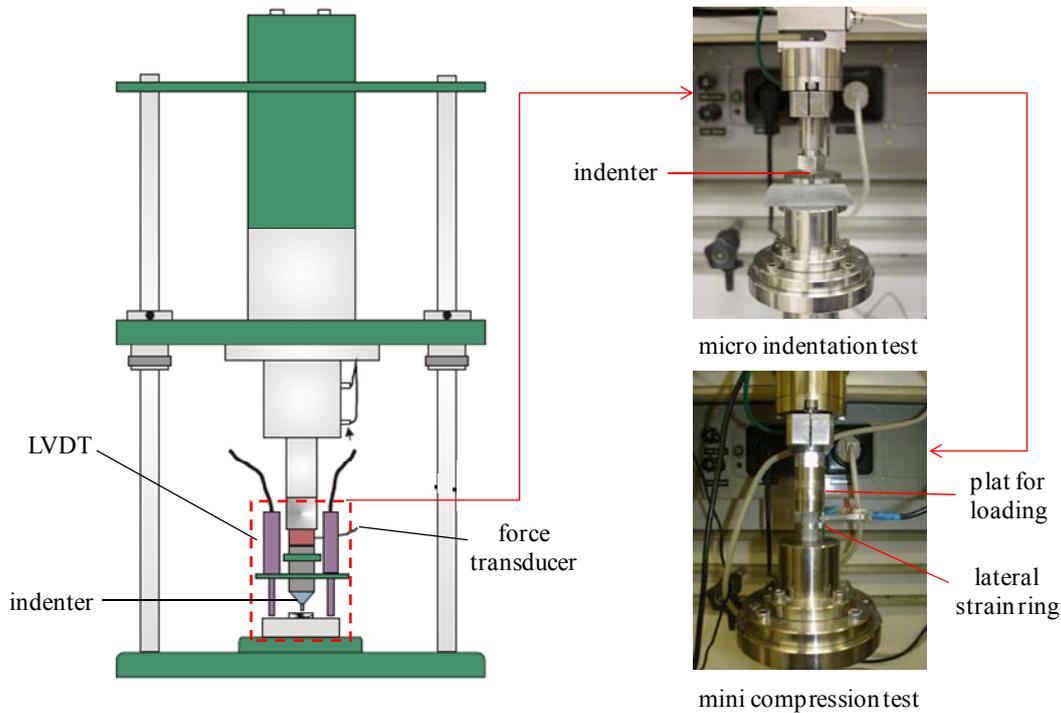


Fig. 2.5 Schéma du système MICROPE.

Un exemple typique de résultat des essais de micro indentation est donné sur la Fig. 2.6. Cette courbe caractéristique se compose de quatre zones :

- La zone A qui correspond à la réponse élastique puis élastoplastique du matériau en fonction de l'enfoncement de l'indenteur. Dans cette zone, on procède à un essai élastique de chargement – déchargement afin de caractériser le module élastique. A partir de la zone linéaire de la courbe de chargement, on peut mesurer la pente de chargement élastique, et puis le module élastique est déterminé.
- La zone B présente la réponse de la progression de la plastification liée à l'écroutissage. La limite entre la zone A et la zone B est caractérisée par le paramètre R désignant la valeur de la pression limite [Giroud et al., 1973].
- Dans la zone C où le déplacement reste fixe, l'essai de relaxation est réalisé.
- La zone D correspond au déchargement de l'échantillon [Henry et al., 2004].

Cet essai se réalise par un chargement – déchargement dans la zone élastique. La force maximale appliquée est donc inférieure à R. Il sera utilisé pour caractériser l'élasticité du matériau.

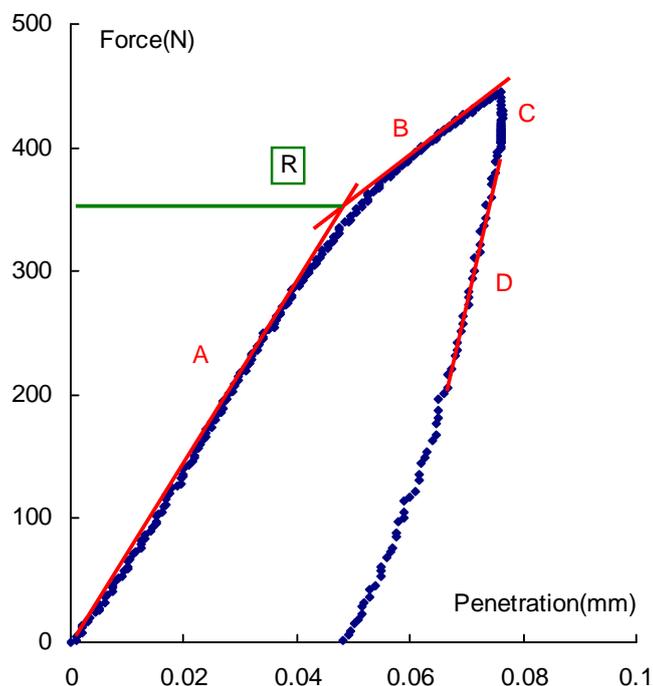


Fig. 2.6 Courbe expérimentale typique obtenue par l'essai de micro indentation de l'argilite du Callovo-Oxfordien.

### **Essai de mini compression**

Le système MICROPE permet également de réaliser des essais de mini compression. Le principe d'un essai de mini compression est identique à celui de compression simple classique mais en utilisant un échantillon de petite taille afin d'obtenir plus facilement un état de saturation homogène. Cet essai qui ne prend que quelques minutes est en mesure de fournir une courbe de contrainte – déformation (axiale et latérale), ce qui permet notamment d'identifier les propriétés élastiques, plastiques et à la rupture.

## **2.3. Composition minéralogique et microstructure des argilites du Cox**

### **2.3.1. Composition minéralogique**

#### **2.3.1.1. Diffraction de rayons X sur la roche totale**

Des analyses de diffraction de rayons X sur la roche totale permettent d'identifier les espèces minérales présentes dans le matériau (Fig. 2.7). Pour les argilites du Callovo – Oxfordien, on y trouve majoritairement du quartz, de la calcite et des minéraux argileux et en moins grande quantité de dolomite, des feldspaths et de la pyrite. On identifie tout de même quelque pics

d'illite, de smectite, de chlorite et de kaolinite qui seront analysés et confirmés par une analyse RX de la fraction argileuse.

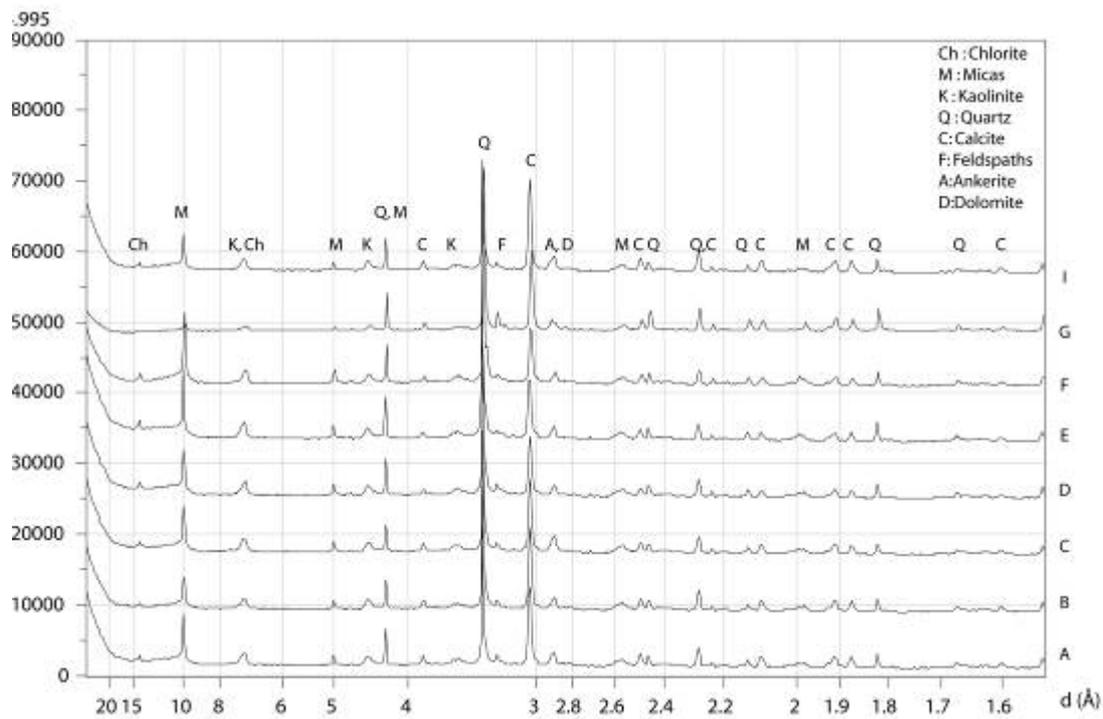


Fig. 2.7 Résultats des analyses diffractométriques sur la roche totale.

Tableau 2.2 Compositions minéralogiques sur roche totale.

Numéro	Profondeur (m)	Quartz (%)	Calcite (%)	Argile (%)
EST22532	503.24	25	27.16	47.84
EST22533	503.27	25	23.86	51.14
EST22537	503.43	25	24.74	50.26
EST30371	490.08	22.73	17.86	59.41
EST30369	490.08	22.73	20.52	56.75
EST30370	490.08	22.73	18.70	58.57
EST30447	521.89	26.14	27.97	45.89
EST30397	501.79	23.86	32.27	43.87
	moyenne	24	24	52

A l'aide des proportions des compositions minéralogiques variant en fonction de la profondeur dans la formation du Callovo – Oxfordien (Fig. 2.8), on peut obtenir des compositions minéralogiques pour chaque carottes des trois forages (forage PPA39, OHZ1203 et OHZ1204) (tableau 2.2). Les résultats de cette analyse de composition minéralogique donnent les valeurs moyennes suivantes : 24% de calcite, 24% de quartz et

52% d'argile (tableau 2.2). Ils sont présentés en fonction de la profondeur sur la Fig. 2.9.

( Profondeurs à l'aplomb du puits d'accès du laboratoire - Données géol. EST103/104 et 210 proj. - Minéralogie d'après EST207)

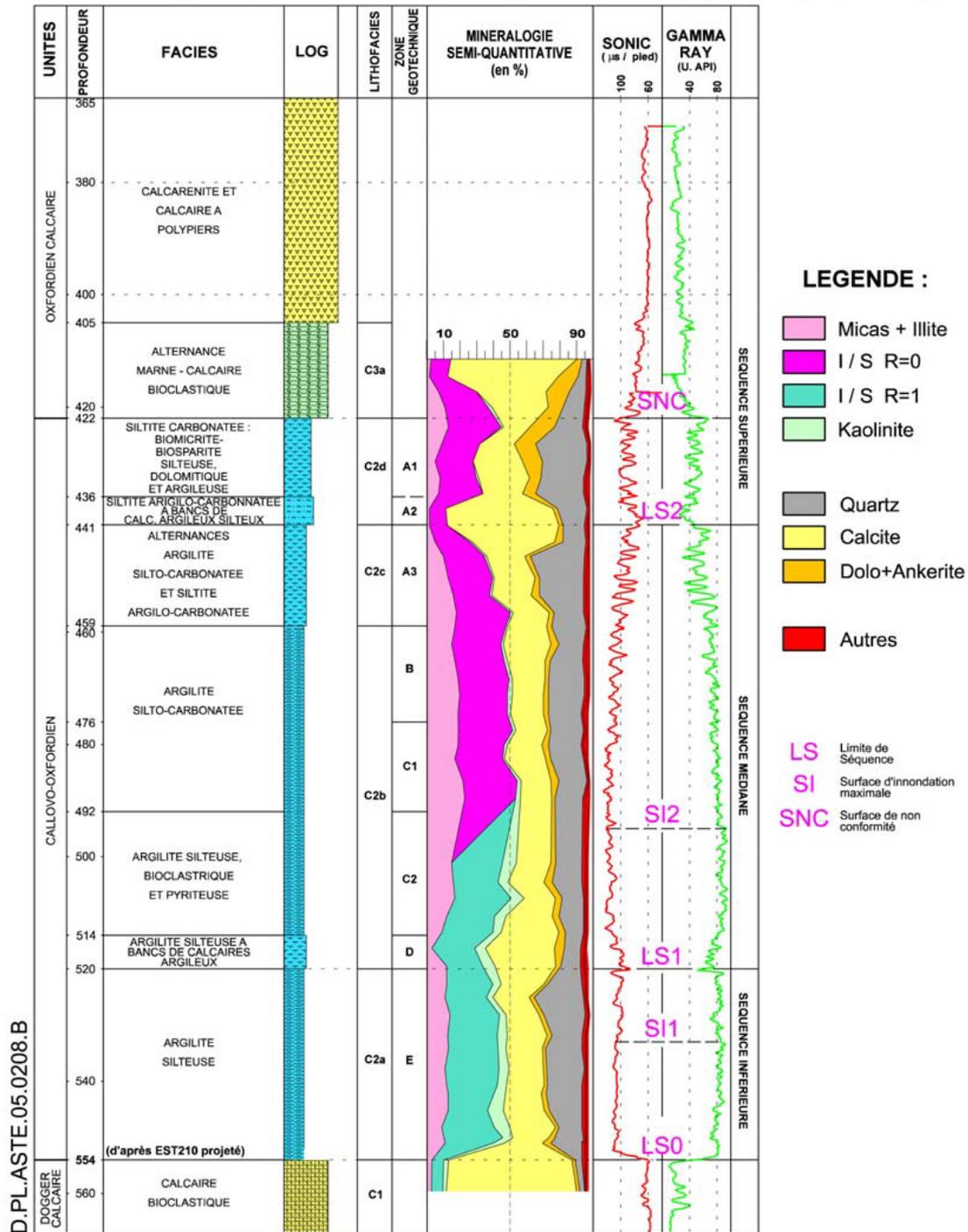


Fig. 2.8 Données géologiques forage EST 103/104 et donnée minéralogiques forage EST 207 [Guéry, 2007].

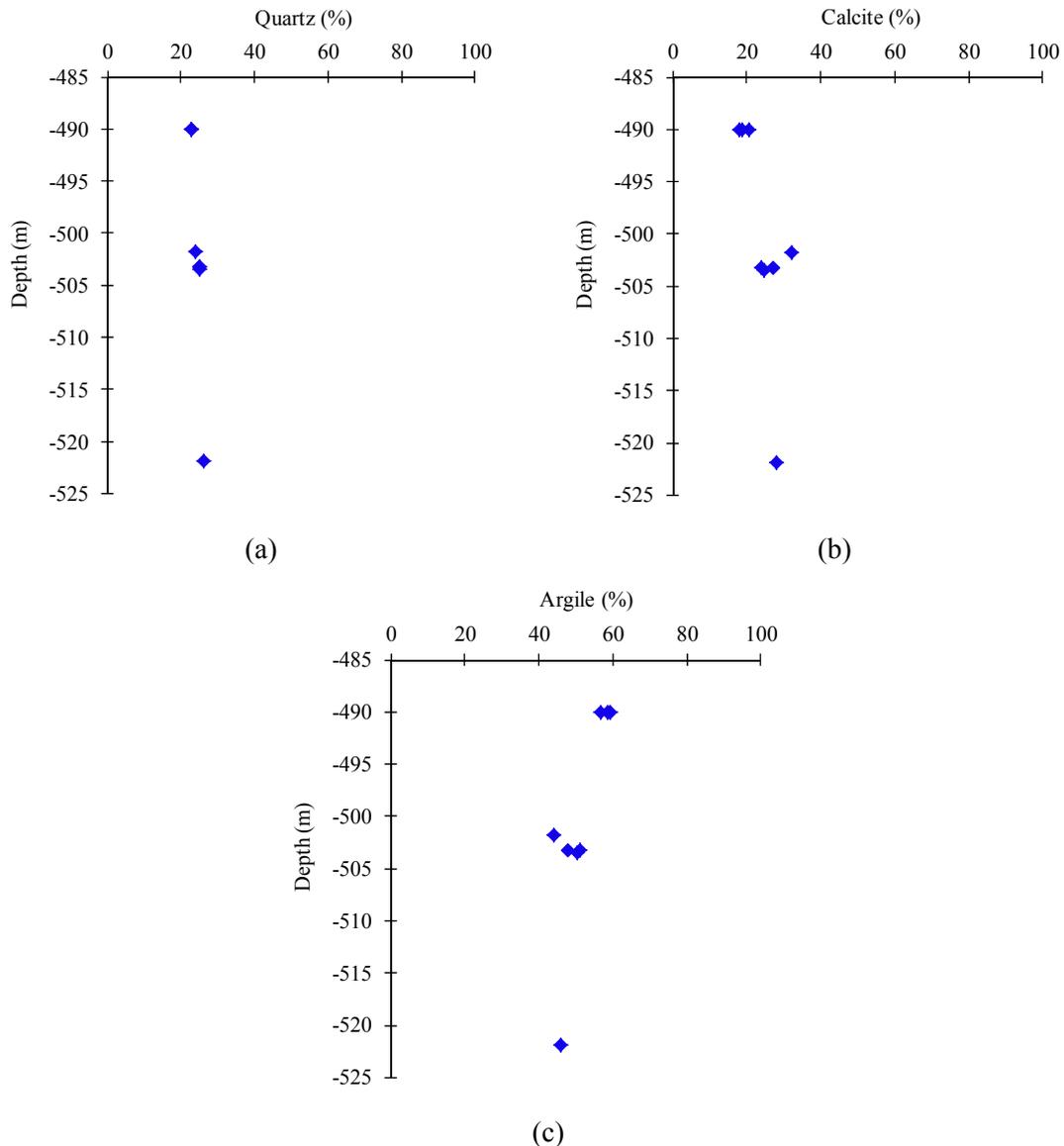


Fig. 2.9 Récapitulatif de la composition minéralogique (déterminée par association des résultats de DRX et données géologiques du forage EST 103/104 et données minéralogiques du forage EST 207) en fonction de la profondeur : (a) quartz, (b) calcite et (c) argile.

### 2.3.1.2. Diffraction au rayon X sur la fraction argileuse

Des analyses de diffraction de rayons X sur la fraction argileuse ( $<2 \mu\text{m}$ ) permettent d'identifier les espèces minérales présentes dans l'argile. Les Fig. 2.10, 2.11 et 2.12 présentent respectivement les résultats des analyses de diffraction de rayons X à condition naturel, saturé à éthylène glycol et chauffé. Pour la fraction argileuse, on y trouve :

- de l'illite : avec un pic intense vers  $10 \text{ \AA}$ , relativement plus intense après un traitement naturel ;
- de la chlorite : avec deux pics intenses, un vers  $14 \text{ \AA}$  et un autre à  $7 \text{ \AA}$  qui ne disparaît pas au chauffage ;

- des minéraux gonflants : la smectite + (10-14s) : avec un pic intense à 14 Å sur échantillon naturel et après saturation à éthylène glycol et disparaît au chauffage ;
- de la kaolinite : avec un pic intense à 7 Å qui est fortement diminué au chauffage.

On trouve qu'il y a quelques pics peu intenses du quartz qui n'est pas un minéral argileux.

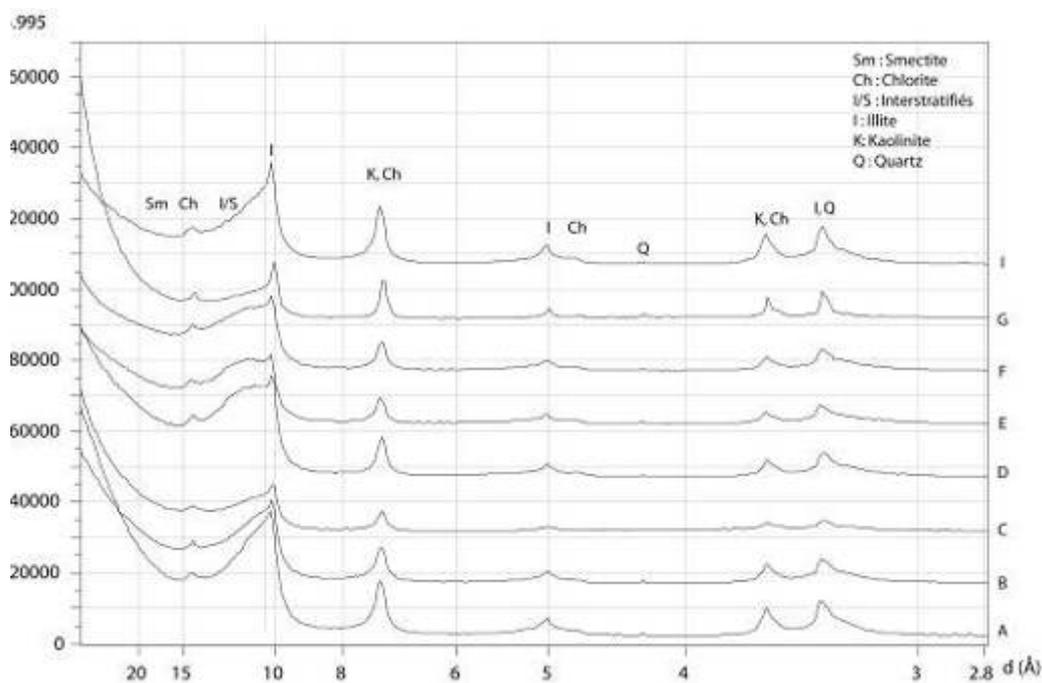


Fig. 2.10 Résultats des analyses diffractométriques sur la fraction argileuse naturelle.

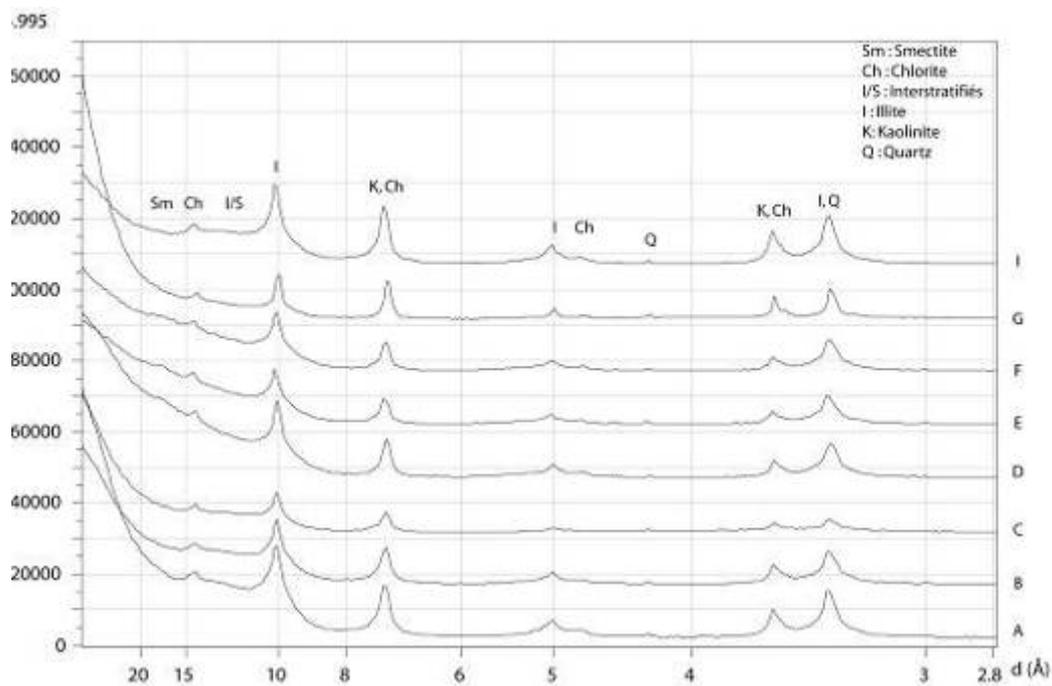


Fig. 2.11 Résultats des analyses diffractométriques sur la fraction argileuse soumise à saturation à éthylène glycol.

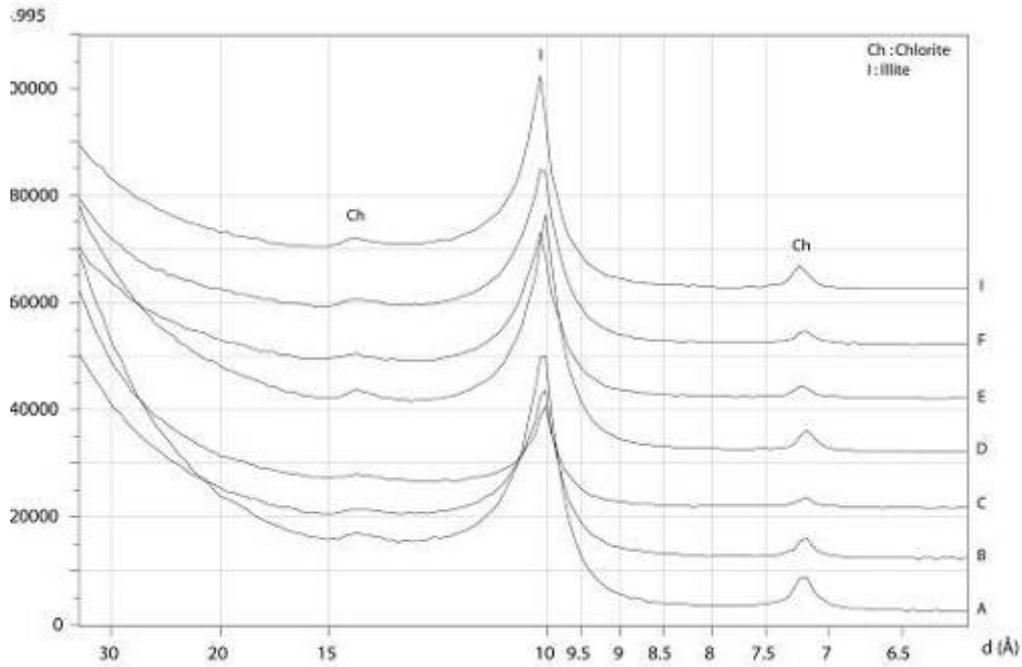


Fig. 2.12 Résultats des analyses diffractométriques sur la fraction argileuse chauffée.

Tableau 2.3 Compositions minéralogiques de la fraction argileuse déterminées soumis à la diffraction de rayons X des échantillons naturels, saturé à l'éthylène glycol et chauffés.

Numéro	Profondeur (m)	Illite (%)	Chlorite (%)	Smectite (%)	Kaolinite (%)
EST22532	503.24	58	3	22	17
EST22533	503.27	55	4	23	18
EST22537	503.43	59	4	21	16
EST30371	490.08	54	4	27	15
EST30369	490.08	57	3	28	12
EST30370	490.08	57	4	24	15
EST30447	521.89	54	10	21	15
EST30397	501.79	56	4	19	21
	moyenne	56	4	23	16

A partir des analyses de diffraction de rayons X de la fraction argileuse (<math><2\mu\text{m}</math>), les résultats de cette analyse donnent les valeurs moyennes suivantes : 56% d'illite, 4% de chlorite, 23% de smectite et 16% de kaolinite (tableau 2.3). Ils sont présentés en fonction de la profondeur sur la Fig. 2.13.

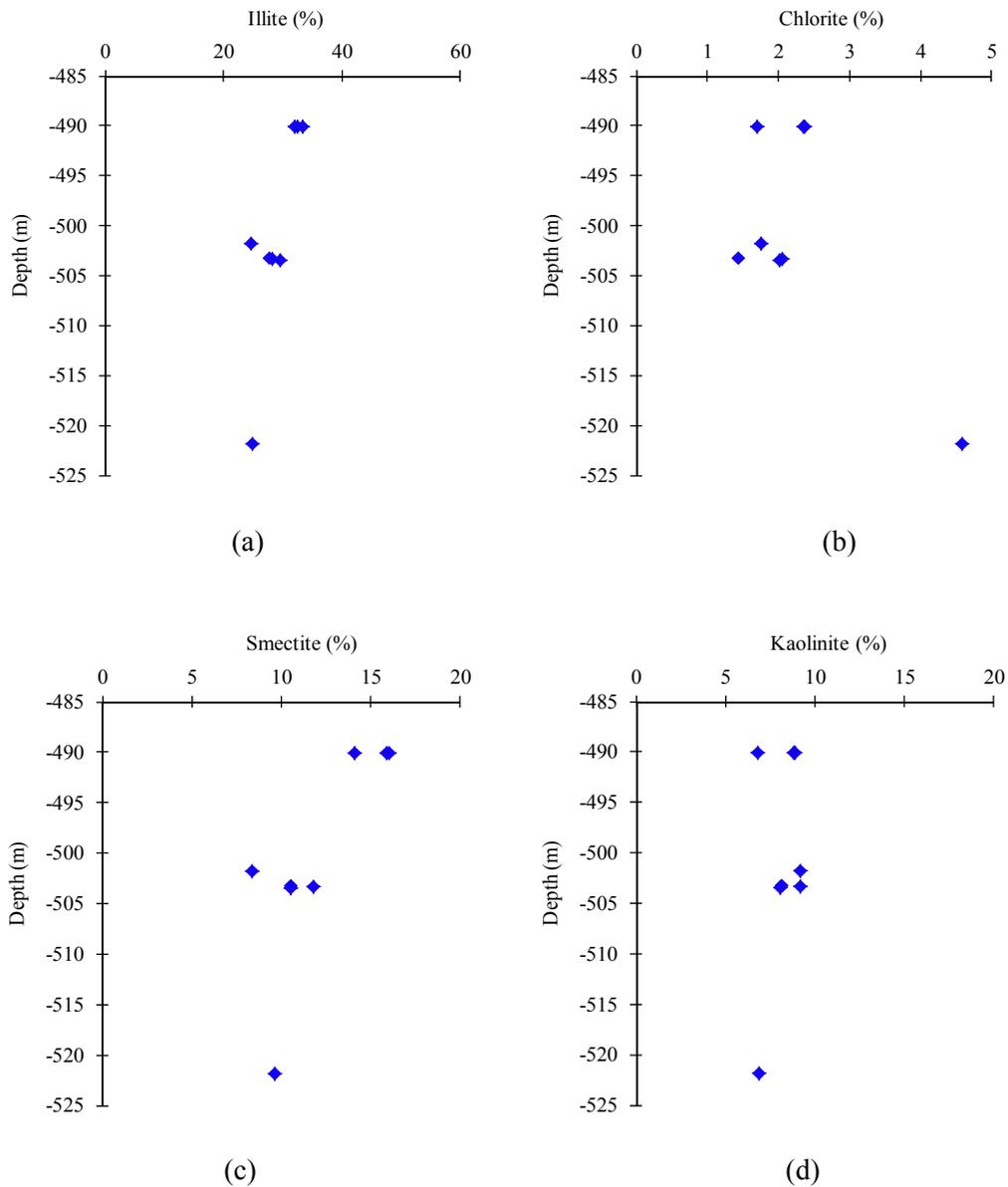


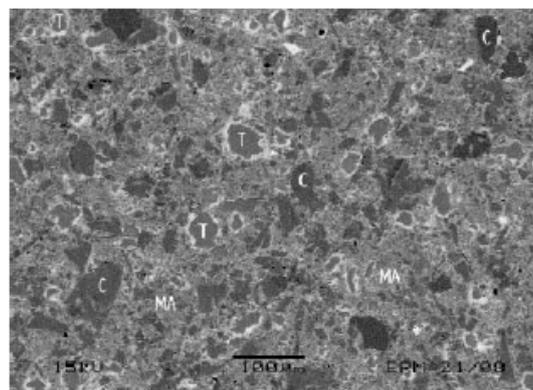
Fig. 2.13 Récapitulatif de la composition minéralogique (déterminée par association des résultats de DRX) en fonction de la profondeur : (a) illite, (b) chlorite, (c) smectite et (d) kaolinite.

Selon l'observation microscopique et les résultats expérimentaux, le comportement mécanique de l'argile est très sensible à la teneur en eau, en contraire, le quartz et la calcite ne semblent pas être influencés par la teneur en eau [Chiarelli, 2000]. Ce phénomène montre l'affinité que peuvent avoir les minéraux argileux avec l'eau. Comme cité par Montes et al. (2004), le phénomène d'hydratation et de déshydratation des minéraux argileux gonflés peut être produire des modifications de la structure argileuse de la roche et diminuer sa cohésion et sa résistance, avec une dépendance de l'eau sur le structure poreux, le taille du grain et la porosité. Si la déformation est bloquée, des pressions de gonflement apparaissent [Schmitt, 1993 ; Schmitt et al., 1994]. Cela s'explique au niveau microscopique par la nature des cations interfoliaires qui autorise, par exemple, une couche d'eau plus importante dans le cas de la

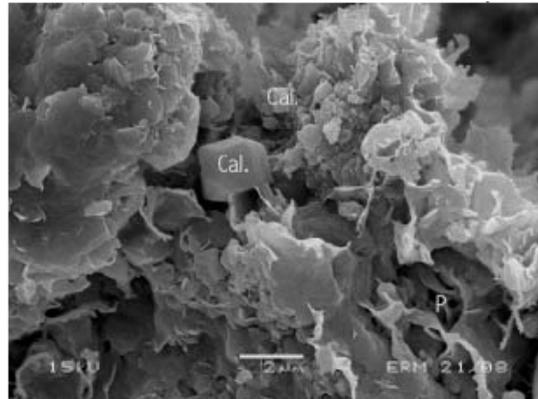
smectite que dans celui de la kaolinite ou de l'illite [Chiarelli, 2000]. En d'autres termes, le pourcentage de smectite dans la fraction argileuse est responsable de la capacité de gonflement. Au niveau microscopique, le phénomène de gonflement est très lent. Par contre, il pourra être accentué avec la diffusion dans les pores interconnectés au niveau macroscopique [Chiarelli, 2000].

### 2.3.2. Synthèse sur la mésostructure des argilites Cox

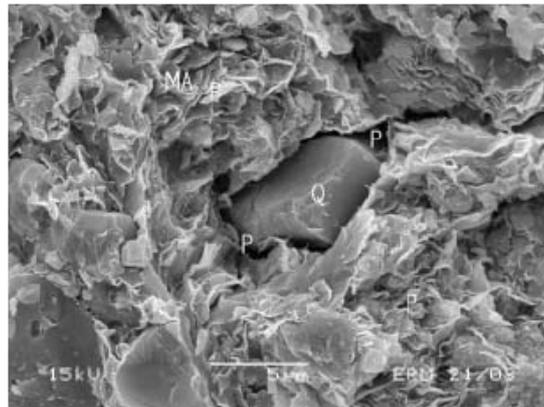
D'un point de vue mésoscopique, les argilites du Callovo-Oxfordien peuvent être considérées comme un milieu hétérogène dans lequel l'assemblage de grains de quartz et de calcite est réparti de manière isolée dans la matrice argileuse (Fig. 2.14(a)). A partir d'observation au MEB, les grains de calcite qui ont des dimensions variant d'environ 10 à 40µm sont de forme soit arrondie ou rhomboédrique (Fig. 2.14(b)), et les grains de quartz sont de forme plutôt arrondie (Fig. 2.14(c)). Enfin, on trouve également quelques grains de glauconite, de feldspaths et d'oxydes de fer (Fig. 2.14(d)). Gasc [Gasc, 1999] qui a observé des minéraux argileux englobant des grains de cristaux de quartz et de calcite est bien individualisée. Chiarelli [Chiarelli, 2000] a noté que les minéraux argileux sont regroupés en amas de quelques microns d'envergure qui semblent épouser très fortement la forme des grains qu'ils entourent. Plus récemment, Robinet [Robinet, 2008] a effectué une étude plus approfondie sur la minéralogie, la porosité et la diffusion des solutés dans l'argilite du Callovo- Oxfordien de l'échelle centimétrique à micrométrique. Il a observé une distribution plus complexe des grains de calcite à des échelles assez différentes. Par ailleurs, grâce à la segmentation des images acquises au MEB en mode BSE et en Micro-tomographie synchrotron, ses analyses ont permis de mettre en évidence une anisotropie de la microstructure de l'argilite due à l'orientation préférentielle des grains de quartz et de carbonates un des échantillons analysés (EST 26095). La quantification des effets de cette anisotropie de microstructure observée à l'échelle mésoscopique sur le comportement macroscopique de l'argilite reste encore à caractériser.



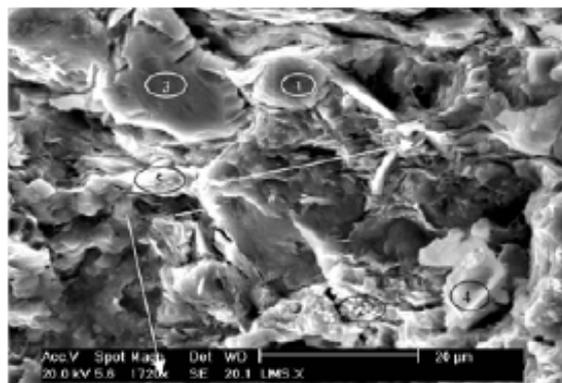
(a) Echantillon HTM 01147, image MEB négatif du mode rétrodiffusé : C = carbonates, T= tectosilicates et MA = matrice argileuse ; Les zones de porosité sont les zones blanches [Sammartino, 2001].



(b) Echantillon HTM 01147, Image MEB ; Représentation des agrégats de particules d'argiles et d'un cristal de calcite [Sammartino, 2001].



(c) Echantillon HTM 805. Image MEB.  
Quartz isolé dans la matrice argileuse [Sammartino, 2001].



(d)

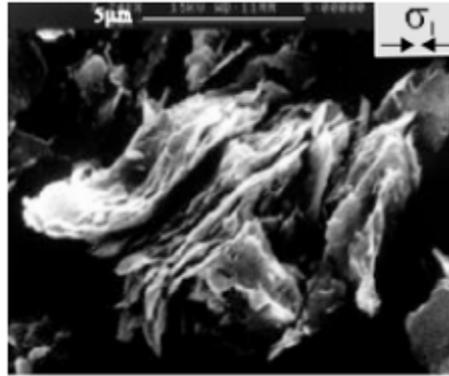
zone 1 : Ca + Mg – grain de dolomite ; zone 2 : Fe + S – concrétion de pyrite ; zone 3 et 5 : Si dominant + Al + Ca et en quantité moins importante K et Mg, Il s’agit a priori de la phase argileuse ;  
zone 4 : Ca – grain de calcite [Valès, 2001]

Fig. 2.14 Mesostructure de l’argilite du Callovo-Oxfordien.

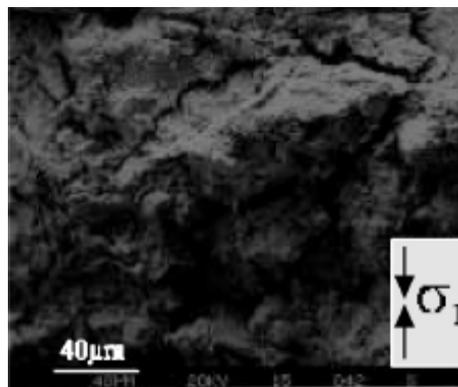
### 2.3.3. Mécanismes de déformation à l’échelle mésoscopique

Pour interpréter un certain nombre d’aspects caractéristiques du comportement mécanique macroscopique en relation avec la microstructure, ce paragraphe tente de résumer les principaux mécanismes de déformation à l’échelle mésoscopique.

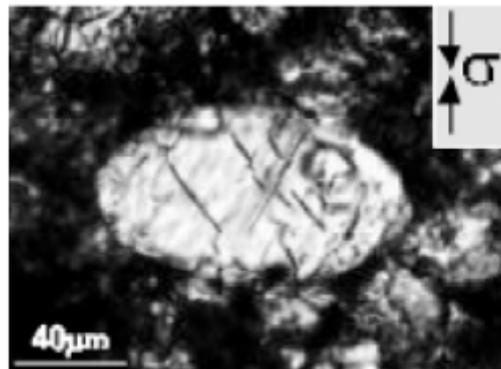
Par microscopie à balayage électronique (MEB), on observe que les feuillets argileux glissent relativement les uns contre les autres avec frottement (Fig. 2.15a). Ce phénomène est vraisemblablement à l’origine de la plasticité de ce matériau [Chiarelli, 2000]. Des observations microscopiques sur des échantillons montrent également une microfissuration transgranulaire. Les déformations plastiques de la matrice argileuse entraînent des concentrations de contrainte entre des grains. Pour cette raison, des clivages peuvent se créer et se propager dans les grains de calcite entraînant une légère déformation du grain, pouvant induire un décollement à l’interface grain – matrice et donc une microfissuration [Chiarelli, 2000] (Fig. 2.15b). À l’aide de la microscopie à balayage électronique, on observe des microfissures apparaissant dans de nombreux grains de calcite détritiques (Fig. 2.15c). La plasticité se manifeste avec les minéraux argileux, elle se révèle d’autant plus facilement que le pourcentage d’argile augmente. Cependant ces analyses restent partielles et loin d’être définitives. En effet, des études plus récentes [Valès, 2001] ont montré des possibilités de microfissuration au sein de la matrice argileuse. Les mécanismes de déformation des argilites dépendent fortement des conditions de chargement et du couplage thermo-hydomécanique. Cependant, une schématisation simplifiée sera adopté dans la modélisation mésomécanique présentée dans le chapitre 6. En mettant l’accent sur les influences de la saturation sur la comportement mécanique des argilites, on négligera le phénomène de microfissuration de sorte à supposer que les constituantes des grains de calcite et de quartz ont un comportement mécanique de type élastique linéaire, et la matrice argileuse a un comportement élastoplastique.



(a) Micrographie montrant un mouvement de glissement au cours d'un essai de compression triaxiale [Chiarelli, 2000].



(b) Micrographie de surface de rupture d'un échantillon après une compression uniaxiale [Chiarelli, 2000].



(c) Micrographie d'un grain de calcite comportant des clivages [Chiarelli, 2000].

Fig. 2.15 Analyse des mécanismes de déformation des argilites du Cox

## 2.4. Conclusion

Ce chapitre se compose de deux parties principales : la présentation de l'essai d'indentation et la composition minéralogique des argilites du Callovo – Oxfordien.

L'avantage de l'essai d'indentation est sa simplicité. Il ne nécessite qu'un petit volume de roche, ce qui est pratique. Le système MICROPE a été conçu spécialement pour l'analyse des roches par des essais d'indentation à plus petite échelle. Le processus d'essai est entièrement automatique et rapide. Particulièrement, le système MICROPE permet d'effectuer des essais à température et humidité relative contrôlées.

Un ensemble d'analyse de diffraction de rayons X sur roche totale et fraction argileuse a été réalisé dans le but de déterminer la composition minéralogique des argilites pour chaque carotte des trois forages. On observe que la composition minéralogique varie en fonction de la profondeur.

A l'échelle mésoscopique, les argilites du Callovo – Oxfordien peuvent être considéré comme un milieu hétérogène dans lequel l'assemblage de grains de quartz et de calcite est réparti de manière isolée dans la matrice argileuse. Afin de simplifier la modélisation mésomécanique au chapitre 6, les grains de calcite et de quartz seront considérés comme élastiques linéaires. Nous supposerons que le comportement de la matrice argileuse est élastoplastique.

Dans les chapitres suivants, nous allons étudier les influences de la saturation et de la température sur le comportement mécanique des argilites à l'aide des essais de micro-indentation et de mini compression. Les influences de la composition minéralogique seront également abordées.

## **Chapitre 3 : Etude de l'influence de l'humidité relative sur le comportement mécanique des argilites du Callovo – Oxfordien**

Dans un contexte de stockage de déchets radioactifs, les matériaux rocheux sont soumis à des cycles de désaturation et de resaturation lors de l'excavation, de la ventilation et de la phase post-fermeture. Il convient alors d'étudier les influences de la saturation sur le comportement mécanique des argilites. Dans la présente étude, nous proposons de réaliser des essais de micro-indentation et de mini compression sous différentes valeurs de l'humidité relative. Les cinq valeurs de l'humidité relative considérées sont 50%, 70%, 80%, 90% et 100%. D'un autre côté, afin d'étudier l'influence de l'anisotropie structurale du matériau, les essais seront réalisés dans les deux directions principales de chargement, respectivement perpendiculaire et parallèle aux plans de stratification des argilites.

Dans ce chapitre, on étudiera une seule gamme de profondeur de l'argilite du Callovo – Oxfordien à température ambiante (20°C-22°C). Les effets de la profondeur (composition minéralogique) et de la température seront abordés dans les chapitres suivants. Dans le tableau 3.1, on présente les données géologiques des carottes utilisées (EST30369-30370-30371).

Tableau 3.1 Identification géologique des carottes utilisées

Gamme	Forage	Profondeur (m)
EST30369-30370-30371 (490 m)	OHZ1203	De 490.08 à 490.30

### **3.1. Désaturation et resaturation des argilites**

Le processus de désaturation et de resaturation des argilites est directement lié à la diffusion d'eau dans le réseau poreux. L'eau peut être présente sous différentes formes dans les roches argileuses comme indiquée dans la Fig. 3.1. Le mouvement de l'eau liée et l'eau libre dépend de l'humidité relative et de la température de l'environnement dans lequel se trouve le matériau. La désaturation engendre également des phénomènes capillaires qui peuvent être plus ou moins importants selon la nature du réseau poreux.

#### **3.1.1. Phénomènes capillaires**

Dans le cas des argilites partiellement saturé à très faible taille de grains et de pores, les phénomènes de pression capillaires peuvent conduire à des contraintes très importantes. La

Fig. 3.2 présente une distribution représentative du rayon de pores pour les argilites du Cox. La valeur de la pression capillaire peut ensuite être estimée en fonction du rayon de pores, ceci est illustré sur la Fig.3.3. Pour les argilites naturelles du Callovo – Oxfordien, comprenant des pores ayant des rayons de l'ordre de  $0.02\mu\text{m}$ , la pression capillaire peut atteindre 20MPa. En revanche, des roches comme le grès, qui ont des pores plus gros (Fig. 3.3), seront moins sensibles à ce phénomène [Schmitt, 1993]. La pression capillaire créée entraîne un renforcement mécanique du matériau [Chiarelli, 2000]. Il apparaît en effet, entre le ménisque et le grain, une force d'adhésion inversement proportionnelle à la distance entre les deux parties [Schmitt et al., 1994].

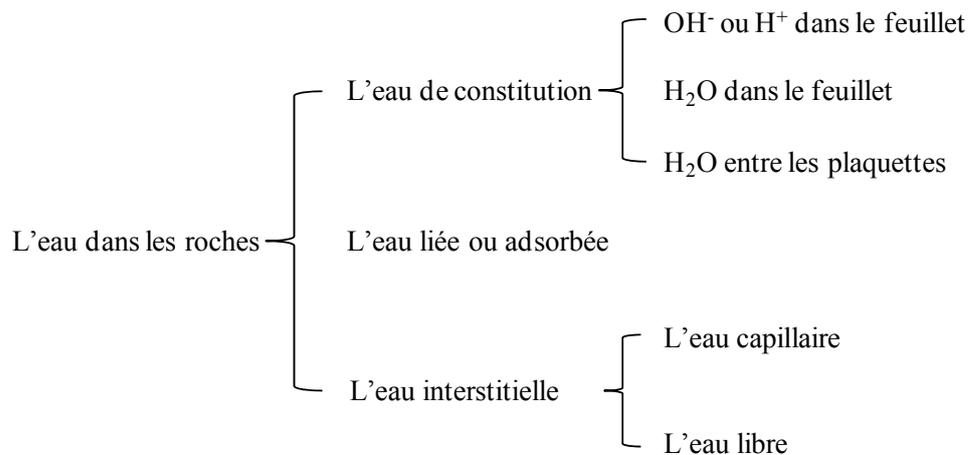


Fig. 3.1 Schématisation de la présence de l'eau dans les roches argileuse

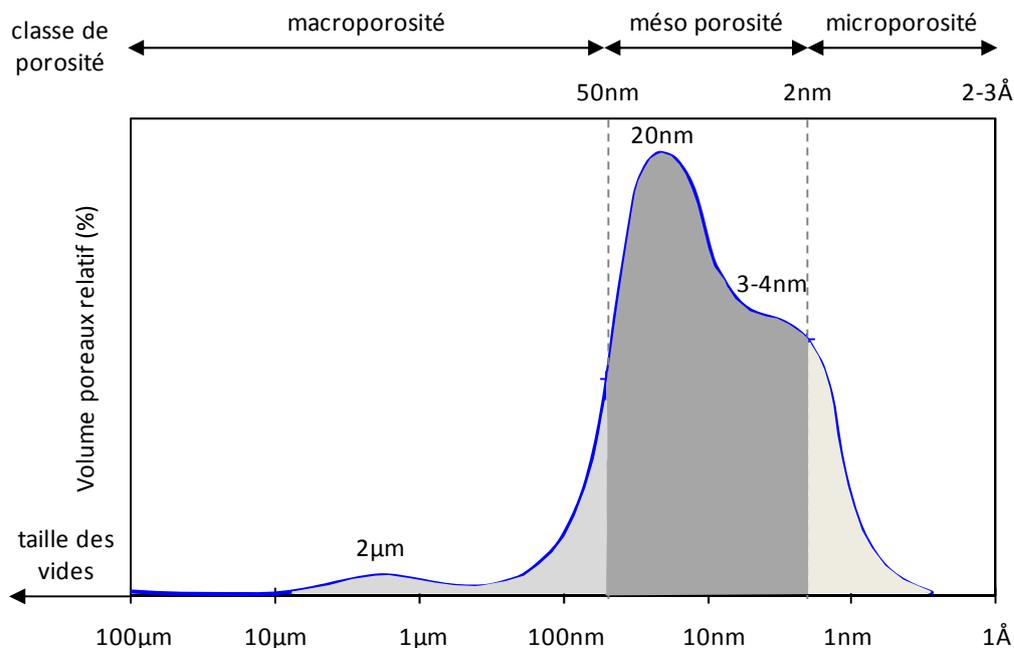


Fig. 3.2 Répartition typique du rayon de pores dans les argilites du Cox [Andra, 2005d].

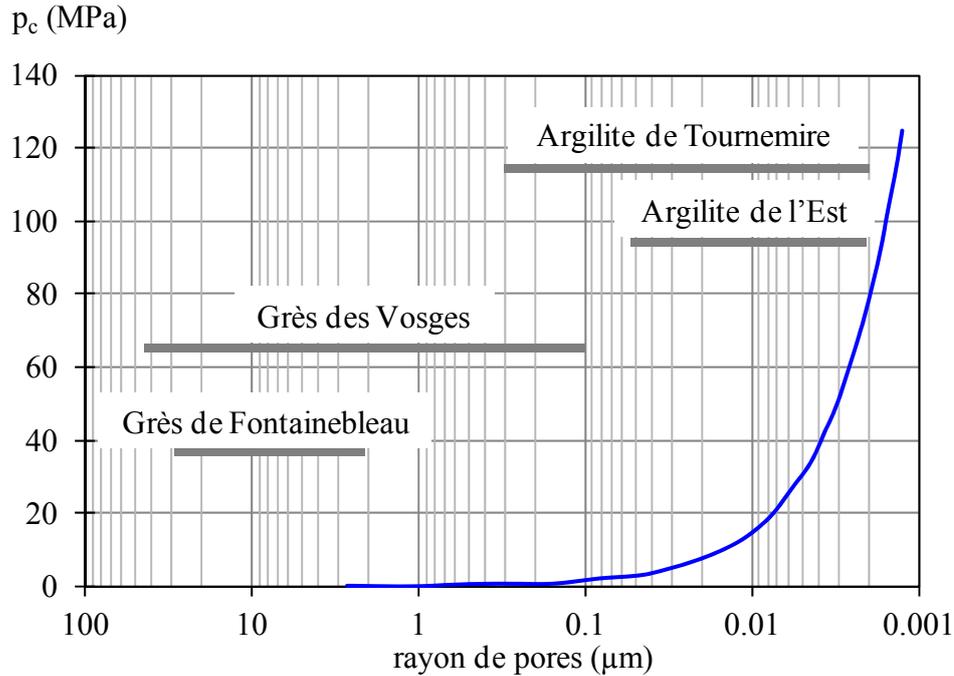


Fig. 3.3 Diagramme de pression capillaire en fonction du rayon de pore pour un essai de porosimétrie au mercure [Schmitt, 1993].

Par ailleurs, en supposant un équilibre thermodynamique entre l'air et les pores, l'humidité relative peut être reliée à la pression capillaire en utilisant la loi de Kelvin :

$$\ln(RH) = \frac{M_{vp}^{ol}}{RT \rho_l} p_c \quad (3.1)$$

où  $RH$  est l'humidité relative ;  $\rho_l$  est le mass volumique de l'eau ;  $p_c$  est la pression capillaire,  $M_{vp}^{ol}$ ,  $R$  et  $T$  sont respectivement la masse molaire de la vapeur, la constante des gaz parfaits et la température absolue. Selon la loi de Kelvin, à température ambiante, on note que la pression capillaire augmente quand l'humidité relative diminue. Les influences de la pression capillaire sur le comportement mécanique de la matrice argileuse seront prises en compte dans la modélisation mésomécanique au chapitre 6.

### 3.1.2 Dispositif expérimental

Des argilites sont des matériaux à très faible perméabilité. Une immersion directe des échantillons dans l'eau conduit à une destruction rapide des échantillons sous l'effet des forces capillaires. Ainsi, pour éviter au maximum la fissuration lors de la procédure de resaturation des échantillons d'argilite du Callovo – Oxfordien, nous utilisons la technique de la solution saline sursaturée disposée au fond d'un dessiccateur (Fig.3.4). La méthode de

resaturation va imposer une hygrométrie constante (après stabilisation) même après un échange gazeux [Richard et Advani, 1982 ; Van Eeckhout, 1976].

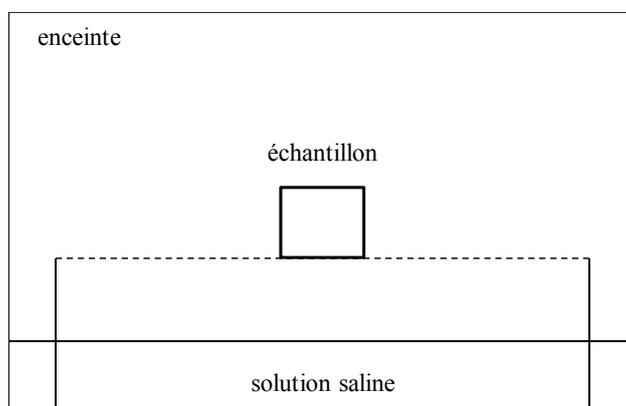


Fig. 3.4 Schéma de l'enceinte d'imposition de l'humidité relative.

Tableau 3.2 Humidité relative observée après stabilisation à température ambiante (20°C-22°C).

Enceinte	Saline Solution	Humidité relative	
		Théorique	Effective
1	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (Sulfate de potassium)	98%	99%
2	KCL(Chlorure de potassium)	85%	86%
3	NaCl(Chlorure de Sodium )	75%	80%
4	KI (Iodure de potassium)	70%	73%
5	NaBr(Bromure de sodium)	59%	55%
6	MgCl <sub>2</sub> (Magnésium chlorure)	33%	46%

Les produits utilisés pour les solutions ainsi les valeurs de l'humidité relative obtenues sont donnés dans le tableau 3.2. Les solutions sont composées d'environ 20-40g de chaque produit ajoutés 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 obtenir une sursaturation durable. L'hygrométrie est mesurée à l'aide d'un hygromètre FISCHER (Hr de 25 à 100% avec une précision de  $\pm 3\%$ ). Les échantillons étudiés ont ainsi été laissés dans l'enceinte pendant environ deux mois, temps nécessaires à la stabilisation totale du système (photo A8 et Fig. 3.5). Sur la Fig. 3.5, nous avons montré l'évolution dans le temps de l'humidité relative pour différents types de solutions saline utilisées. Compte tenu de l'impureté de la solution, il y a une différence entre l'humidité relative théorique et l'humidité effective. Dans cette étude, les résultats effectifs seront pris comme référence.

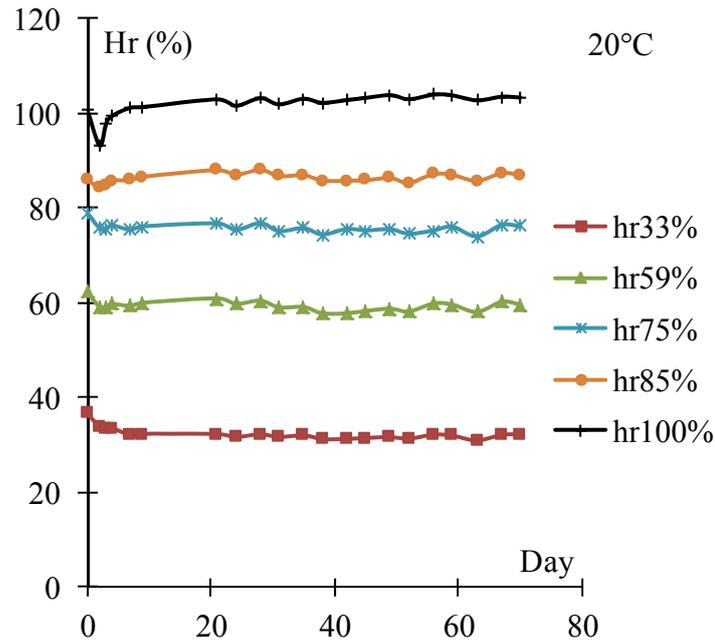


Fig. 3.5 Evolutions de l'humidité relative avec le temps à température ambiante pour la stabilisation totale du système.

### 3.1.2. Variation de la teneur en eau des échantillons

Afin d'obtenir la teneur en eau des échantillons sous différentes humidités relatives contrôlées, des cylindres d'argilite de 11 mm de diamètre sur 22 mm de hauteur environ provenant du carottage sont fabriqués. Ils sont respectivement placés dans les enceintes sous différentes humidités relatives contrôlées pendant deux mois pour la stabilisation totale du système, celle-ci étant d'autant plus longue que l'écart entre la teneur initiale en eau de l'échantillon et celle atteinte est important. On mesure la masse avant et après passage dans une étuve à 105°C pendant 24h. Les masses des échantillons sont mesurées sur une balance à 0.0001g. En comparant les masses d'un échantillon avant et après le séchage, il est possible de calculer la teneur en eau massique par la relation suivante :

$$w(RH)_{20^{\circ}C} = \frac{m(RH)_{20^{\circ}C} - m(s)}{m(s)} \times 100\% \quad (3.2)$$

$w(RH)_{20^{\circ}C}$  est la teneur en eau correspondant à une humidité relative imposée à température ambiante,  $m(RH)_{20^{\circ}C}$  est la masse humide à température ambiante et  $m(s)$  est la masse sèche de référence (séchage à 105°C).

La variation relative de masse est présentée en fonction du temps sur la Fig. 3.6. On note que les teneurs en eau obtenues à la stabilisation sont directement fonction de l'humidité relative imposée. Pour les cinq valeurs imposées, les teneurs en eau obtenues sont respectivement de 1.78%, 2.8%, 3.59%, 4.47% et 7.54% en moyenne. Par ailleurs, on observe que par les cinq cas considérés, les échantillons d'argilite ont subi une désaturation dans quatre cas, seulement pour le cas de RH99%, les échantillons ont subi une resaturation avec une augmentation de masse.

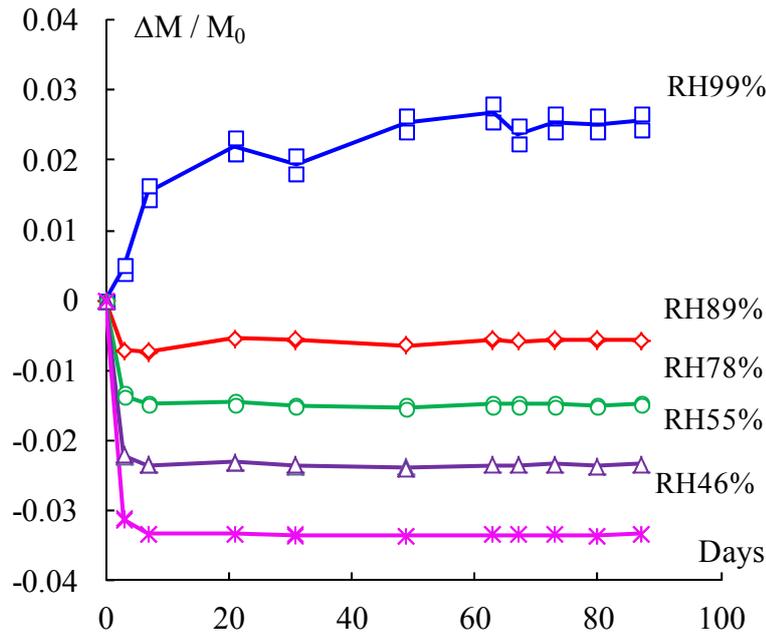


Fig. 3.6 Evolution des masses des échantillons sous différentes humidités relatives contrôlées à température ambiante.

Par ailleurs, il est possible de relier le degré de saturation ( $S_w$ ) à la valeur de l'humidité relative imposée ( $Hr$ ), en considérant les relations suivantes :

$$S_w = \frac{w \cdot \gamma_d}{n \cdot \gamma_w} \quad \text{avec} \quad \gamma_d = \frac{\gamma_h}{1 + w} \quad (3.3)$$

où  $w$  est la teneur en eau sous humidité relative contrôlée ;  $\gamma_d$  est la masse volumique du matériau sec ;  $\gamma_h$  celui du matériau naturel ;  $\gamma_w$  celui de l'eau et  $n$  est la porosité. On a pris ici  $\gamma_h = 2.41$ ,  $n = 11.8$  [Chiarelli et al., 1998a ; ANDRA, 1998b]. Les degrés de saturation calculés ainsi calculés peuvent dans certains cas être supérieurs à 100% pour l'humidité relative de RH99% (la teneur en eau est de 7.54% en moyenne). Ceci est dû essentiellement à la

dispersion des différentes données utilisées, notamment celle de la porosité. Afin de pouvoir dégager une tendance des variations de comportement en fonction du degré de saturation, on considère que l'échantillon ayant la plus forte teneur en eau est saturé à 100%. On en déduit alors les autres degrés de saturation et une nouvelle valeur de la porosité correspondante. Cette valeur (moyenne 17%) est environ 1.43 fois supérieure à celle mesurée par prosimètre au mercure. Cette différence pourrait provenir des pores entre les minéraux argileux, en grande partie inaccessibles au mercure.

Ensuite, avec la loi de Kelvin(3.1), la valeur de la pression capillaire est calculée. Sur la Fig. 3.7, on présente la courbe capillaire (ligne bleue) obtenue des essais de la sorption et de la désorption. Sur cette figure, présente également la relation entre le degré de saturation et l'humidité relative. La courbe de rétention (capillaire) peut être approchée par la relation empirique suivante :

$$S_w = \frac{a}{a + p_c^b}, \quad a = 13.5, \quad b = 0.7243 \quad (3.4)$$

où  $S_w$  est le degré de saturation,  $p_c$  la pression capillaire,  $a$  et  $b$  sont paramètres constants.

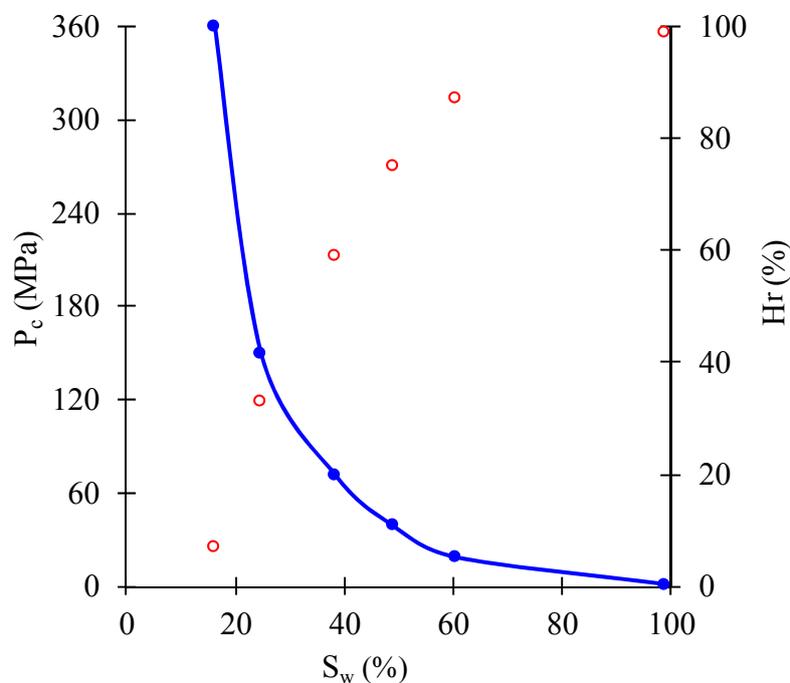


Fig. 3.7 Courbe capillaire (ligne bleue) des argilites lors des essais de désorption ainsi que les relations entre degré de saturation et humidité relative.

### 3.2. Essais de micro indentation et mini compression- influences de l'humidité relative

Dans ce paragraphe, nous présentons les résultats expérimentaux des essais de micro-indentation et de mini compression. Nous mettons notamment en évidence les influences de la saturation.

#### 3.2.1. Procédure des essais

##### Essais de micro indentation

Les essais de micro indentation avec cycles de chargement – déchargement sont réalisés en déplacement imposé. La vitesse de déformation utilisée est égale à 0.073 mm/min. Pour ces essais, au vu de la taille des grains de la composition minéralogique des argilites, l'indenteur choisi est de 2mm de diamètre. Dans cette étude, l'objectif principal des essais de micro indentation est d'évaluer les propriétés élastiques. Par conséquent, des essais préliminaires sont d'abord réalisés afin de déterminer la limite élastique du chargement. Par la suite, tous les essais ont été effectués dans en régime élastique.

Un exemple de courbes de force – enfoncement obtenues respectivement dans les directions de chargement et sous l'humidité relative 78%, est montré sur les Fig.3.8 (a) et Fig. 3.8 (b). Notons que pour chaque échantillon, quatre ou cinq indentations sont effectuées et on prend ensuite la moyenne des résultats obtenus (photo A9).

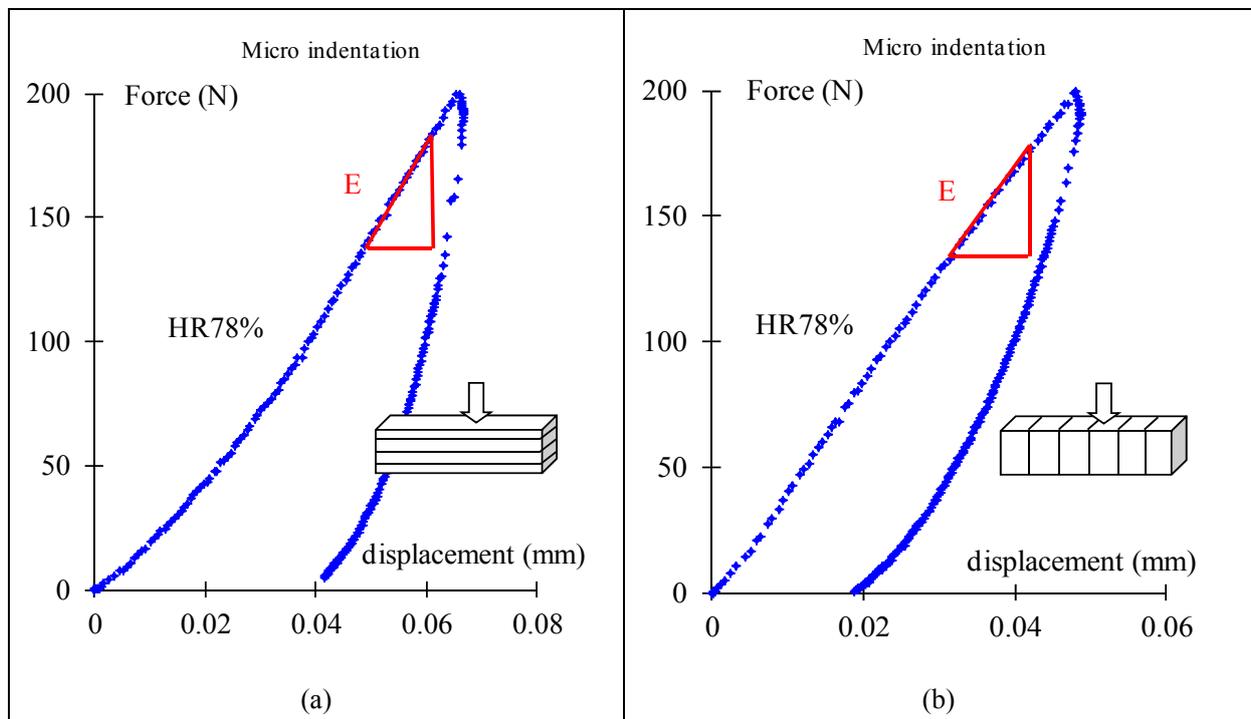


Fig. 3.8 Courbe de force – enfoncement à l'humidité relative Hr78% dans l'orientation perpendiculaire (a) et parallèle (b) des plans de stratification.

### **Essais de mini compression simple**

Les essais de micro indentation ont permis à étudier la variation des propriétés élastiques avec le degré de saturation. Pour confirmer la tendance générale obtenue dans les essais de micro indentation d'une part et étudier les influences du degré de saturation sur les propriétés à la rupture d'autre part, les essais de mini compression sont effectués dans les deux directions de chargement, respectivement parallèle et perpendiculaire aux plans de stratification et à différentes valeurs d'humidité relative. Les essais de mini compression sont réalisés en déplacement imposé à une vitesse de déformation de 0.02 mm/min.

Pour chaque valeur d'humidité relative, nous avons effectué deux ou trois essais de mini compression dans chaque orientation chargement afin de vérifier la reproductibilité des résultats. Les courbes de contraintes – déformation sont regroupées sur les Fig. 3.9 pour les deux orientations de chargement. Les courbes de chaque essai sont données en annexe A2.

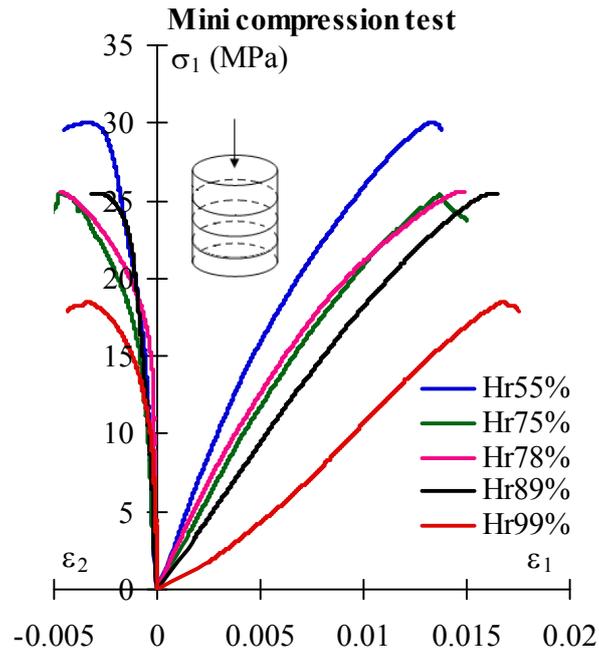
Les courbes de contraintes – déformations obtenues apparaissent clairement non linéaires. Les modes de rupture sont plutôt de type fragile. La rupture a lieu à des valeurs de déformation axiale relativement faibles. La macro fissure principale formée est quasi verticale et accompagnée d'autres fissures orientées à peu près dans la même direction. Les échantillons sont éclatés en de nombreux petits morceaux et fixés avec des rubans adhésifs (photo 3.1).



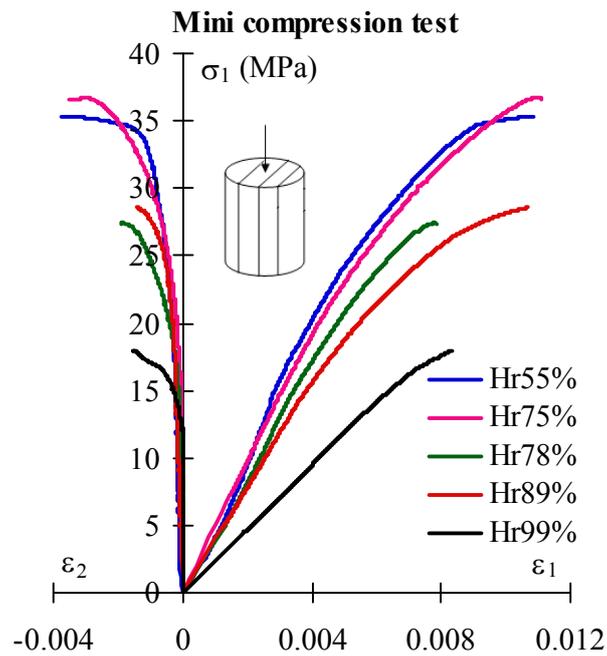
Photo 3.1 Photo des échantillons après un essai de mini compression.

### **3.2.2. Analyses des résultats**

Les résultats obtenus sont présentés et comparés entre différentes valeurs de l'humidité relative sur les Fig. 3.9. Nous allons étudier maintenant les influences de la saturation sur les propriétés élastiques et à la rupture.



(a)



(b)

Fig. 3.9 Courbes de contraintes - déformations issues des essais de mini compression : comparaisons entre différentes valeurs de l'humidité relative pour les deux orientations de chargement ; (a) perpendiculaire et (b) parallèle des plans de stratification.

### Propriétés élastiques initiales

Les propriétés élastiques initiales sont déterminées à partir de la zone élastique des courbes de force –déplacement en chargement issues des essais de micro indentation. Le module d'élastique est calculé en utilisant la relation (2.6). Pour cela, il faut connaître la valeur du coefficient de Poisson. Selon les données expérimentales existantes, le coefficient de Poisson augmentent avec l'humidité relative, de 0.1 à 0.3 [Chiarelli, 2000 et Pham, 2007]. Pour la présente étude, nous avons pris la valeur de 0.2 pour le coefficient de Poisson. Sachant que le coefficient de Poisson intervient sous forme de  $1-\nu^2$ , l'estimation du module élastique est faiblement affectée par la valeur du coefficient de Poisson. Dans notre cas, l'erreur est estimée inférieure à 5.4%.

Tableau 3.3 Module d'élastique et résistance à la rupture en fonction de l'humidité relative.

	Type	Orientation	Série				
			Hr55%	Hr75%	Hr78%	Hr89%	Hr99%
$E(MPa)$ (moyen)	Micro indentation	Perpendiculaire	2053	2165	2187	1492	1100
		Parallèle	4086	3303	2455	2034	1462
$R_c(MPa)$ (moyen)	Mini compression	Perpendiculaire	28,2	25,8	26,0	26,5	18,5
		Parallèle	35,7	31,1	25,9	30,1	18,0
$\nu$ (moyen)	Mini compression	Perpendiculaire	0,09	0,07	0,07	0,07	0,11
		Parallèle	0,05	0,06	0,12	0,08	0,08
$\varepsilon_{1max}(\%)$ (moyen)	Mini compression	Perpendiculaire	1,25	1,56	1,59	1,76	1,87
		Parallèle	1,05	0,98	0,86	0,96	0,84

L'évolution du module d'élastique moyen en fonction de l'humidité relative est présentée dans le tableau 3.3 et sur la Fig. 3.10. Globalement, les modules élastiques diminuent sensiblement quand l'humidité relative augmente. A l'échelle mésoscopique, cette diminution du module élastique peut être attribuée à diminution de la pression capillaire. A l'échelle

nanométrique, l'absorption (imbibition) génère le gonflement de feuillets d'argile et par conséquent une diminution de la rigidité locale de la particule d'argile.

Par ailleurs, la sensibilité du module élastique à la saturation est liée à l'anisotropie structurale des argilites. En effet, la sensibilité de module d'élasticité au degré de saturation est plus importante dans la direction parallèle que celle dans la direction perpendiculaire. Une telle différence peut être due à la fermeture des plans de stratification par la pression capillaire. En effet, l'effet de confinement lié à la pression capillaire est plus important dans la direction parallèle que celui dans la direction perpendiculaire.

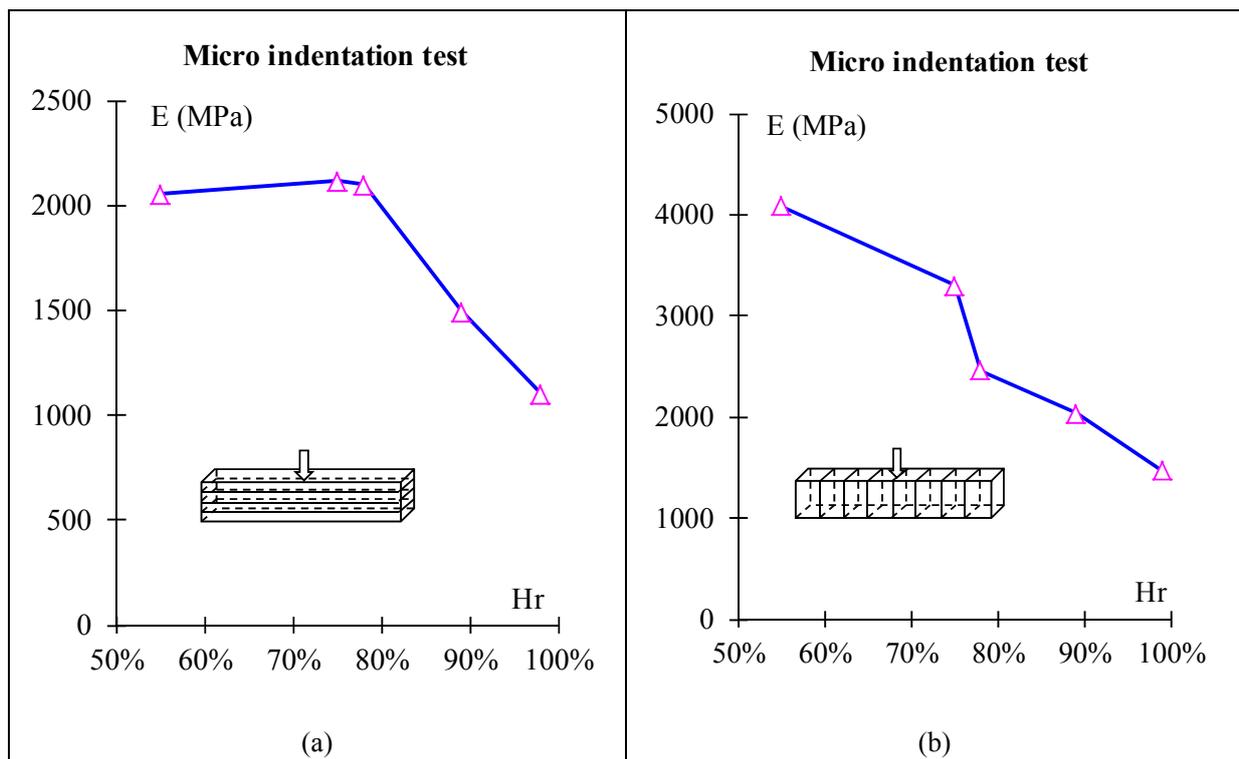


Fig. 3.10 Variations du module élastique en fonction de l'humidité relative lors des essais de micro-indentation pour les deux directions de chargement : (a) perpendiculaire et (b) parallèle.

### **Propriétés à la rupture**

Les propriétés à la rupture sont déterminées à partir des essais de mini compression. Pour ce faire, les contraintes et les déformations axiales et latérales à la rupture (au pic des courbes de contraintes – déformations) sont mesurées. Par ailleurs, afin de confirmer la sensibilité du module élastique à la saturation observée dans les essais de micro-indentation, le module élastique et le coefficient de Poisson ont également été évalués à partir de la partie linéaire des courbes de contrainte- déformation des essais de mini compression. L'ensemble des résultats obtenus est présenté dans le tableau 3.3 et sur les Fig.3.11 et Fig. 3.12.

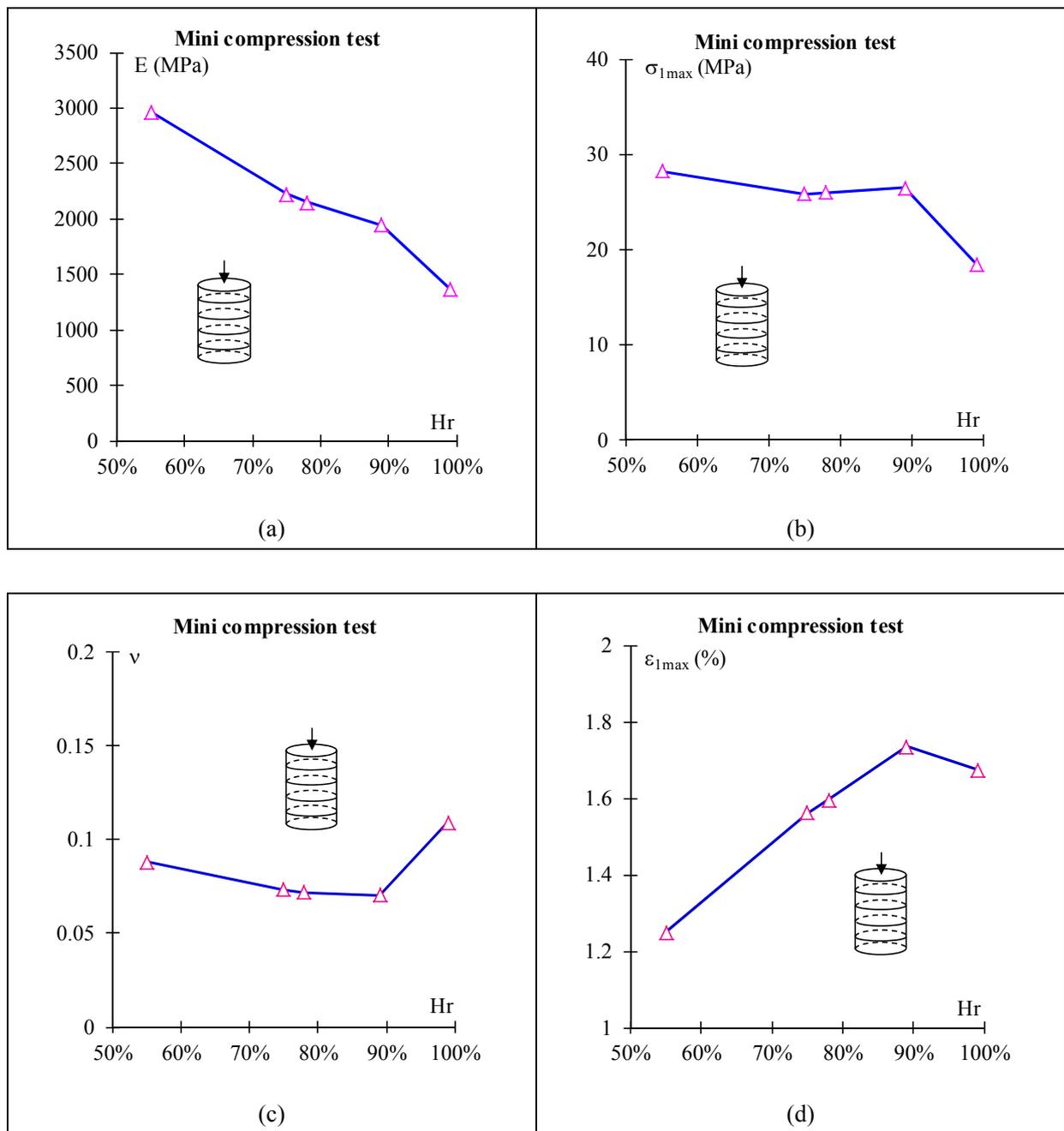


Fig. 3.11 Evolution des propriétés mécaniques en fonction de l'humidité relative pour l'orientation perpendiculaire : (a) Module d'élasticité ; (b) Résistance à la rupture ; (c) Coefficient de Poisson ; (d) Déformation axiale.

Comme les résultats des essais de micro indentation, le module élastique diminue sensiblement avec l'augmentation de l'humidité relative dans les deux directions de chargement. La résistance à la rupture aussi diminue avec l'augmentation de l'humidité relative. Cependant, la diminution de la résistance est plus importante dans l'orientation parallèle aux plans de stratification que celle dans l'orientation perpendiculaire. Ceci est en

accord avec l'évolution du module d'élastique. On observe là encore une influence de l'anisotropie initiale des argilites. La variation du coefficient en fonction de l'humidité relative n'est pas régulière et on obtient une valeur moyenne de 0.1 pour les deux orientations de chargement. Concernant la déformation axiale à la rupture, quelques résultats intéressants sont obtenus. La déformation axiale à la rupture augmente globalement avec l'augmentation de l'humidité relative dans l'orientation perpendiculaire mais celle-ci diminue légèrement dans l'orientation parallèle. Ces résultats sont directement liés à la compaction des plans de stratification par l'effet capillaire.

### **Influences de l'anisotropie structurale**

Afin de mettre en évidence les impacts de l'anisotropie structurale sur la dépendance des propriétés mécaniques de la saturation en eau, les résultats obtenus pour la direction de chargement perpendiculaire sont présentés dans les Fig. 3.11 et comparés à ceux de la direction parallèle dans les Fig.3.12. Il apparaît clairement que le comportement mécanique est influencé par la structure de l'anisotropie de l'argilite. Cette structure de l'anisotropie est caractérisée par la présence des plans parallèles de stratification. Ceci attribue à l'argilite du Callovo – Oxfordien une microstructure de type isotrope transverse. La déformation globale de l'argilite est affectée par l'évolution des plans de stratification.

Comme indiqué dans la Fig. 3.13a, pour toutes les valeurs de l'humidité relative, le module d'élasticité dans la direction parallèle est systématiquement plus élevé que celui dans la direction perpendiculaire. Les résultats similaires ont été observés dans d'autres roches sédimentaires [McLamore et Gray, 1967; Niandou et al. 1997]. Cette différence du module élastique est due principalement au fait que les plans de stratification sont soumis à la fermeture progressive sous la contrainte normale dans le cas du chargement perpendiculaire. D'autre part, il semble que les effets de pression capillaire sur le module élastique pendant le processus de resaturation ou désaturation sont aussi influencés par l'anisotropie structurale. Comme ceux qui ont été déjà mentionnés au-dessus et présentés dans la Fig. 3.11a, en raison des effets structurels de la fermeture des plans de stratification induite par la désaturation (ou le gonflement induite par la resaturation), le module élastique dans la direction parallèle est plus sensible au degré de saturation que celui dans la direction perpendiculaire.

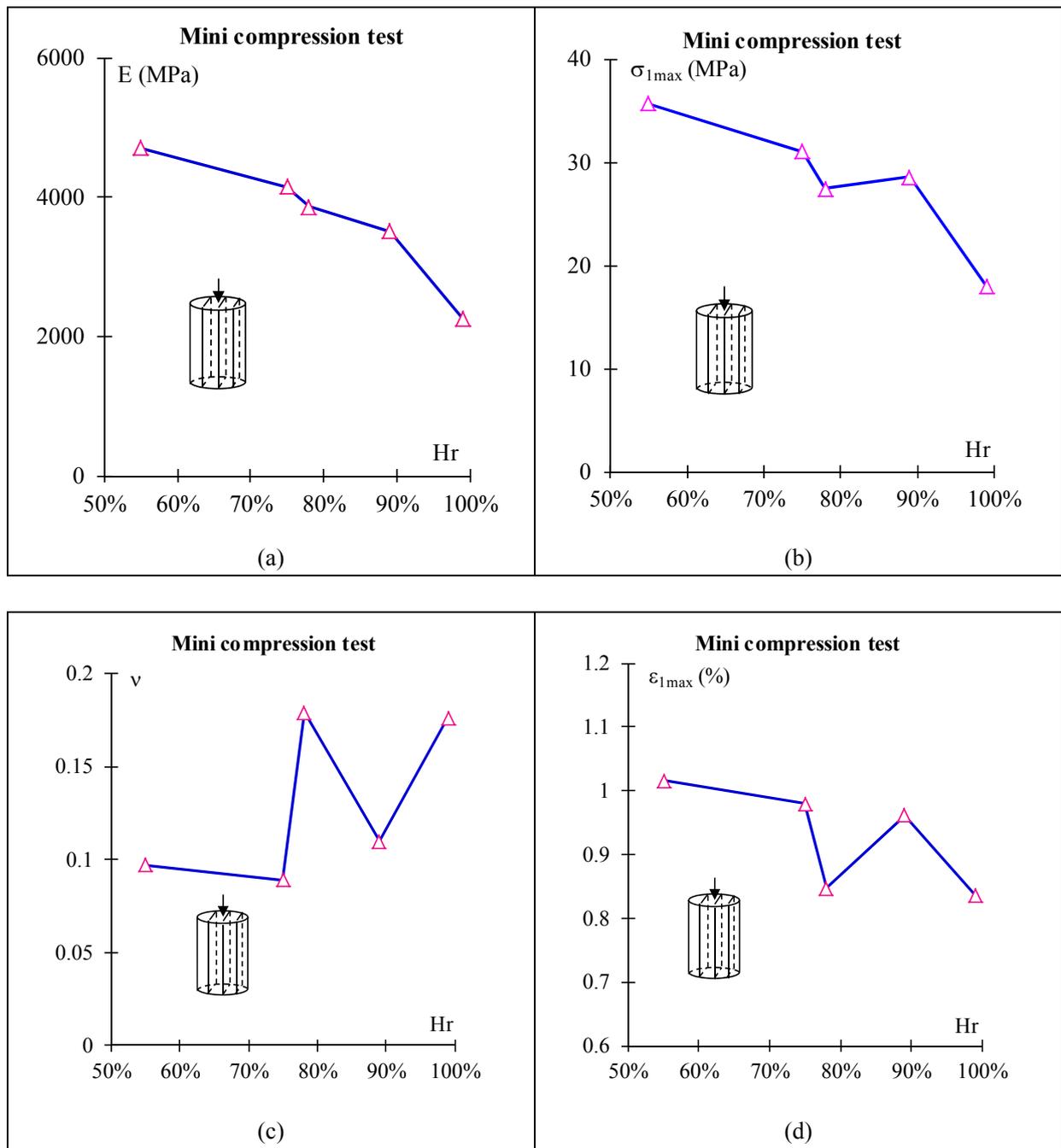


Fig. 3.12 Evolution des propriétés mécaniques en fonction de l'humidité relative dans l'orientation parallèle: (a) Module d'élasticité ; (b) Résistance à la rupture ; (c) Coefficient de Poisson ; (d) Déformation axiale.

Les comparaisons de la déformation axiale à la rupture sont présentées dans les Fig. 3.13c. Pour toutes les valeurs de l'humidité relative utilisées, la déformation axiale dans la direction perpendiculaire est plus élevée que celle dans la direction parallèle. Ceci peut être également relié à la présence des plans de stratification. Ceci est tout d'abord dû au fait que les plans de stratification sont progressivement fermés induisant une déformation globale dans la direction perpendiculaire. Deuxièmement, comme déjà indiqué, la déformation axiale

augmente avec l'humidité relative dans la direction perpendiculaire mais diminue légèrement dans la direction parallèle. Cette différence est aussi liée à l'évolution des plans de stratification. Avec l'augmentation de l'humidité relative, le gonflement des plans de stratification apparaît et sa déformabilité devient plus importante. En cas du chargement perpendiculaire, la contrainte axiale est appliquée normalement aux plans de stratification. Par conséquent, la déformation axiale augmente quand la déformation des plans de stratification est plus importante. En cas du chargement parallèle, comme la contrainte axiale est parallèle aux plans de stratification, la déformabilité du plan de stratification a très peu d'influence sur la déformation axiale. Donc, la déformation axiale ne devrait pas être influencée par l'humidité relative.

Concernant l'évolution de la résistance en compression de l'argilite à la rupture, l'influence de l'anisotrope structurale existe également mais semble moins importante que la déformation axiale (Fig. 3.13b). Au degré de saturation élevé, par exemple proche de la condition de la saturation (98%), les résistances mécaniques sont presque identiques pour les deux directions du chargement et peu affectées par l'anisotrope du matériau. Cependant, il est important de remarquer que seulement deux directions du chargement sont considérées ici, respectivement perpendiculaire et parallèle aux plans de stratification. Pour les directions de chargement qui ne sont pas dans les deux axes principaux, la résistance mécanique devrait être sensiblement dépendant du chemin de chargement. Généralement, la plus faible résistance est obtenue pour une direction de chargement autour de  $45^\circ$  par rapport aux plans de stratification [McLamore et Gray, 1967; Niandou et al. 1997]. Avec la diminution du degré de saturation, on observe de plus en plus de différence entre les deux orientations de chargement. Cela signifie que la résistance mécanique dans l'orientation parallèle est plus sensible au degré de saturation que celle dans la direction perpendiculaire. Noter que dans le cas de l'orientation parallèle, la rupture d'échantillon apparaît généralement par le fendage des plans de stratification. Avec les effets confinants de la pression capillaire, une contrainte normale supplémentaire est appliquée aux plans de stratification et le fendage devient plus difficile. Par conséquent, la résistance mécanique augmente avec la désaturation de l'argilite. En cas du chargement perpendiculaire, la pression capillaire due à la désaturation équivaut à une contrainte macroscopique normale et son effet de compactage sur des plans de stratification n'influence pas sur la résistance mécanique axiale.

Enfin, il convient de noter que des dispersions importantes sont observées sur les différentes données expérimentales obtenues. Ces dispersions doivent être liées à l'hétérogénéité initiale des échantillons testés. En effet, même avec la procédure scrupuleuse de préparation, il est encore difficile d'obtenir l'état identique du degré de saturation pour chaque échantillon. Et les microfissures peuvent encore développer pendant le processus de désaturation et resaturation.

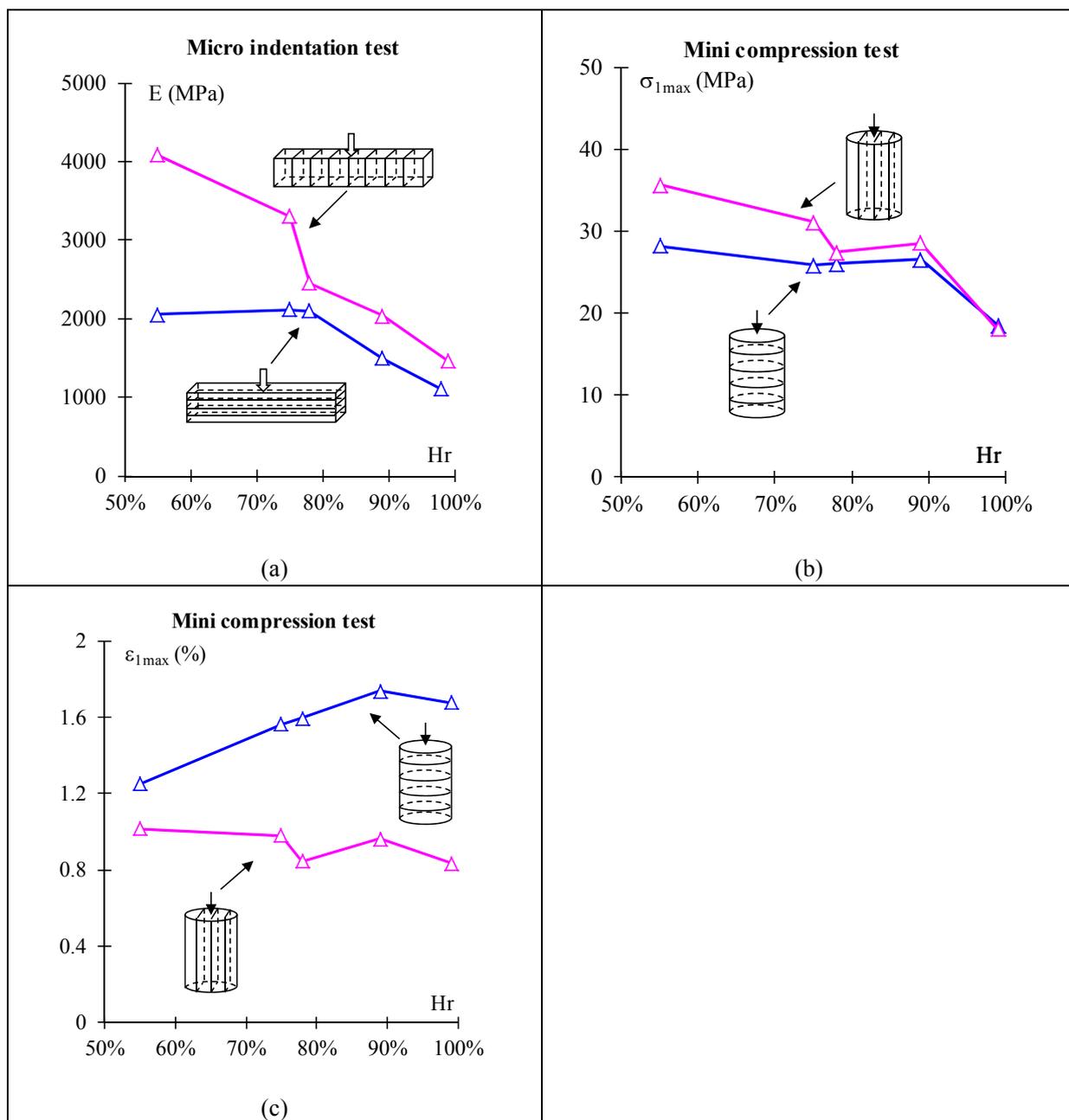


Fig. 3.13 Comparaisons du module élastique et des paramètres à la rupture entre les deux orientations de chargement : (a) Module d'élasticité ; (b) Résistance à la rupture ; (c) Déformation axiale.

### 3.3. Conclusion

L'objectif de ce chapitre était d'étudier les influences de l'humidité relative sur le comportement mécanique des argilites du Callovo – Oxfordien.

Les essais de micro indentation et de mini compression ont été réalisés sur l'argilite du Callovo-Oxfordien sous différentes valeurs de l'humidité relative. L'utilisation des échantillons de petite taille permet plus facilement de parvenir à un état quasi uniforme de saturation et d'éviter la fissuration des échantillons lors de désaturation et de resaturation. Les évolutions du module d'élasticité, de la résistance à la rupture et de la déformation à la rupture ont été étudiées pour les deux directions principales de chargement. Il est évident que le comportement mécanique de l'argilite est fortement influencé par le degré de saturation et l'anisotropie structurelle. Le module d'élasticité dans la direction perpendiculaire est plus faible que celui dans la direction parallèle. La résistance à la rupture en condition saturée est quasi identique pour les deux directions de chargement. La déformation à la rupture est plus élevée dans la direction perpendiculaire que celle parallèle en raison de la fermeture progressive des plans de stratification. Le module d'élasticité et la résistance à la rupture augmentent avec la désaturation de matériaux. Parmi les nombreux facteurs liés au processus de désaturation et resaturation, la pression capillaire joue un rôle essentiel en raison de la petite taille des pores de l'argilite. À l'échelle mésoscopique, la pression capillaire produit non seulement un effet de confinement global mais aussi la compression ou le gonflement des plans de stratification. En conséquence, la désaturation intensifie l'impact de l'anisotropie structurelle sur le comportement macroscopique de l'argilite. La résistance mécanique augmente notablement et la déformation axiale diminue dans l'orientation parallèle aux plans de stratification.

## Chapitre 4 Etude de l'influence de la température sur le comportement mécanique de l'argilite du Callovo-Oxfordien

Dans le chapitre 3, nous avons étudié l'influence de l'humidité relative et de l'anisotropie structurale sur les propriétés mécaniques des argilites. Cependant, dans le contexte du stockage des déchets exothermiques, les argilites sont soumises également à des variations de température. Il convient alors de caractériser les effets thermiques sur les propriétés thermiques des argilites. On propose de réaliser des essais de micro indentation et de mini compression sous différentes températures et à différentes humidités relatives contrôlées. Des essais de compression hydrostatique et de compression triaxiale seront également effectués sous différentes températures contrôlées.

Tableau 4.1 Identification des carottes utilisées pour effets thermiques

Gamme	Forage	Profondeur (m)	Orientation
EST22532-22533-22537 (503 m)	PPA39	De 503.24 à 503.43	Parallèle

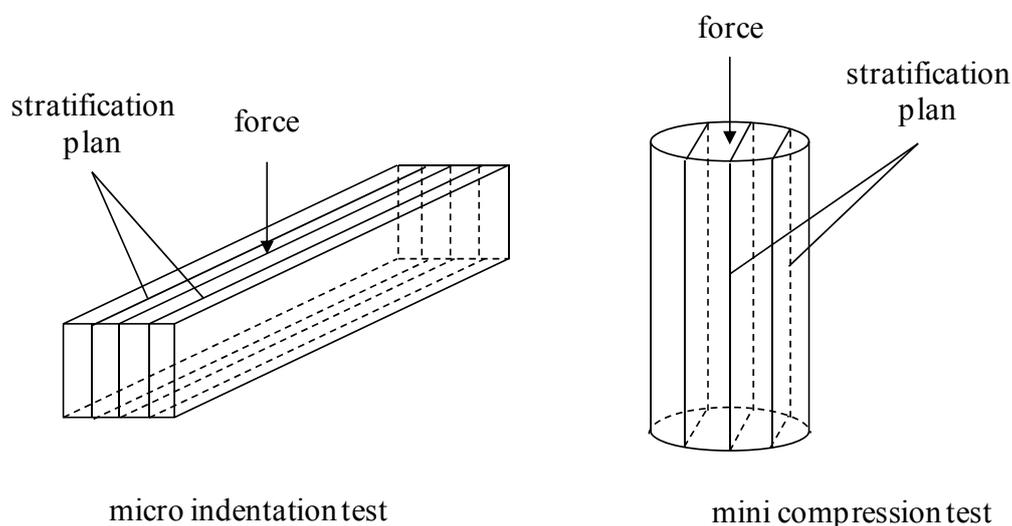


Fig. 4.1 Directions de chargement pour des essais de micro indentation et mini compression sous température et humidité relative contrôlées.

Selon le concept de stockage envisagé actuellement, la température maximale admissible ne doit pas excéder 90 °C à la paroi argileuse de l'alvéole de stockage, 100°C au contact du

colis pour les alvéoles de déchets C et dans la barrière ouvragée pour les alvéoles de combustibles usés [Andra, 2005a et Bauer, 2005]. En conséquence, les niveaux de température envisagés ici vont de la température ambiante jusqu'à 95°C avec cinq différents paliers : 20°C, 40°C, 60°C, 80°C et 95°C. Par ailleurs, pour chaque palier de température, cinq valeurs de l'humidité relative seront considérées, à savoir 50%, 70%, 80%, 90%, 100%. L'identification géologique des carottes utilisées est présentée dans le tableau 4.1.

L'impact de l'anisotropie structurale a été étudié sous température ambiante dans le chapitre précédent. L'accent de ce chapitre sera mis sur les effets thermiques. Par conséquent, seule la direction de chargement parallèle aux plans de stratification est considérée ici pour les essais de micro indentation et mini compression simple (Fig. 4.1). En revanche, pour des essais de compression hydrostatique et triaxiale, des échantillons de plus grande taille sont utilisés ( $\phi 20\text{mm} \times 40\text{mm}$ ). Afin de faciliter la préparation de ceux-ci, la direction de charge utilisée est perpendiculaire aux plans de stratification (Fig. 4.2).

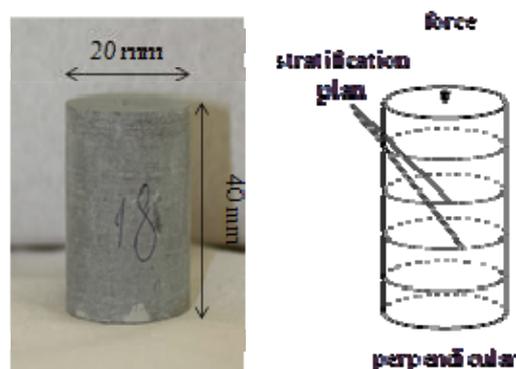


Fig. 4.2 Echantillon d'essais de compression triaxiale drainée.

#### 4.1. Procédure de désaturation et de resaturation sous différentes températures

Comme au chapitre 3, nous utilisons également la solution saline pour la procédure de désaturation et de resaturation sous température contrôlée. Les produits utilisés pour les solutions sont donnés dans le tableau 3.2 au chapitre 3. Cependant, l'humidité relative obtenue pour chaque solution saline dépend de la température imposée. Sur la Fig. 4.3, on présente l'évolution de l'humidité relative effective en fonction de la température pour les solutions salines utilisées. En raison de l'impureté des solutions, il y a une différence entre l'humidité relative théorique et celle effectivement obtenue. Les échantillons sont placés dans des bocaux de solution saline et les bocaux sont placés dans une étuve (photo A10); la température est augmentée par palier (40°C, 60°C, 80°C, 95°C). Les valeurs de HR et la température sont mesurées à l'aide d'un capteur de type Vaisala MI70 (HR de 25% à 100%

avec une précision de  $\pm 0.01\%$ , température de  $-10^{\circ}\text{C}$  à  $150^{\circ}\text{C}$  avec une précision de  $\pm 0.01^{\circ}\text{C}$ ).

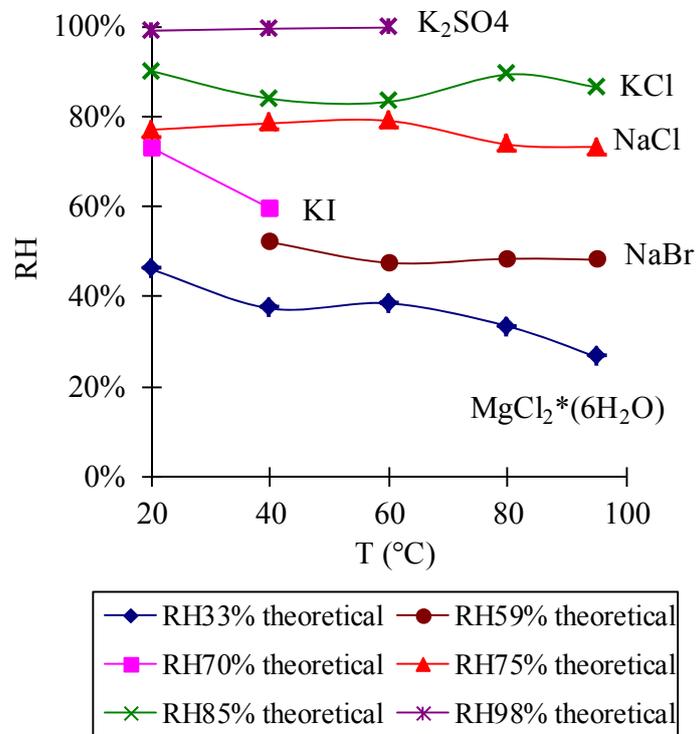
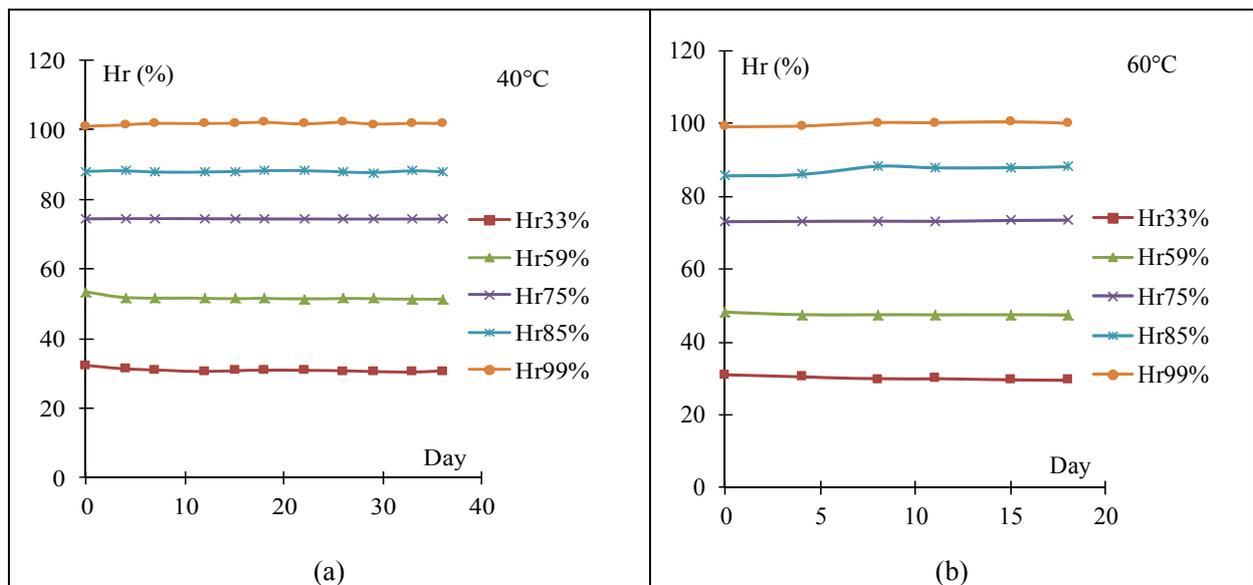


Fig. 4.3 Evolution de l'humidité relative en fonction de la température pour les différentes solutions salines utilisées.



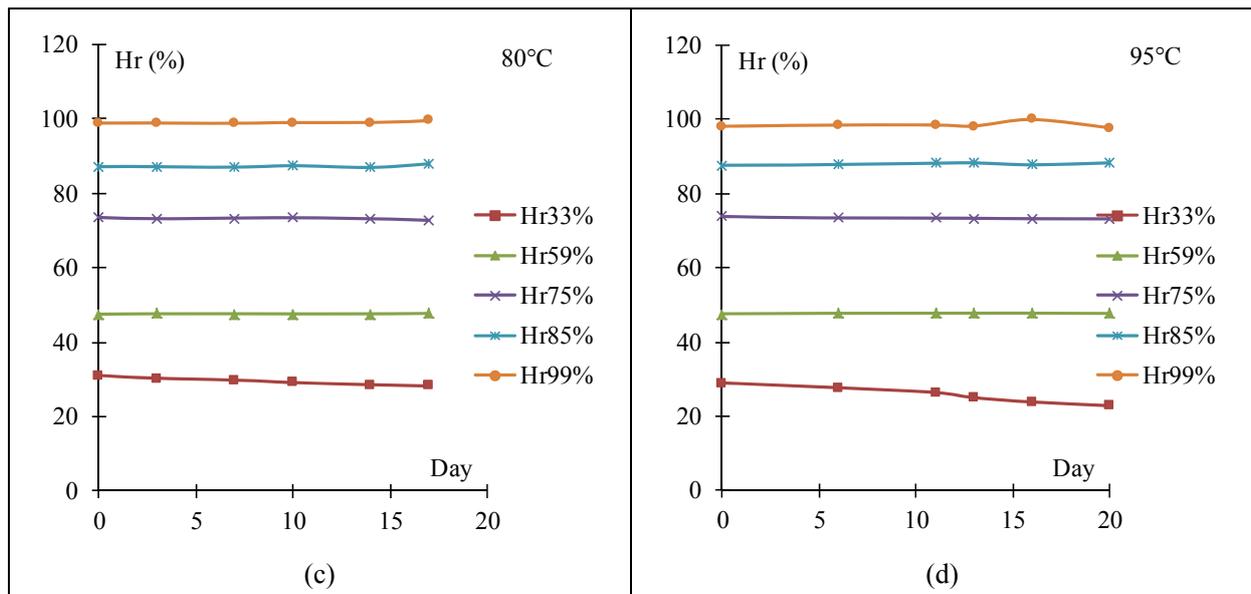


Fig. 4.4 Evolution de l'humidité relative en fonction du temps sous différentes températures imposées

Sur la Fig. 4.4, on montre les évolutions de l'humidité relative autour des échantillons en fonction du temps pour les différents paliers de température. On voit que le temps de stabilisation nécessaire est d'environ de trois semaines. Sachant que pour les échantillons étudiés sous température ambiante (20°C), le temps de stabilisation était de deux mois. L'augmentation de température accélère la désaturation des échantillons. Par ailleurs, on a observé que tous les échantillons soumis à Hr70% (théorique) étaient fissurés à partir de 60°C, probablement en raison du phénomène de cristallisation de la solution saline sursaturée KI (photo A11). Tous les échantillons soumis à Hr98% (théorique) étaient fissurés à partir de 80°C (photo A12). Les échantillons de Hr85% (théorique) laissent apparaître également des fissures visibles (photo A13).

D'une manière similaire au chapitre précédent, la teneur massique d'un échantillon est déterminée par la relation suivante:

$$w(RH)_{T^{\circ}C} = \frac{m(RH)_{T^{\circ}C} - m(s)}{m(s)} \times 100\% \quad (4.1)$$

$w(RH)_{T^{\circ}C}$  désigne la teneur en eau massique pour une valeur de l'humidité relative et de température contrôlée ;  $m(RH)_{T^{\circ}C}$  est la masse totale de l'échantillon partiellement saturé et  $m(s)$  la masse de référence à l'état (étuve 105°C). Après avoir déterminé la teneur en eau massique, le degré de saturation est donné par :

$$S_w(T) = \frac{w(RH)_{T^{\circ}C} \cdot \gamma_d}{n \cdot \gamma_w} \quad \text{avec} \quad \gamma_d = \frac{\gamma_h}{1 + w(RH)_{T^{\circ}C}} \quad (4.2)$$

Les degrés de saturation ainsi calculés apparaissent dans certains cas supérieurs à 100%. Afin de pouvoir dégager une tendance des variations de comportement en fonction du degré de saturation, on considère que l'échantillon ayant la plus forte teneur en eau est saturé à 100%. On en déduit alors les autres degrés de saturation. Les valeurs calculées et corrigées du degré de saturation sont présentées dans le tableau 4.2.

Tableau 4.2 Valeurs calculées et corrigées du degré de saturation à différentes humidités relatives et sous différentes températures.

T (°C)	Hr (%) (théorique)	98	85	75	59	33
40	$S_w$ (%) (calculé)	149	100	69	43	23
	$S_w$ (%) (corrective)	99	66	46	29	15
60	$S_w$ (%) (calculé)	129	97	66	37	21
	$S_w$ (%) (corrective)	99	75	50	28	16
80	$S_w$ (%) (calculé)	110	87	60	34	21
	$S_w$ (%) (corrective)	99	78	54	31	18
95	$S_w$ (%) (calculé)	102	66	57	34	18
	$S_w$ (%) (corrective)	99	64	56	33	17

Comme dans le chapitre 3, il est maintenant possible de déterminer la courbe isotherme de désorption en utilisant la loi de Kelvin (3.1) pour calculer la pression capillaire. Sur la Fig. 4.5, on présente les courbes de désorption obtenues pour les différentes valeurs de température. Noter que pour le cas de 95°C et HR85% (le degré saturation 65%), les échantillons sont fortement fissurés pendant la désaturation. On a obtenu une variation irrégulière de la pression capillaire en fonction de saturation (Fig. A3-e). Enfin, en utilisant le même type de relation que celle du chapitre précédent, les courbes isothermes de désorption pour les différents paliers de température sont approchées par :

$$S_w(40^\circ C) = \frac{a}{a + p_c^b(40^\circ C)}, a = 45.16, b=1.055 \quad (4.3)$$

$$S_w(60^\circ C) = \frac{a}{a + p_c^b(60^\circ C)}, a = 98.24, b=1.176 \quad (4.4)$$

$$S_w(80^\circ C) = \frac{a}{a + p_c^b(80^\circ C)}, a = 156.4, b=1.231 \quad (4.5)$$

$$S_w(95^\circ C) = \frac{a}{a + p_c^b(95^\circ C)}, a = 139.8, b=1.181 \quad (4.6)$$

D'une manière générale, on constate que la pression capillaire est moins élevée quand la température est plus faible car le degré de saturation est plus faible pour une même valeur de l'humidité relative imposée.

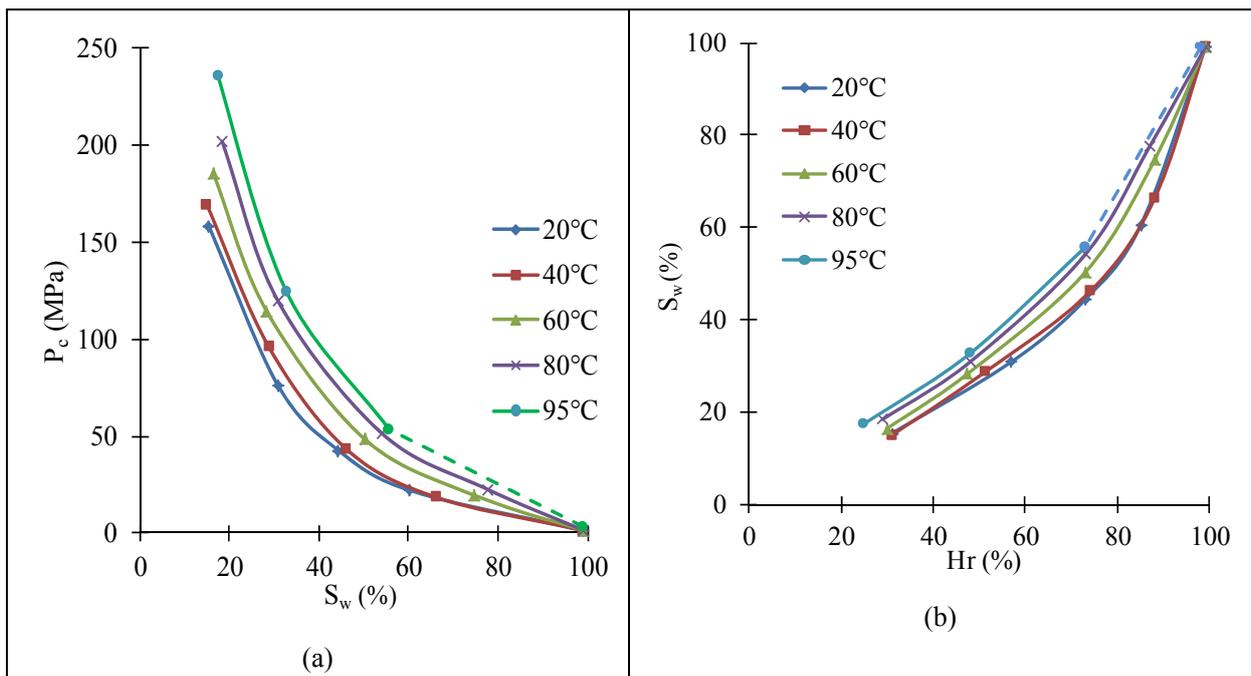


Fig. 4.5 Courbes isothermes de désorption (a) et relations entre humidité relative et degré de saturation (b) pour les cinq paliers de température.

#### 4.2. Essais de micro-indentation et de mini compression

Nous présentons maintenant les procédures expérimentales et des résultats types des essais de micro – indentation et de mini compression réalisés pour les différents paliers de température.

#### 4.2.1. Essais de micro indentation

Le dispositif et la procédure expérimentale des essais de micro indentation sont les même que ceux utilisés dans le paragraphe 3.2. Afin de pouvoir effectuer des essais à température et humidité relative contrôlées, un dispositif expérimental spécifique est conçu à cet effet. Il s'agit d'une boîte climatique dans laquelle il est possible d'imposer une valeur constante pour l'humidité relative et la température (photo A7). Un exemple de courbes de force – enfoncement est montré pour le cas de Hr77% à 20°C sur la Fig.4.6. L'ensemble des courbes obtenues sous différentes températures contrôlées pour les cinq séries d'humidité relative peut être consulté en annexe A4. Pour chaque cas (humidité relative et température contrôlées), deux échantillons ont été testés afin d'assurer la reproductibilité des résultats. Et pour chaque échantillon, quatre ou cinq indentations ont été effectuées.

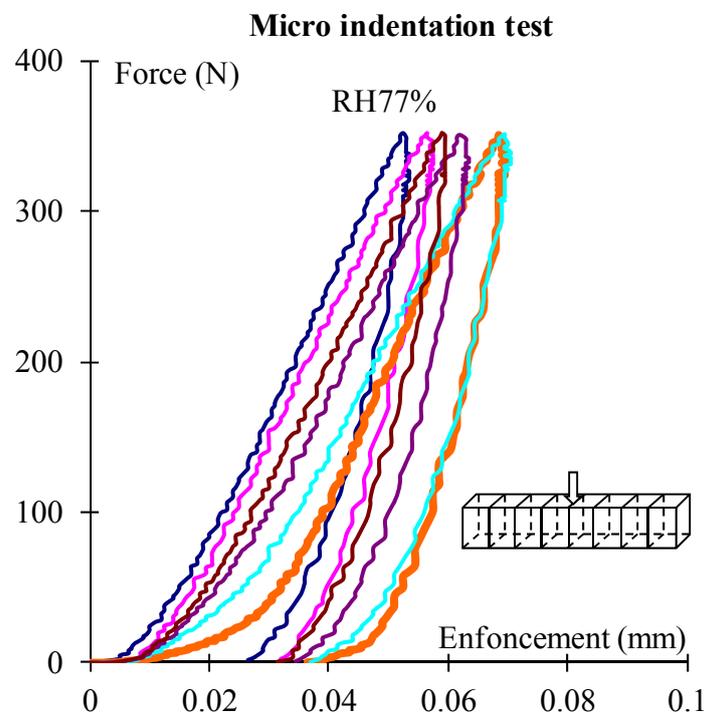


Fig. 4.6 Courbes de force – enfoncement d'un essai de micro indentation à 20°C et sous Hr77%.

#### 4.2.2. Essais de mini compression

Le dispositif et la procédure expérimentale des essais de mini compression sont les même que ceux utilisés dans le paragraphe 3.2. Pour chaque cas (soit une valeur d'humidité relative et de température contrôlée), nous avons effectué deux ou trois essais de mini compression et nous avons pris la moyenne des résultats obtenus. Les courbes de contraintes – déformations obtenues sont présentées dans les Fig. 4.7.

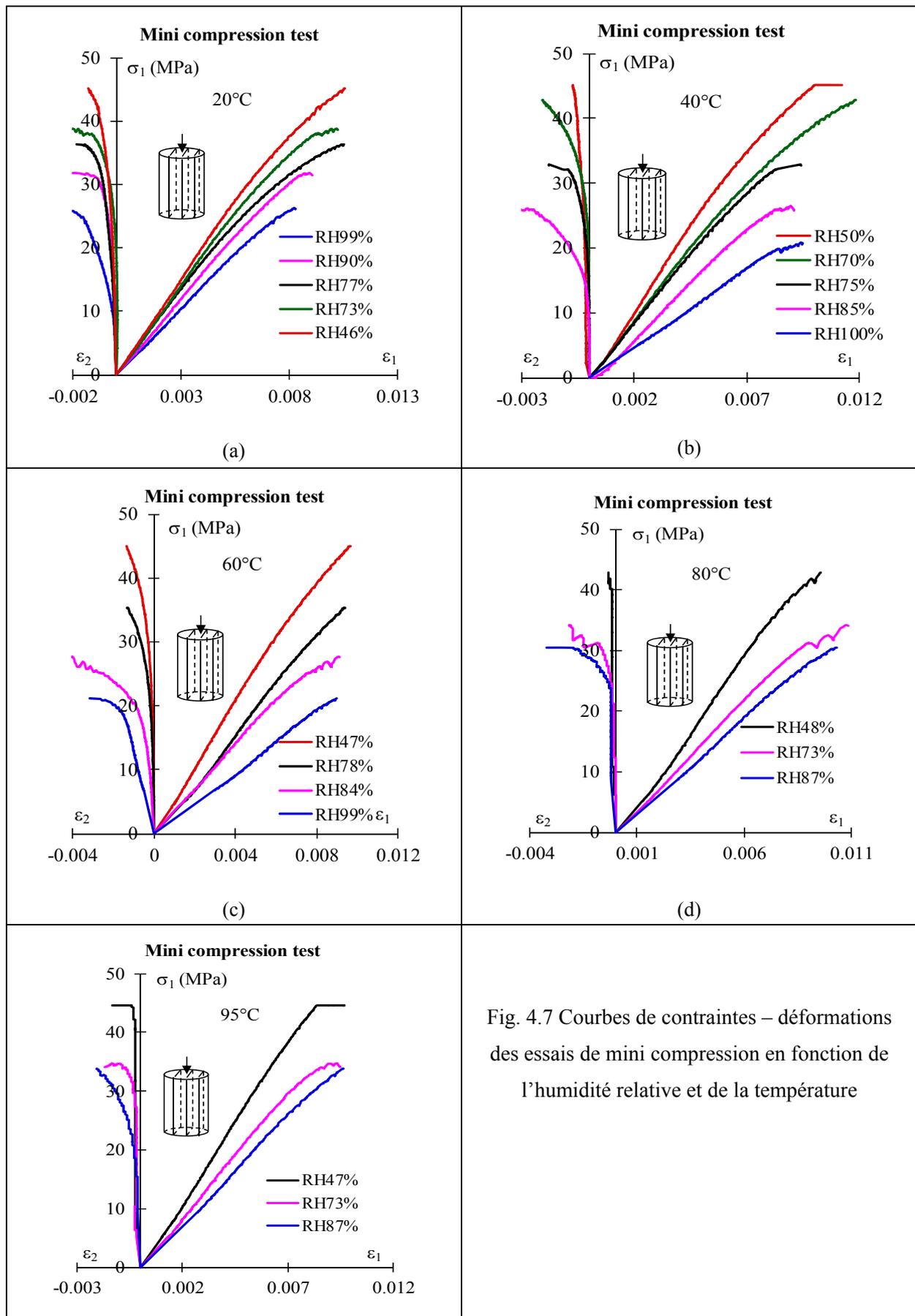


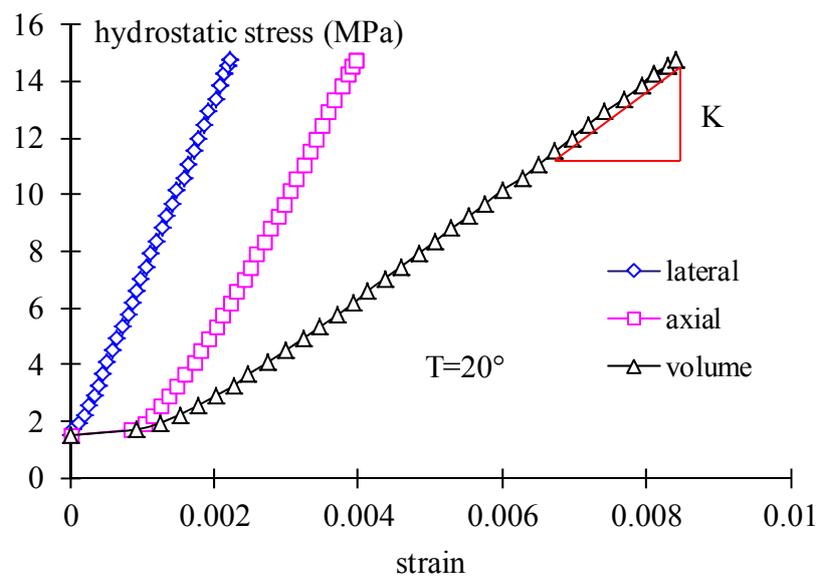
Fig. 4.7 Courbes de contraintes – déformations des essais de mini compression en fonction de l'humidité relative et de la température

### 4.2.3. Compression hydrostatique

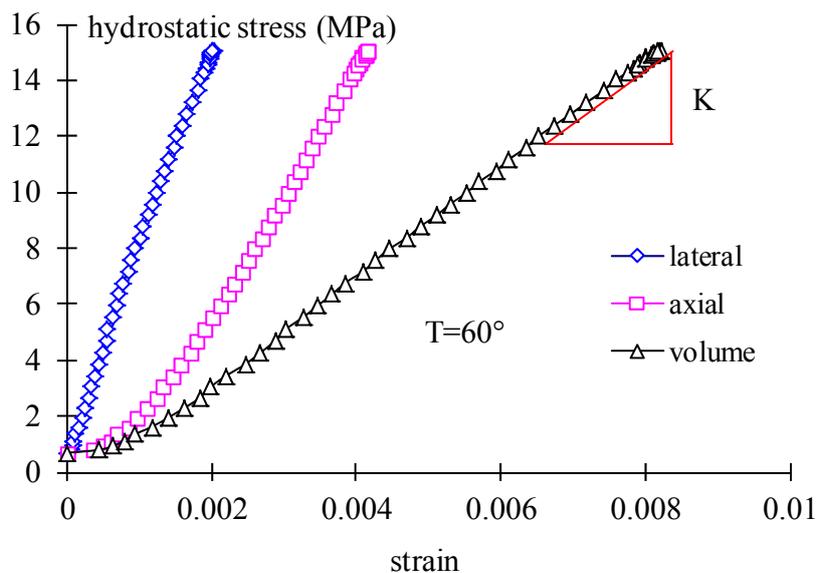
L'essai de compression hydrostatique consiste à soumettre un échantillon d'argilite à un champ de contrainte hydrostatique en condition drainée. Le confinement est appliqué jusqu'à 15MPa à une vitesse de  $5 \times 10^{-3}$  MPa/s par une pompe Gilson. Afin d'éviter une perturbation éventuelle de l'état de contrainte isotrope, le piston n'est pas en contact avec l'embase supérieure de l'échantillon. Pour ces essais, nous avons utilisé la direction de chargement perpendiculaire aux plans de stratification et la valeur de l'humidité relative de 75%.

Les résultats de compression hydrostatique sont présentés sur la Fig. 4.8 pour trois paliers de température considérés. Pour les trois cas, on note une anisotropie entre les déformations axiale ( $\varepsilon_1$ ) et latérale ( $\varepsilon_2$ ), en raison de la présence des plans de stratification.

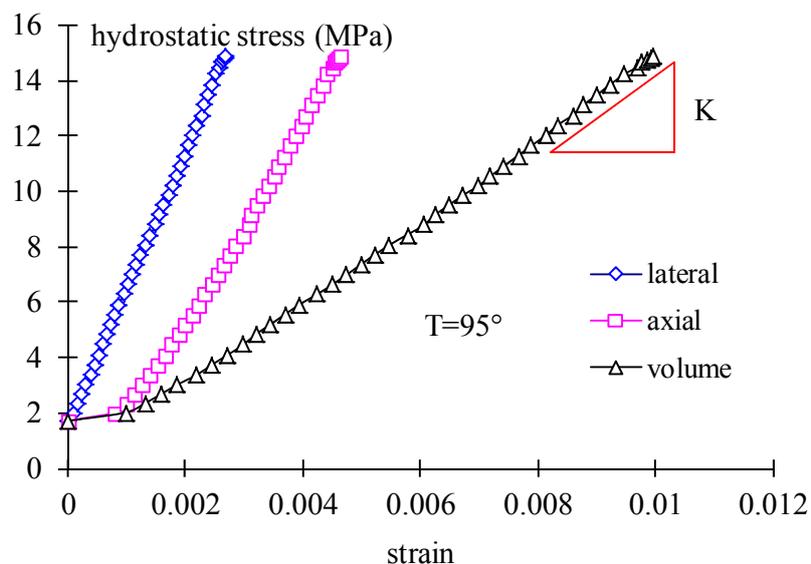
Le module de compressibilité drainé ( $K$ ) est calculé comme la pente de la partie linéaire de la courbe contrainte axiale – déformation volumique. Dans le tableau 4.3 et sur la Fig. 4.9, on présente les valeurs de ( $K$ ) obtenues et on note que le module de compressibilité drainé diminue quand la température augmente.



(a)



(b)



(c)

Fig. 4.8 Courbes contrainte – déformation lors des essais de compression hydrostatique pour les trois différentes températures.

Tableau 4.3 Modules de compressibilité drainé déterminés à partir des essais de compression hydrostatique sous différentes températures contrôlées.

Température (°C)	$K$ (MPa)
20	1932.6
60	1888.3
95	1581.1

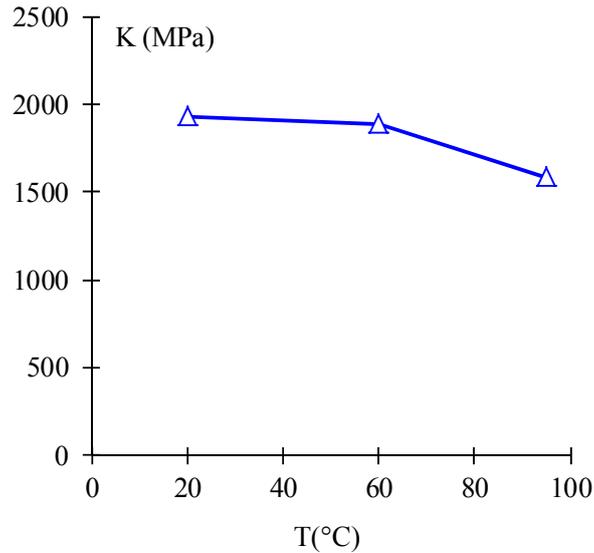


Fig. 4.9 Evolution des modules de compressibilité en fonction de la température.

#### 4.2.4. Compression triaxiale drainée

Les essais de compression triaxiale drainés permettent d'étudier le comportement mécanique macroscopique de l'argilite. L'essai est réalisé en deux phases. Dans la première phase, l'échantillon est soumis à un champ de contraintes hydrostatiques, celui-ci est maintenu constant jusqu'à la stabilisation des déformations. La deuxième phase consiste à imposer une contrainte déviatorique en augmentant uniquement la contrainte axiale par l'application d'une force axiale à l'aide de la pompe Gilson avec un débit constant. Les essais ont été menés jusqu'à rupture ou à une grande déformation axiale. La mise en charge est suffisamment lente pour que l'on soit assuré du drainage simultané de l'échantillon, soit en déplacement imposé avec une vitesse de  $1 \times 10^{-6}$  /s en charge. La mise en pression de confinement s'effectue de la même manière que lors des essais de compression hydrostatique. Pour chaque température, deux essais ont été réalisés sous des pressions de confinement de 5 et 15MPa. Les échantillons des essais de compression triaxiale drainée sont les mêmes que ceux utilisées dans les essais de compression hydrostatique. Les courbes de contraintes-déformations obtenues sont présentées sur les Fig. 4.10 , 4.12 et A5. Elles apparaissent fortement non linéaires. Pour les cas considérés, la fissure macroscopique principale (quand elle est observée) à la rupture est inclinée d'environ  $30^\circ$  par rapport à l'axe axial (Photo A14).

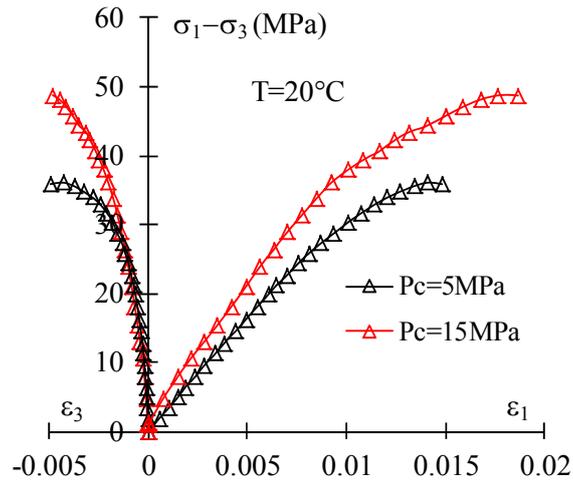


Fig. 4.10 Courbes contraintes – déformations pour les essais de compression triaxiale à 20°C

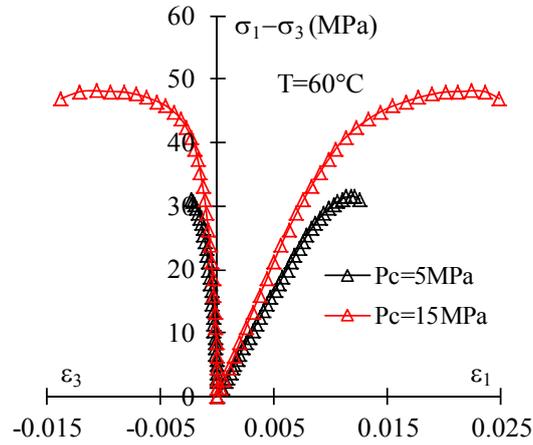


Fig. 4.11 Courbes contraintes – déformations pour les essais de compression triaxiale à 60°C

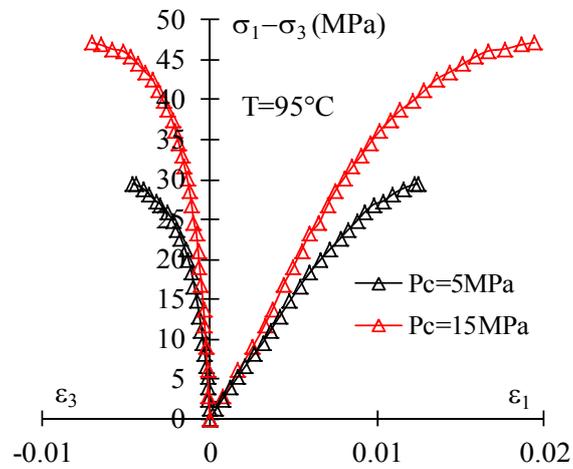


Fig. 4.12 Courbes contraintes – déformations pour les essais de compression triaxiale à 95°C

### 4.3. Analyse de s résultats - influen ce de la températur e sur le co mportement mécanique de l'argilite

Nous étudions ici les influences de la température sur le comportement mécanique des argilites Cox en termes de propriétés élastiques et paramètres de rupture.

Tableau 4.4 Module élastique issus des essais de micro indentation sous température et humidité relative contrôlée.

20°C	<i>HR</i> (%)	46	73	77	90	99
	<i>S<sub>w</sub></i> (%)	30		44	60	99
	<i>E</i> (MPa) (moyen)	5056	4373	3956	3347	2850
40°C	<i>HR</i> (%)	52	59	78	84	100
	<i>S<sub>w</sub></i> (%)	29		46	66	99
	<i>E</i> (MPa) (moyen)	4850	3379	3532	2616	1227
60°C	<i>HR</i> (%)	38	47	78	83	100
	<i>S<sub>w</sub></i> (%)	16	28	50	75	99
	<i>E</i> (MPa) (moyen)	5199	4280	3315	2579	1132
80°C	<i>HR</i> (%)	33	48	74	89	100
	<i>S<sub>w</sub></i> (%)	18	31	54	78	99
	<i>E</i> (MPa) (moyen)	4911	4824	3345	1761	
95°C	<i>HR</i> (%)	27	48	73	86	100
	<i>S<sub>w</sub></i> (%)	17	33	56	64	99
	<i>E</i> (MPa) (moyen)	6208	5070	3255	1406	

### 4.3.1. Propriétés élastiques initiales

La méthode de détermination du module d'élastique initiale est la même que celle utilisée dans le paragraphe 3.2. Les évolutions du module élastique moyen en fonction de l'humidité relative pour les différents paliers de température sont présentées dans le tableau 4.4 et sur la Fig. 4.13. Comme pour les résultats à température ambiante, le module élastique diminue avec l'augmentation de l'humidité relative. Ensuite, on observe une tendance de diminution du module avec l'augmentation de température. La cinétique de diminution du module élastique avec l'humidité relative est plus forte sous la température de 95°C. Les mêmes résultats sont interprétés en fonction du degré de saturation sur la Fig. 4.14. On obtient une tendance similaire d'évolution : le module élastique diminue sensiblement quand le degré de saturation augmente et influencé par la température. Afin de mieux cerner les effets thermiques sur le module élastique, nous avons présenté les évolutions du module élastique en fonction de température pour les trois gammes de l'humidité relative sur la Fig. 4.15. On peut constater que l'influence de la température sur le module élastique n'est pas significative jusqu'à l'humidité relative de 50%. Pour les valeurs de l'humidité relative dépassant 80%, on observe une tendance assez nette de diminution du module élastique avec l'augmentation de la température, notamment pour le cas saturé (l'humidité relative de 100%).

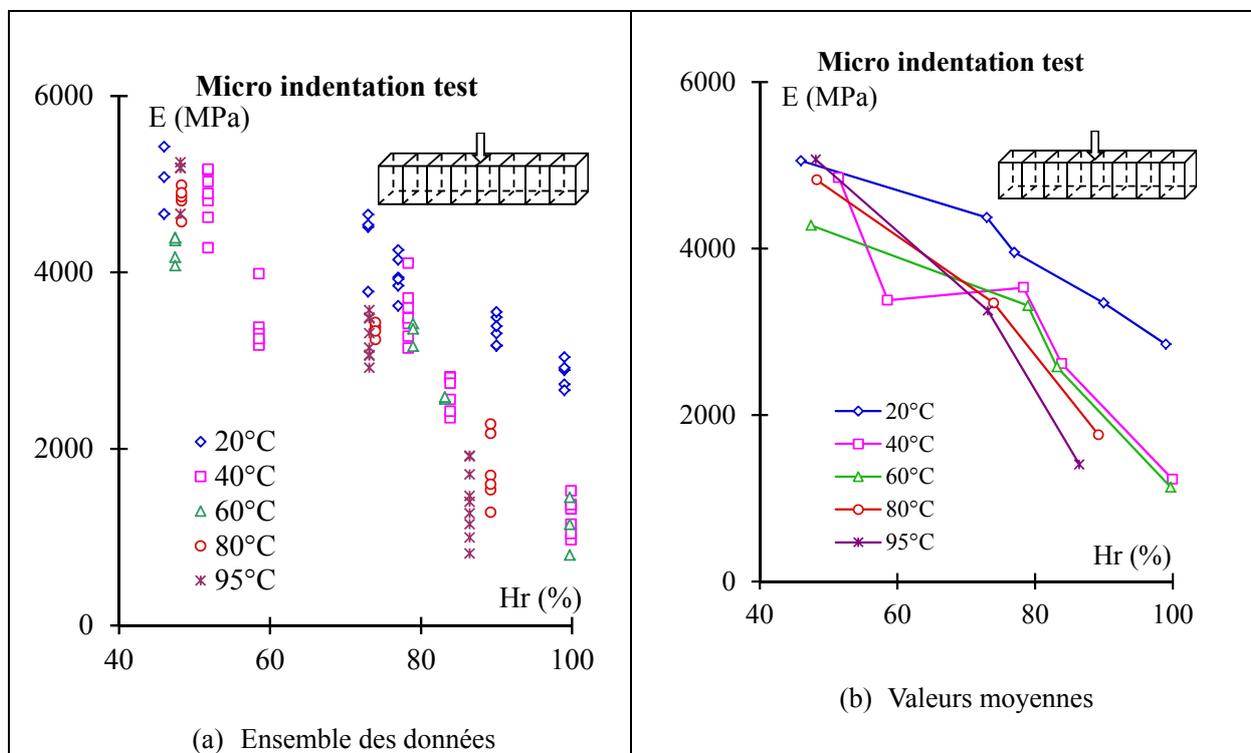


Fig. 4.13 Variations du module élastique avec l'humidité relative sous différentes températures. (a) expérimental et (b) moyen

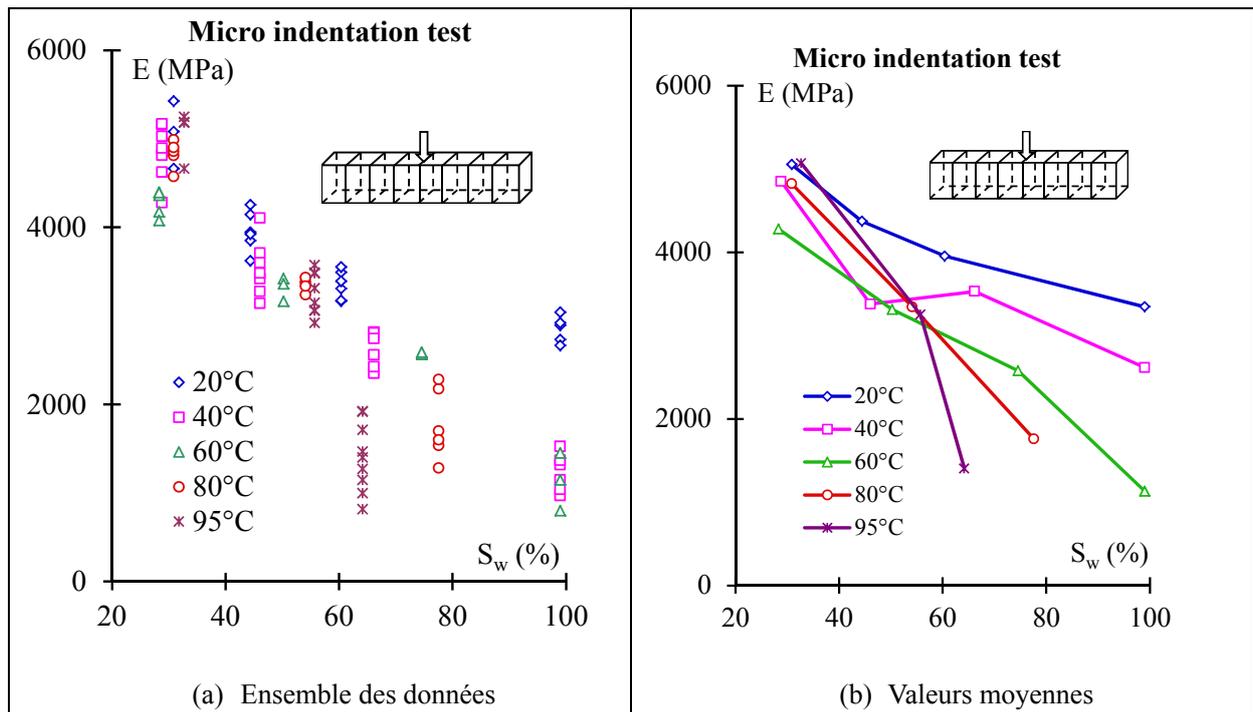


Fig. 4.14 Variations du module élastique avec le degré de saturation sous différentes températures.

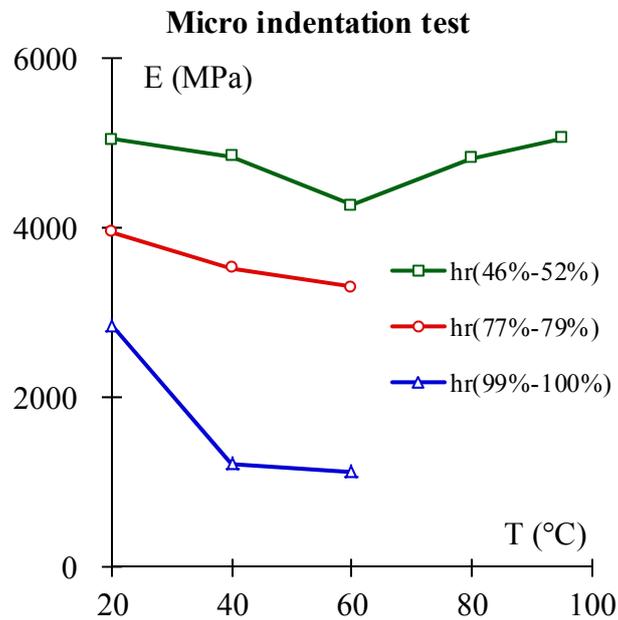


Fig. 4.15 Variations du module élastique (valeur moyenne) avec la température pour trois gammes de l'humidité relative.

### 4.3.2. Propriétés à la rupture

Les propriétés à la rupture sont étudiées à partir des essais de mini compression et de compression triaxiale conventionnelle. Sur la Fig. 4.16, nous avons tout d'abord présenté les valeurs de la contrainte et de la déformation axiale à la rupture (pic) avec l'humidité relative. Comme les essais à température ambiante, on observe clairement que la contrainte à la rupture diminue avec la saturation pour chaque température. Cependant, l'influence de la température sur la résistance mécanique n'est pas très nette avec une légère tendance de diminution de la résistance avec la température. Pour toutes les valeurs de température, la déformation axiale à la rupture diminue également avec l'augmentation de l'humidité relative, notamment pour 20°C et 40°C. Comme discuté au chapitre 3, ceci peut être lié à la déformation des plans de stratification. Quant à l'effet thermique, là non plus, on ne voit pas de tendance très nette sur la déformation à la rupture.

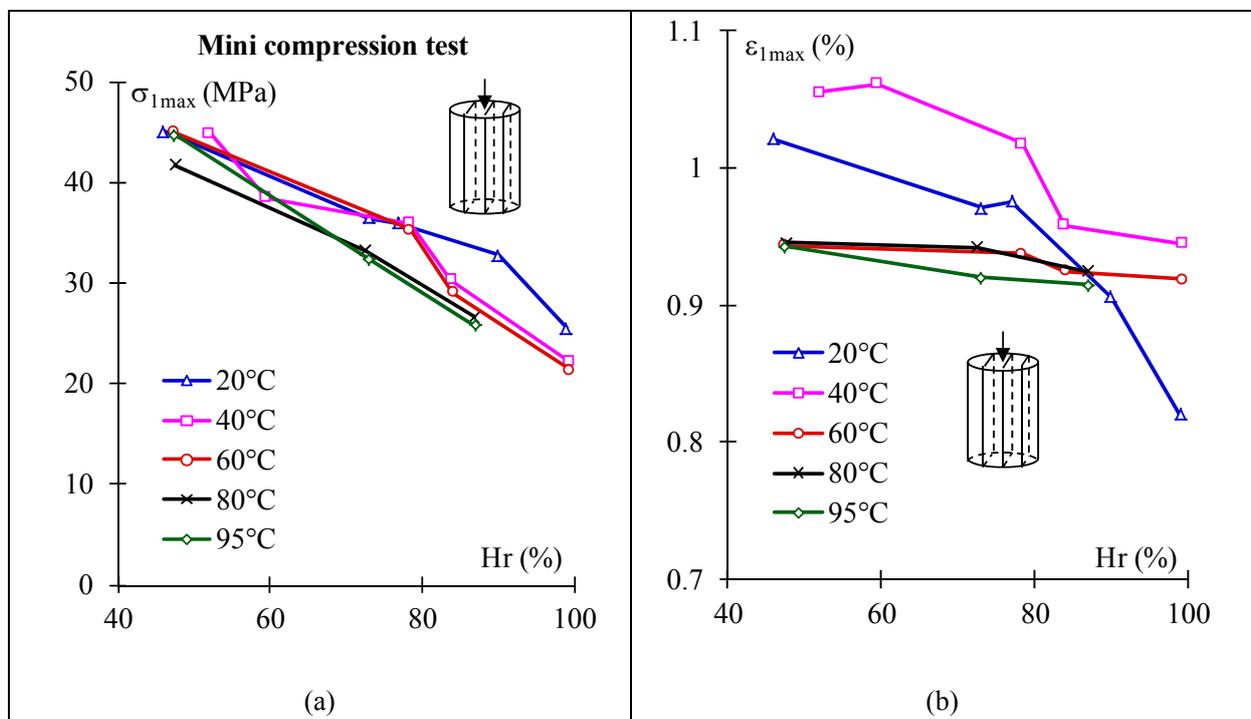


Fig. 4.16 Evolution de la contrainte (a) et de la déformation axiale (b) à la rupture lors des essais de mini compression en fonction de l'humidité relative et pour différents paliers de température.

Sur la Fig. 4.17, nous avons présenté les mêmes résultats en utilisant le degré de saturation. On ne voit pas non plus d'influences significatives de température sur les paramètres à la rupture. Afin de mieux cerner cet aspect, sur la Fig. 4.18 nous avons exprimé les paramètres à la rupture en fonction de la température pour les différentes gammes de l'humidité relative. On observe que pour toutes les gammes de HR, la contrainte à la rupture diminue légèrement mais régulièrement avec l'augmentation de la température excepté le cas de Hr50%. Quant à la déformation axiale à la rupture, celle-ci augmente entre 20°C et 40°C

puis diminue régulièrement. Il n'est facile à ce stade de donner des explications claires sur cette évolution. Ce qui est claire est que les paramètres à la rupture sont plus sensibles à la saturation qu'à la température.

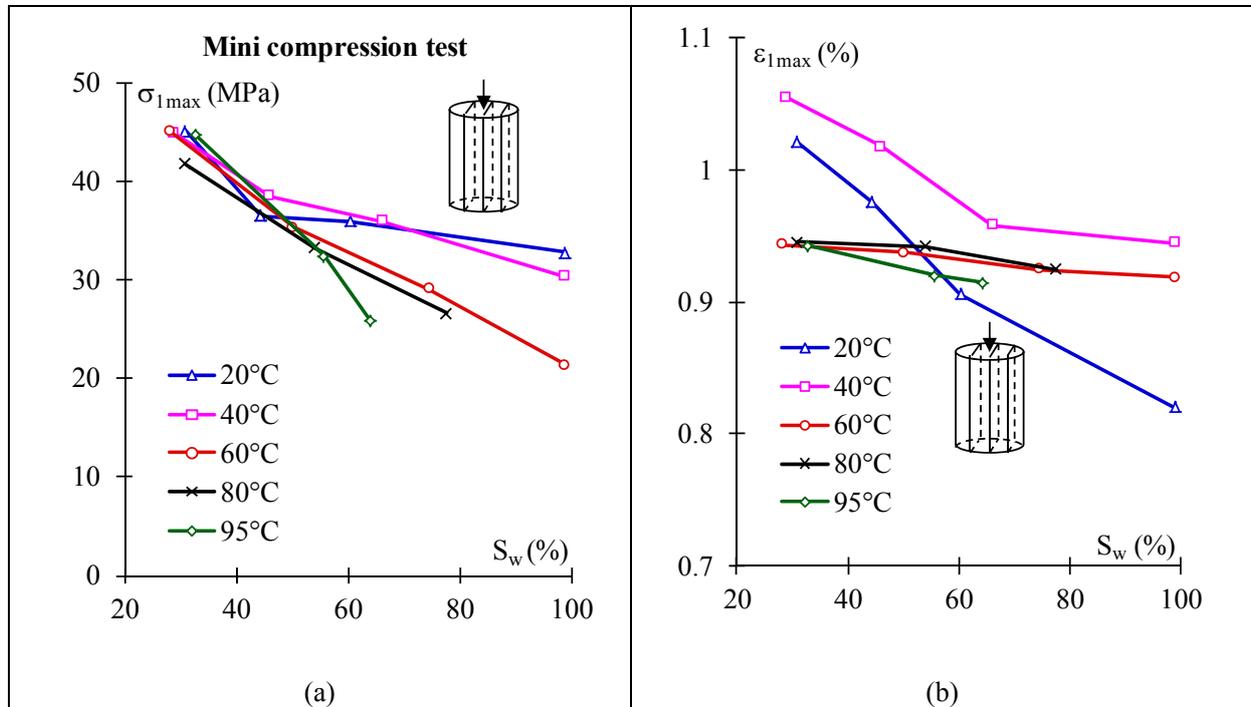


Fig. 4.17 Evolution de la contrainte (a) et de la déformation axiale (b) à la rupture lors des essais de mini compression en fonction de degré de saturation et pour différents paliers de température.

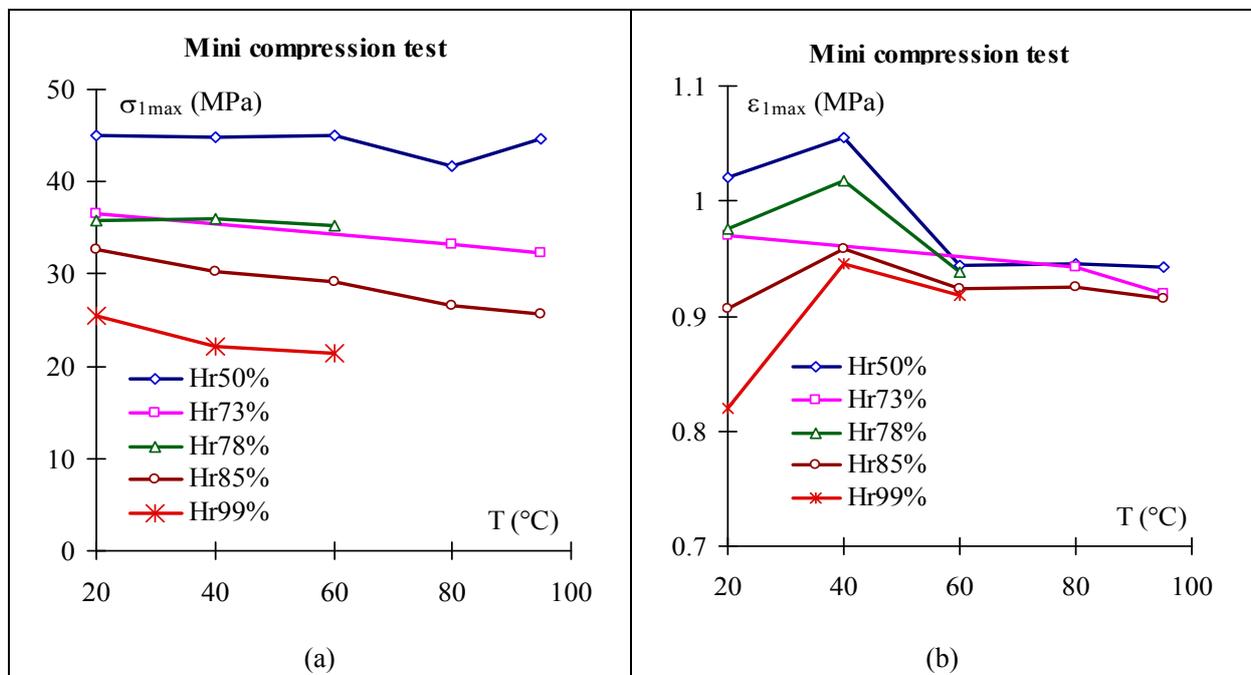


Fig. 4.18 Evolution de la contrainte (a) et de la déformation axiale (b) lors des essais de mini compression en fonction de la température pour différentes gammes d'humidité relative

Les contraintes à la rupture sont reportées dans le plan  $p-q$  en Fig. 4.19. A partir de ces données, il est possible de calculer le coefficient de frottement ( $\phi$ ) et la cohésion ( $C$ ) du matériau selon de critère de Mohr-Coulomb. Dans le tableau 4.5, nous avons donné les valeurs deux paramètres de rupture pour les trois valeurs de température. On note que la cohésion diminue avec l'augmentation de la température tandis que l'angle de frottement augmente. Il est bien évident qu'il faut prendre ce résultat avec la plus grande précaution car seulement un petit nombre d'essais aient été effectués ici. Des données expérimentales complémentaires sont nécessaires pour en tirer de conclusions définitives.

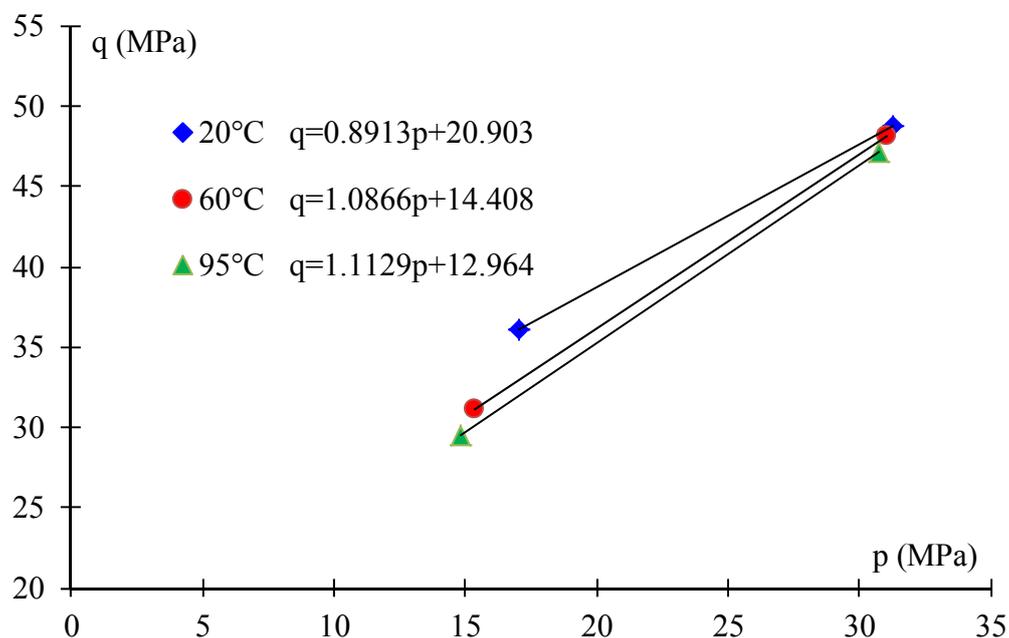


Fig. 4.19 Contraintes à la rupture dans le plan  $p-q$  avec la droite de régression linéaire pour les trois gammes de température.

Table 4.5 Valeurs de la cohésion et de l'angle de frottement pour différentes valeurs de température

Température (°C)	$c$ (MPa)	$\phi$ (°)
20	9,87	22,830
60	6,87	27,39
95	6,19	27,99

#### 4.4. Conclusion

L'objectif de ce chapitre était d'étudier l'influence de la température sur le comportement mécanique des argilites du Callovo – Oxfordien. Nous avons considéré différentes gammes de température (20°C, 40°C, 60°C, 80°C et 95°C) pour différentes valeurs de l'humidité relative (50%, 70%, 80%, 90% et 100%). Nous avons effectué des essais de micro indentation, de mini compression, de compression hydrostatique et de compression triaxiale à température et humidité contrôlées. Les résultats obtenus ont permis de faire les remarques suivantes :

- Les modules élastiques et la contrainte à la rupture diminuent légèrement mais régulièrement avec l'augmentation de température.
- La déformation axiale à la rupture augmente puis diminue avec l'augmentation de température.
- La cohésion diminue tandis que l'angle de frottement augmente avec l'augmentation de température.
- Les propriétés élastiques et à la rupture sont plus sensibles à la saturation qu'à la température dans les gammes étudiées.

## Chapitre 5 Etude de l'influence de la composition minéralogique

Des investigations géologiques ont montré que les compositions minéralogiques varient en fonction de la profondeur dans la formation du Callovo – Oxfordien (Fig. 2.8). En vue des modélisations THM couplée à l'échelle du site de stockage, il est important d'étudier la variabilité des propriétés mécaniques dans la formation du Cox, soit en fonction des compositions minéralogiques des argilites. Dans cette étude, selon la disponibilité des carottes, nous avons choisi d'étudier les carottes d'argilites issues de trois profondeurs dont les compositions minéralogiques ont été présentées dans le chapitre 2. Pour chaque profondeur, nous proposons de réaliser des essais de micro-indentation et de mini compression pour les cinq gammes d'humidité relative (50%, 70%, 80%, 90% et 100%). En revanche, seule la direction de chargement parallèle aux plans de stratification sera considérée. Les identifications géologiques des trois profondeurs sont données dans tableau 5.1. Il faut noter que les résultats obtenus dans ce chapitre permettront la validation des modèles mésomécaniques à proposer dans le chapitre 6.

Tableau 5.1 Identification des trois profondeurs choisies

	Carottes	Forage	Profondeur (m)
Profondeur 1	EST30369-30370-30371 (490 m)	OHZ1203	De 490.08 à 490.30
Profondeur 2	EST22532-22533-22537 (503 m)	PPA39	De 503.24 à 503.43
Profondeur 3	EST30447 (522m)	OHZ1204	De 521.89 à

### 5.1. Composition minéralogique

La description des compositions minéralogiques notamment celle de la fraction argileuse pour les trois grammes de profondeur sont données dans le tableau 5.2 et 5.3. On observe que la quantité de quartz et de calcite augment avec l'augmentation de la profondeur entre 490m et 522m tandis que celle d'argile diminue. Les variations minéralogiques sont également illustrées dans les Fig. 5.1. Il faut noter que la présence de smectite rend les argilites très sensibles à la saturation en eau. Sur la Fig. 5.1 (b), on constate que la quantité de smectite diminue avec l'augmentation de la profondeur.

Tableau 5.2 Compositions minéralogiques pour les trois gammes de profondeurs.

	Clay	Quartz	Carbonate
Profondeur 1	58	23	19
Profondeur 2	51	24	25
Profondeur 3	46	26	28

Tableau 5.3 Compositions minéralogiques de la phase argileuse déterminées à partir de la diffraction au rayon X des échantillons naturels, saturés à l'éthylène-glycol et chauffés

	Illite (%)	Chlorite (%)	Expanded mineral (%) Sm + (10-14S)	Kaolin (%)
Profondeur 1	56	3.7	26.3	14
Profondeur 2	57.3	3.7	22	17
Profondeur 3	54	10	21	15

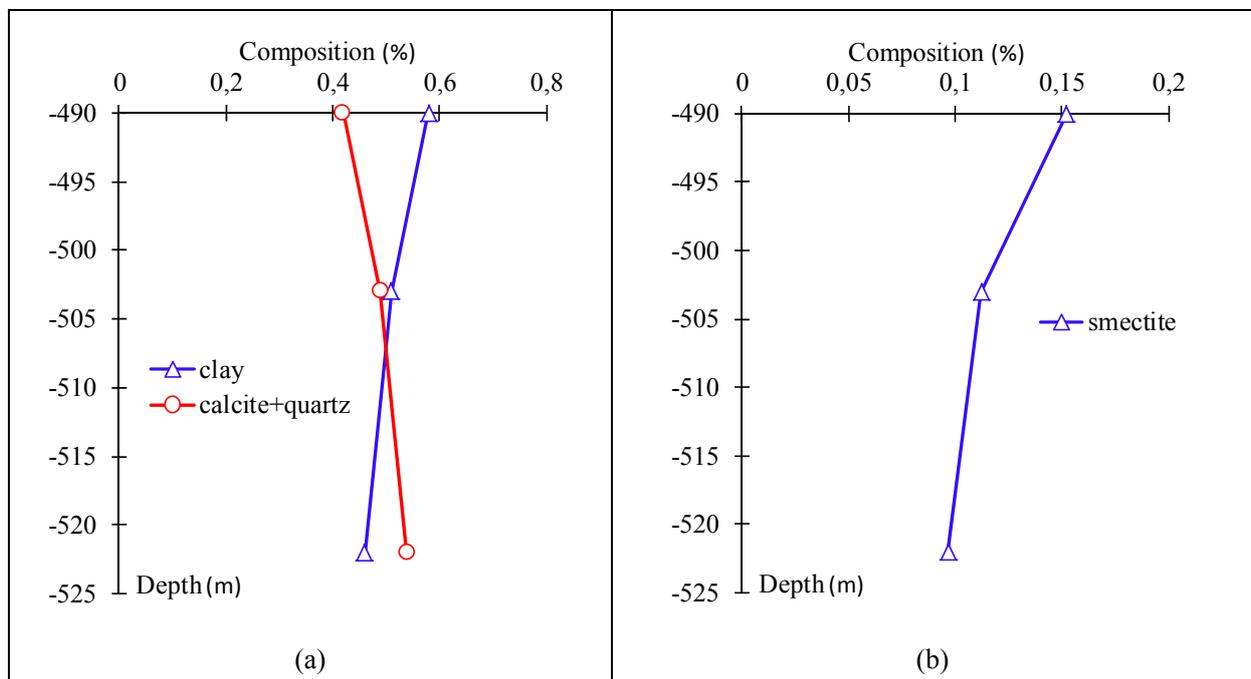


Fig. 5.1 Compositions minéralogiques en fonction de la profondeur : (a) calcite, quartz and argile; (b) smectite

## 5.2 Résultats des essais en fonction de profondeur

Dans ce paragraphe, nous présentons les résultats expérimentaux issus des essais de micro-indentation et de mini compression effectués sur les carottes issues des trois profondeurs différentes. Nous allons mettre en évidence la variabilité des propriétés mécaniques en fonction de profondeur.

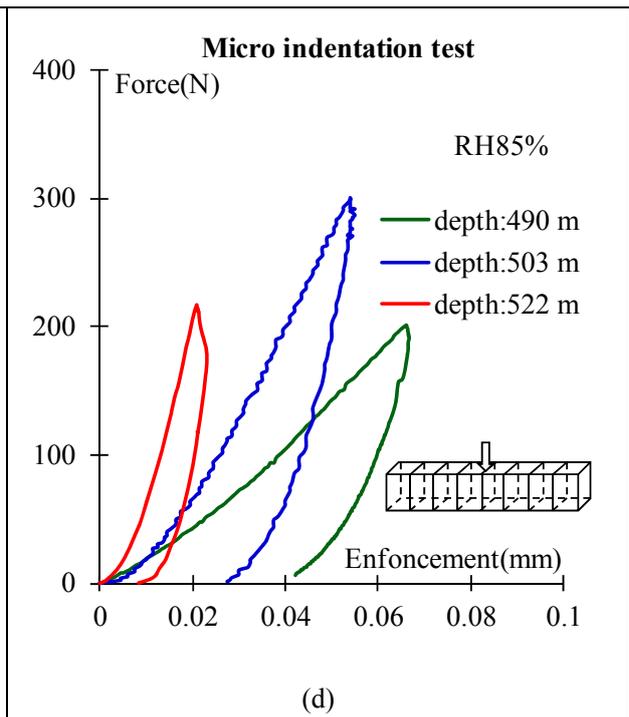
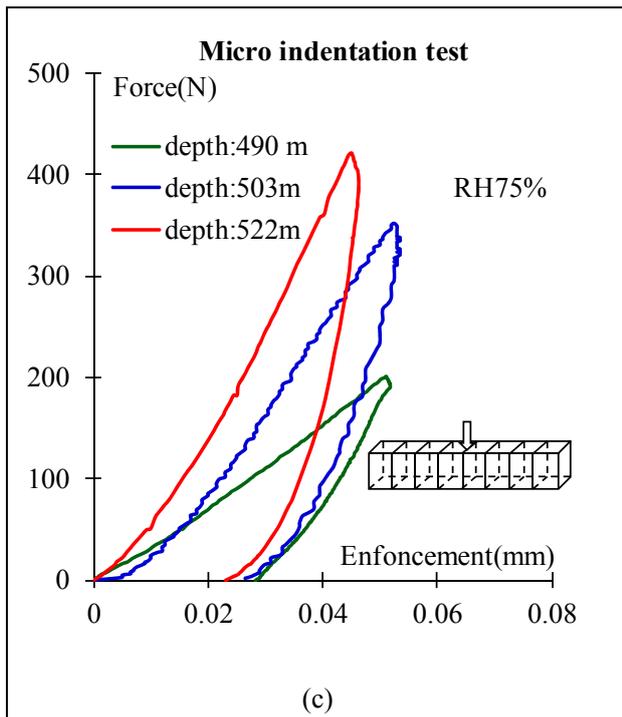
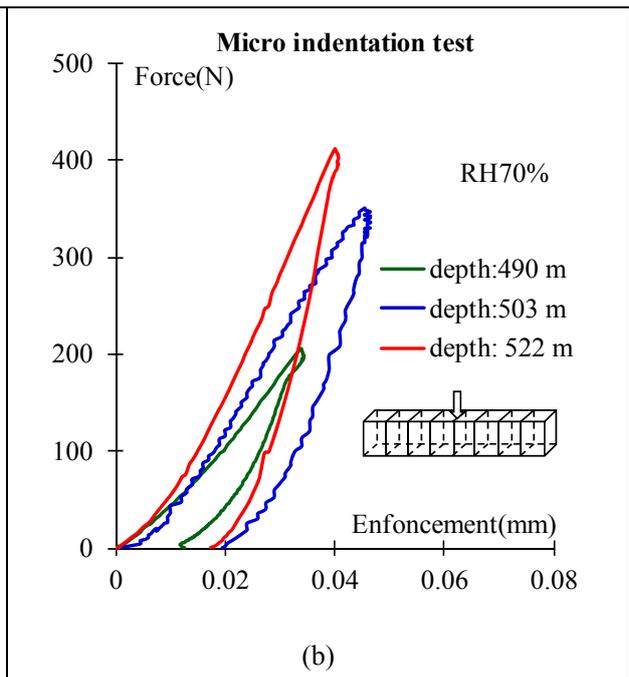
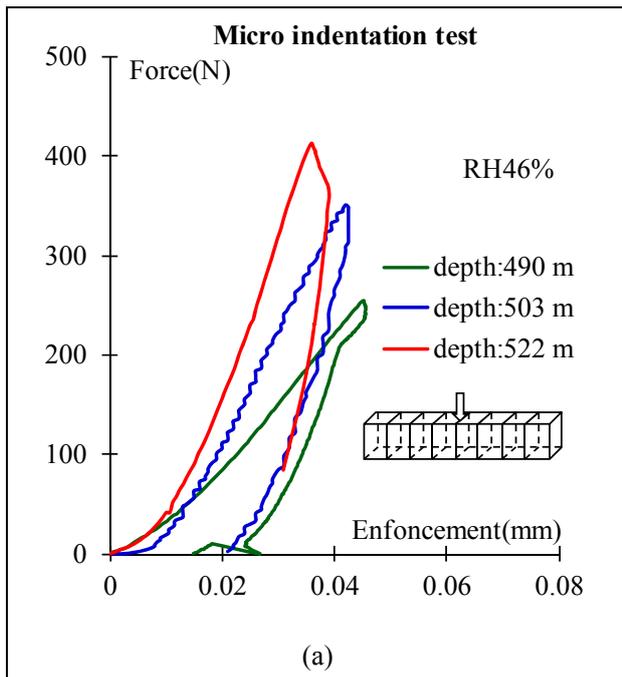
### 5.2.1. Propriétés élastiques initiales

Les propriétés élastiques sont déterminées à partir des essais de micro-indentation. Afin de pouvoir plus facilement comparer les résultats en fonction de la profondeur, on présente les courbes de force – enfoncement sur la Fig. 5.2. Sur cette figure, nous pouvons clairement observer une forte différence de la raideur élastique entre les trois profondeurs, ce pour toutes les valeurs d'humidité relative.

Tableau 5.4 Module d'élasticité pour les essais de micro-indentation sous humidité relative contrôlée pour les trois séries de profondeur.

490 m	RH	44%	55%	75%	78%	89%	99%
	$E(MPa)$ (moyen)	4338	4086	3303	2455	2034	1462
503 m	RH	46%	59%	73%	77%	90%	99%
	$E(MPa)$ (moyen)	5056	×	4373	3956	3347	2850
522 m	RH	44%	55%	72%	78%	87%	99%
	$E(MPa)$ (moyen)	7434	7195	6278	6019	5539	4836

En utilisant la méthode de dépouillement présenté au chapitre 3, le module élastique initial est déterminé à partir des essais de micro-indentation. La variation du module élastique en fonction de l'humidité relative et de la profondeur est présentée dans le tableau 5.4 et d'avantage illustrée sur les Fig. 5.3 et Fig. 5.4. Pour chaque profondeur, la tendance de diminution du module élastique avec l'augmentation de l'humidité relative est de nouveau confirmée. Sur la Fig. 5.4, on peut observer que le module élastique augmente avec la profondeur pour les cinq gammes d'humidité relative. Ces résultats sont en concordance avec les teneurs en argile et en smectite en fonction de la profondeur (Fig. 5.1).



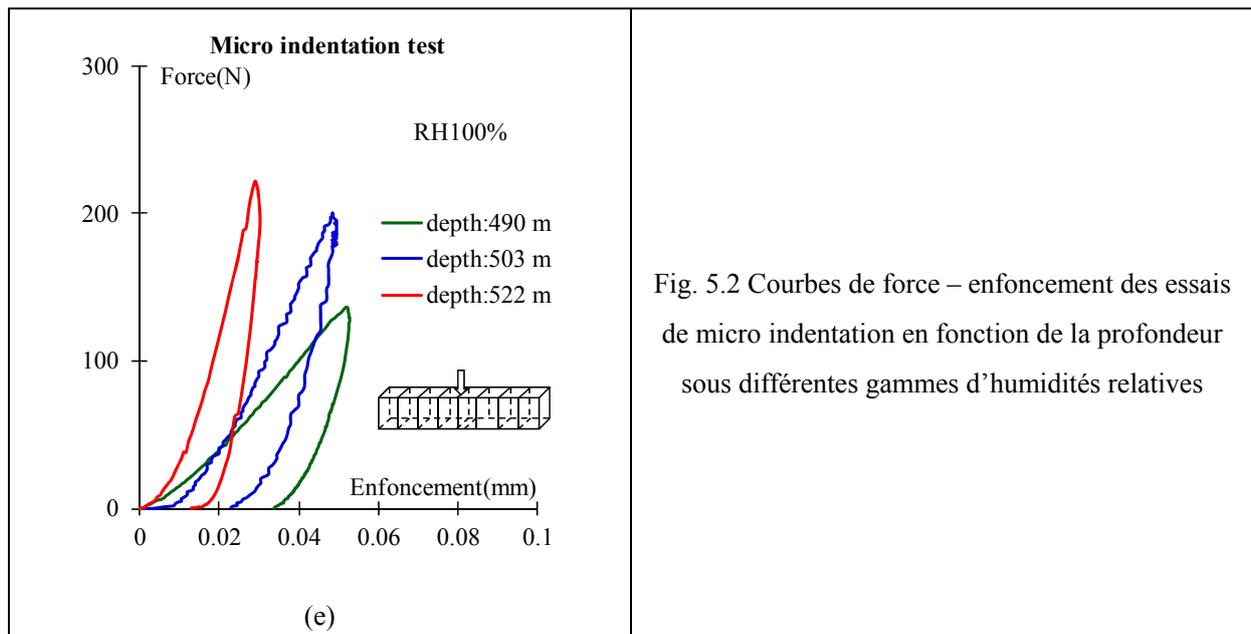


Fig. 5.2 Courbes de force – enfoncement des essais de micro indentation en fonction de la profondeur sous différentes gammes d’humidités relatives

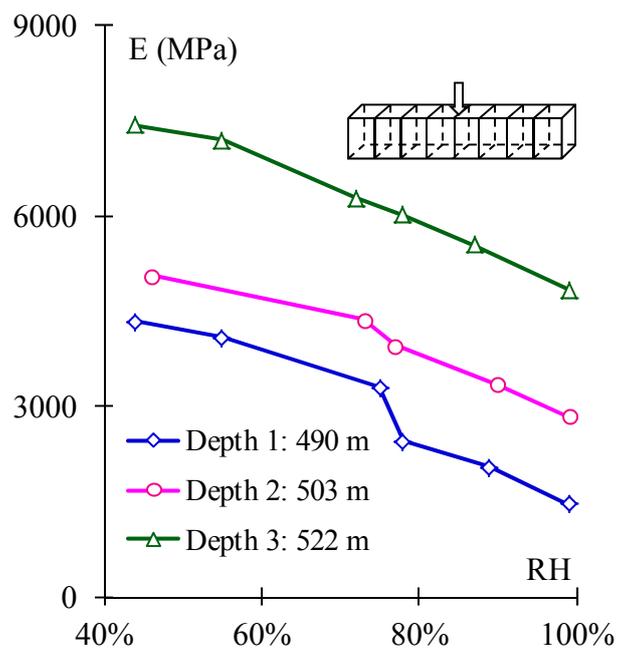


Fig. 5.3 Variations du moulu élastique en fonction de l’humidité relative issues des essais de micro indentation pour les trois profondeurs.

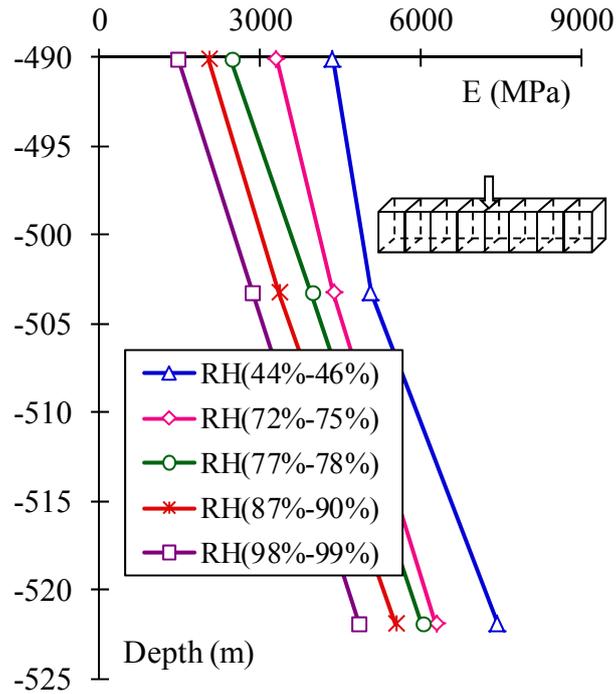
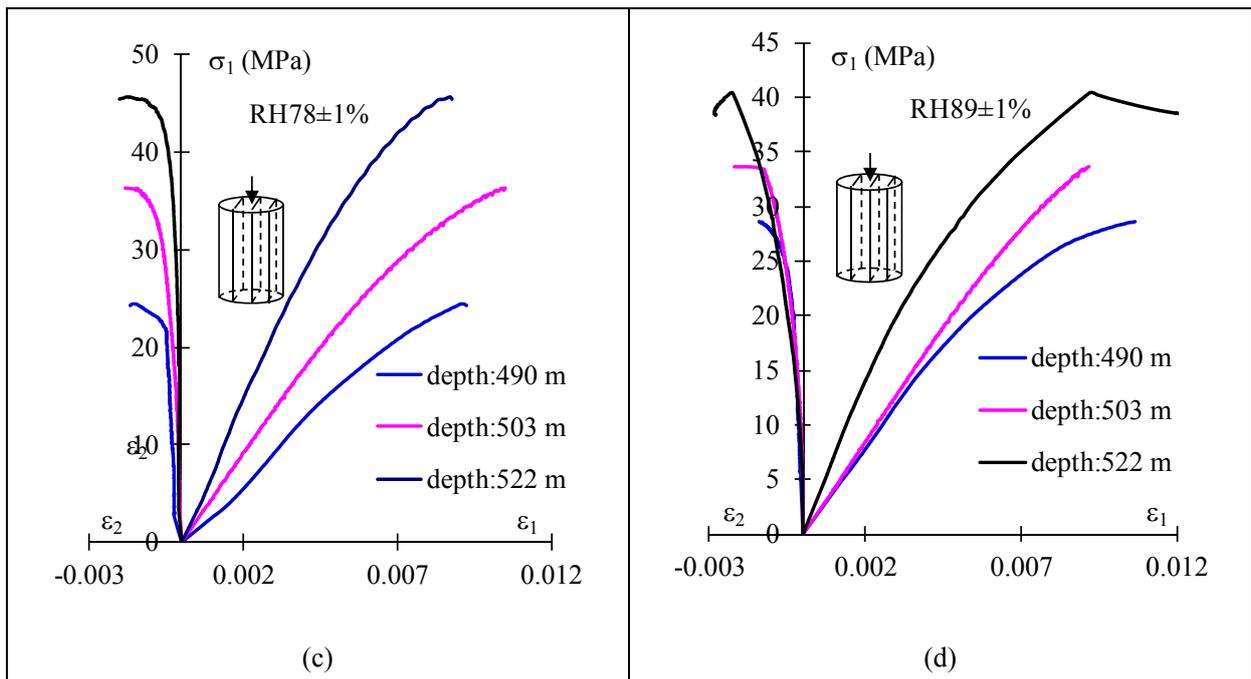
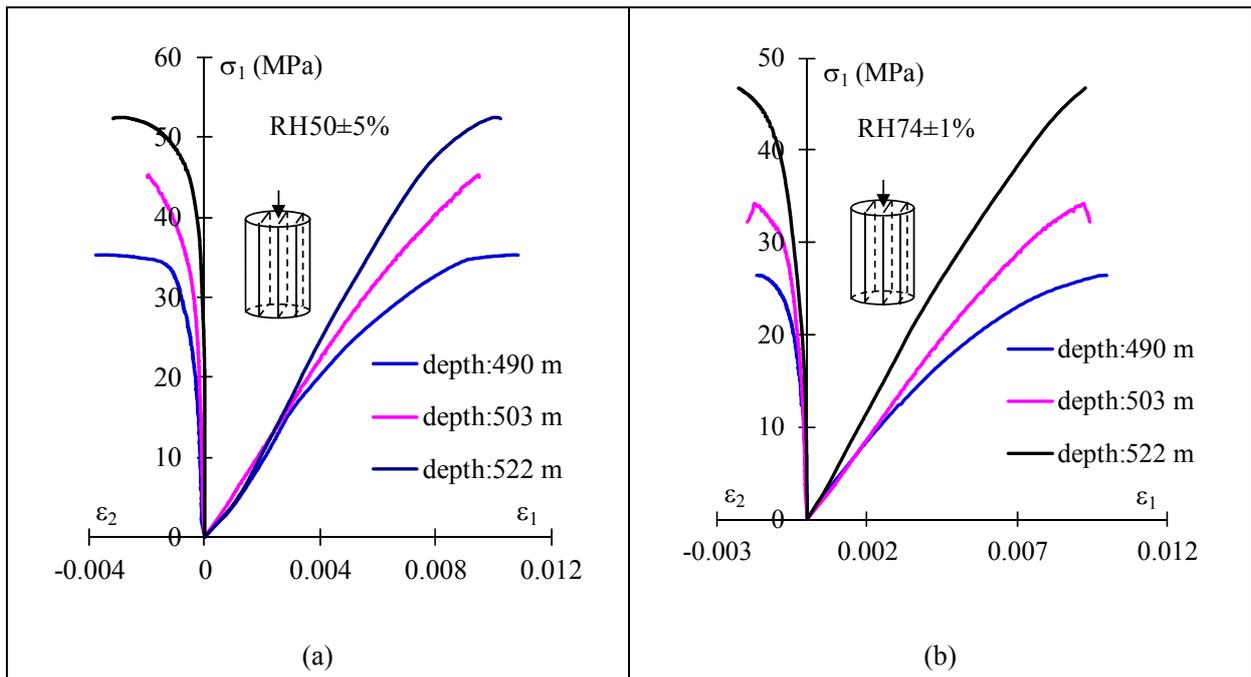


Fig. 5.4 Variations du module élastique issues des essais de micro indentation en fonction de la profondeur pour cinq gammes d'humidité relative.

### 5.2.2. Propriétés à la rupture

Les propriétés à la rupture sont étudiées à partir des essais de mini compression. Afin d'avoir une vision globale du comportement globale des argilites, sur la Fig. 5.5, nous avons présenté les courbes de contrainte/déformation pour les échantillons issus des trois profondeurs. On note que, pour toutes les gammes d'humidité relative, l'argilite issue de la profondeur de 490m présente la plus faible résistance mécanique et la plus grande déformation. Nous présentons sur la Fig. 5.6 les valeurs de la contrainte et de la déformation axiale à la rupture en fonction de l'humidité relative et avec les comparaisons entre les trois profondeurs. On observe que pour toutes les profondeurs, la résistance et la déformation à la rupture diminuent quand l'humidité relative augmente. En plus on a les mêmes tendances de variations pour les trois profondeurs. Sur la Fig. 5.7, les variations des paramètres de rupture sont exprimées en fonction de la profondeur. On peut observer une nette influence de la profondeur sur ces paramètres. En particulier, la contrainte à la rupture augmente avec la profondeur. Sur la Fig. 5.7 (b), on note que pour les gammes d'humidité relative de 50% et 75%, la déformation axiale à la rupture diminue avec la profondeur. En revanche, pour les cas à saturation élevée (HR80%, 90% et 99%), cette déformation peut augmenter avec la profondeur. Ce phénomène pourrait indiquer que l'influence de la profondeur sur la déformation axiale est plus visible pour l'humidité relative faible.



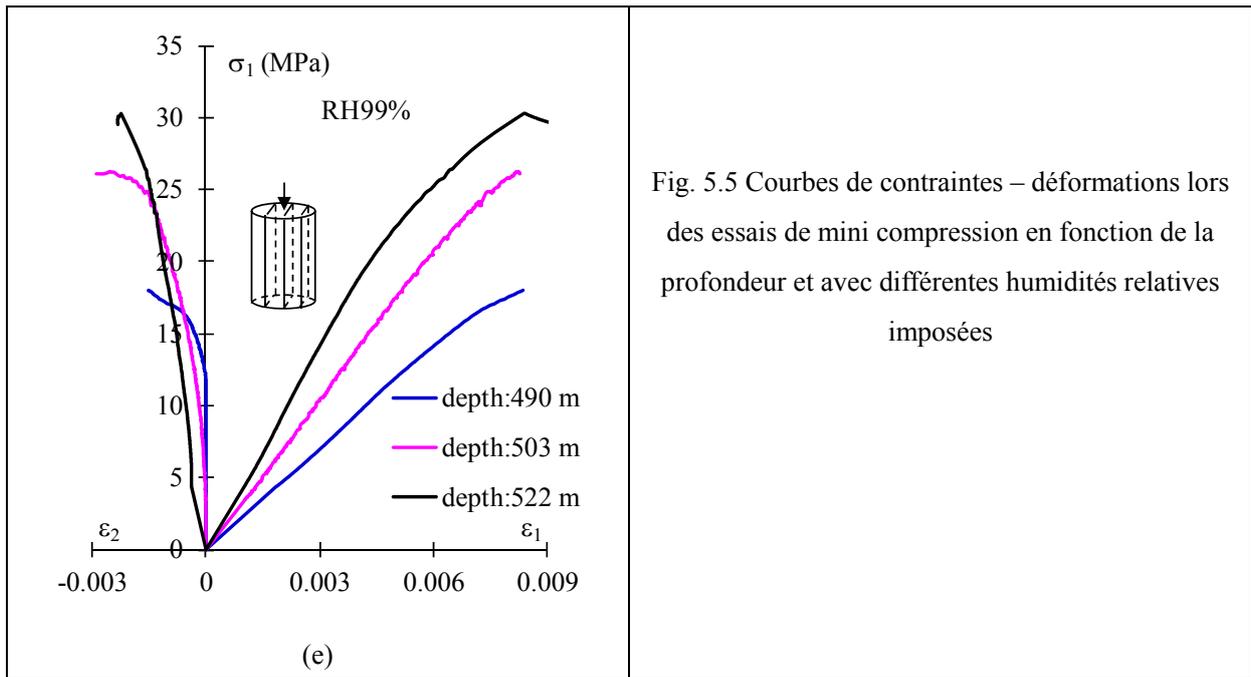
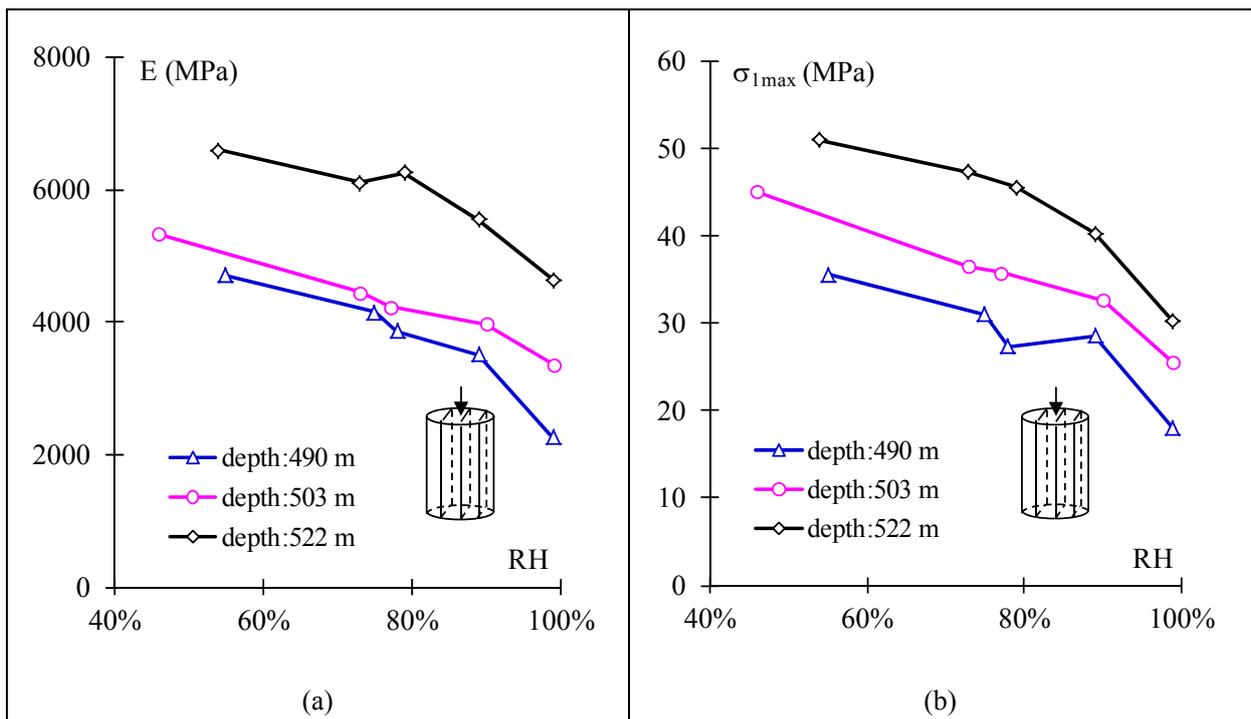


Fig. 5.5 Courbes de contraintes – déformations lors des essais de mini compression en fonction de la profondeur et avec différentes humidités relatives imposées



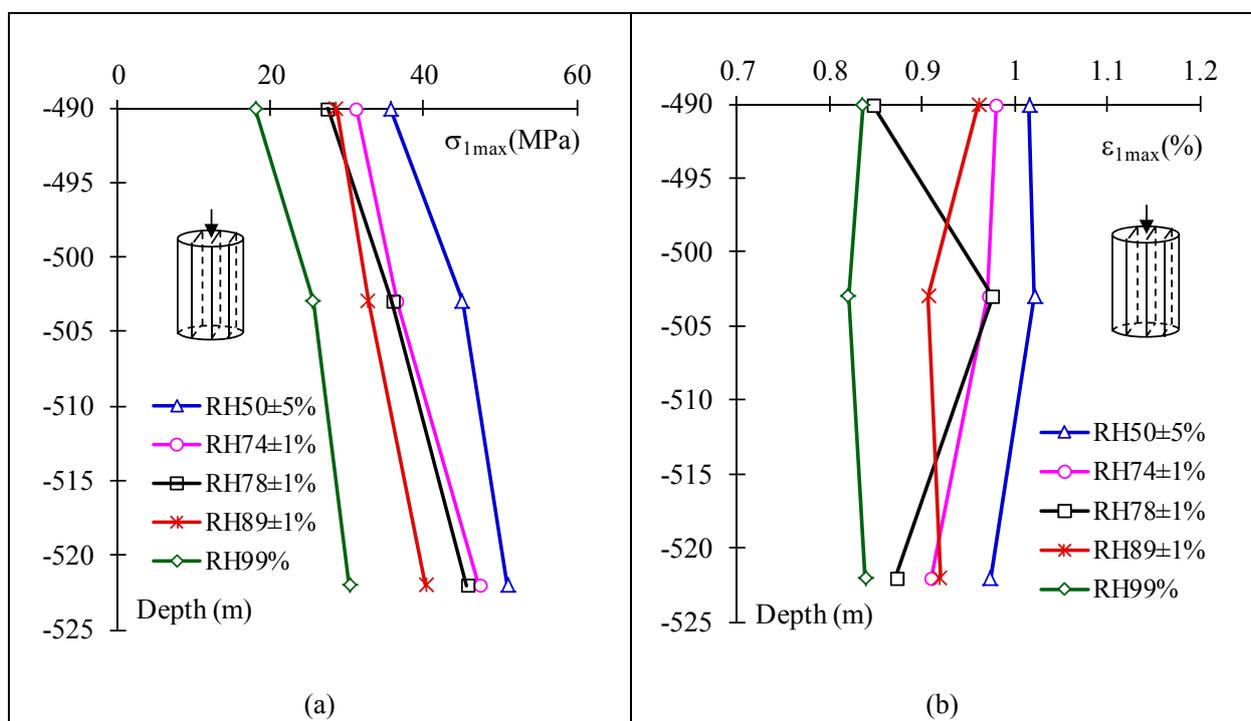
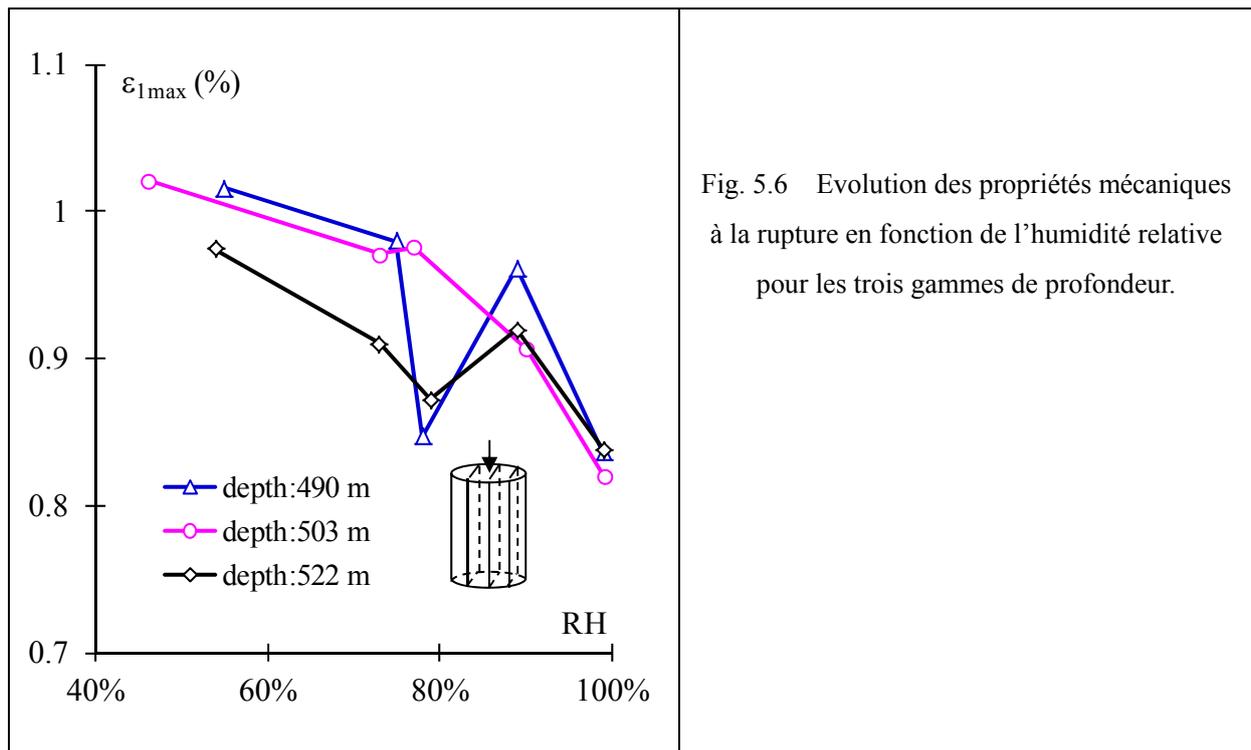


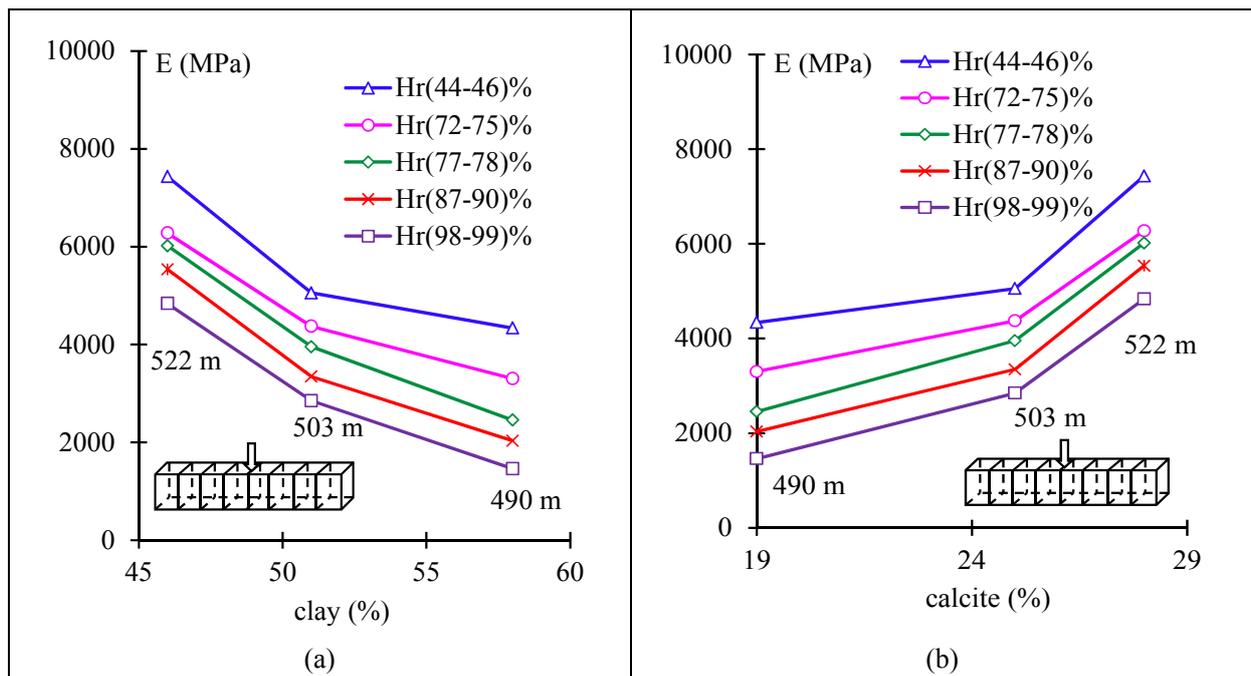
Fig. 5.7 Evolution des paramètres à la rupture en fonction de la profondeur pour cinq valeurs d'humidité relative : (a) Résistance à la rupture, (b) Déformation axiale maximale.

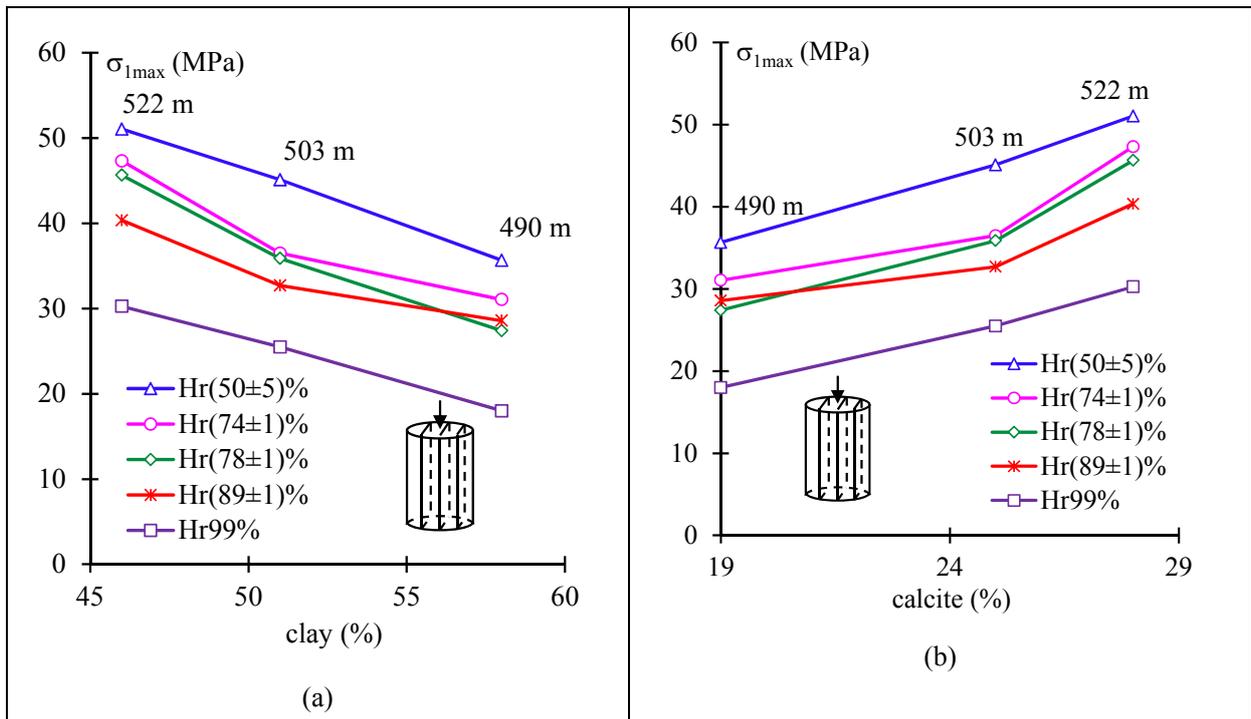
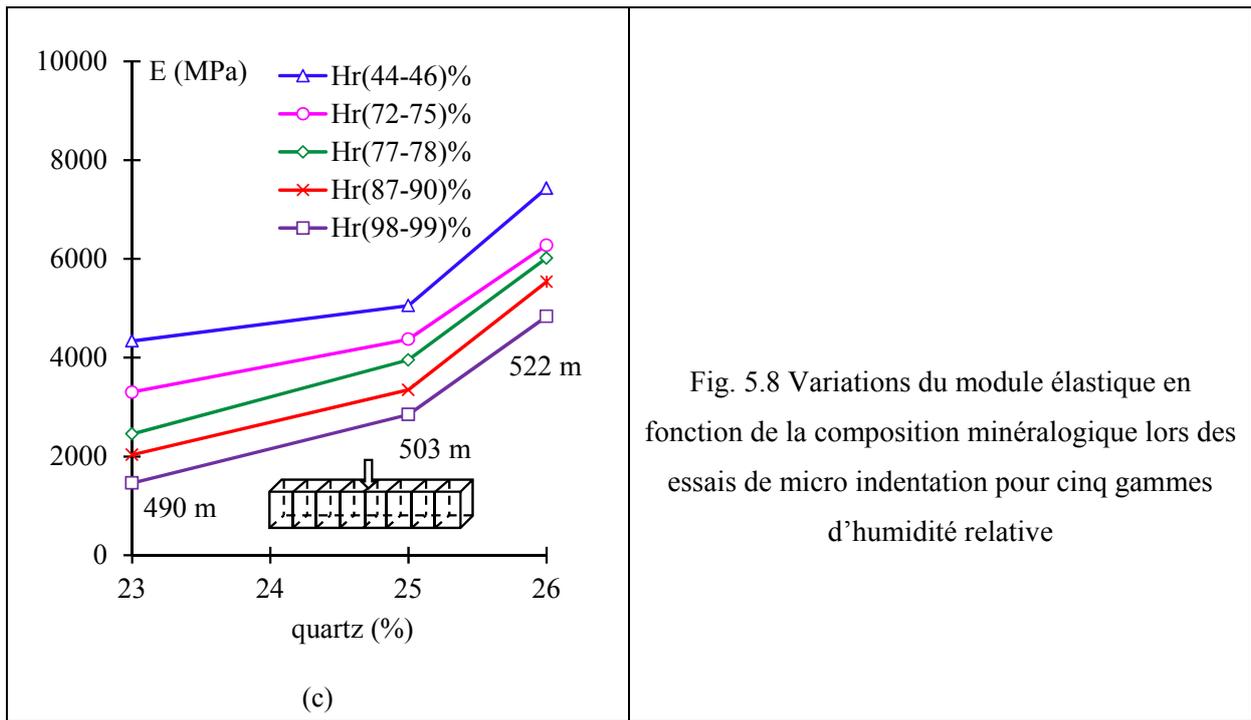
### 5.3. Influence de la composition minéralogique

Les résultats présentés précédemment sont maintenant interprétés par rapport à la composition minéralogique. Pour ce faire, nous utilisons les résultats obtenus au chapitre 2 sur la composition minéralogique des argilites du Cox. L'objectif ici est de mettre évidence les liens entre composition minéralogique et les principales propriétés mécaniques. Pour des raisons de simplicité, seules les trois principales phases (calcite, quartz et argile) seront considérées.

Les variations du module élastique en fonction de la composition minéralogique sont présentées sur la Fig. 5.8 pour les essais de micro indentation. Nous observons que le module élastique diminue avec l'augmentation d'argile contenue et augmente avec l'augmentation de calcite et de quartz.

Pour les paramètres à la rupture, soit la résistance et la déformation axiale à la rupture, leurs variations en fonction de la composition minéralogique sont présentées sur la Fig. 5.9 et 5.10. Nous observons que la résistance à la rupture diminue avec l'augmentation d'argile et augmente avec la teneur en calcite et quartz, ceci pour toutes les gammes d'humidité relative. Quant à la déformation axiale à la rupture, celle-ci augmente avec la teneur en argile et diminue avec les fractions de calcite et quartz, pour les gammes d'humidité relative à 50% et 75%. En revanche, pour les séries d'humidité relative à 80%, 90% et 99%, on ne peut pas observer de tendance nette dans les variations de la déformation axiale avec les compositions minéralogiques.





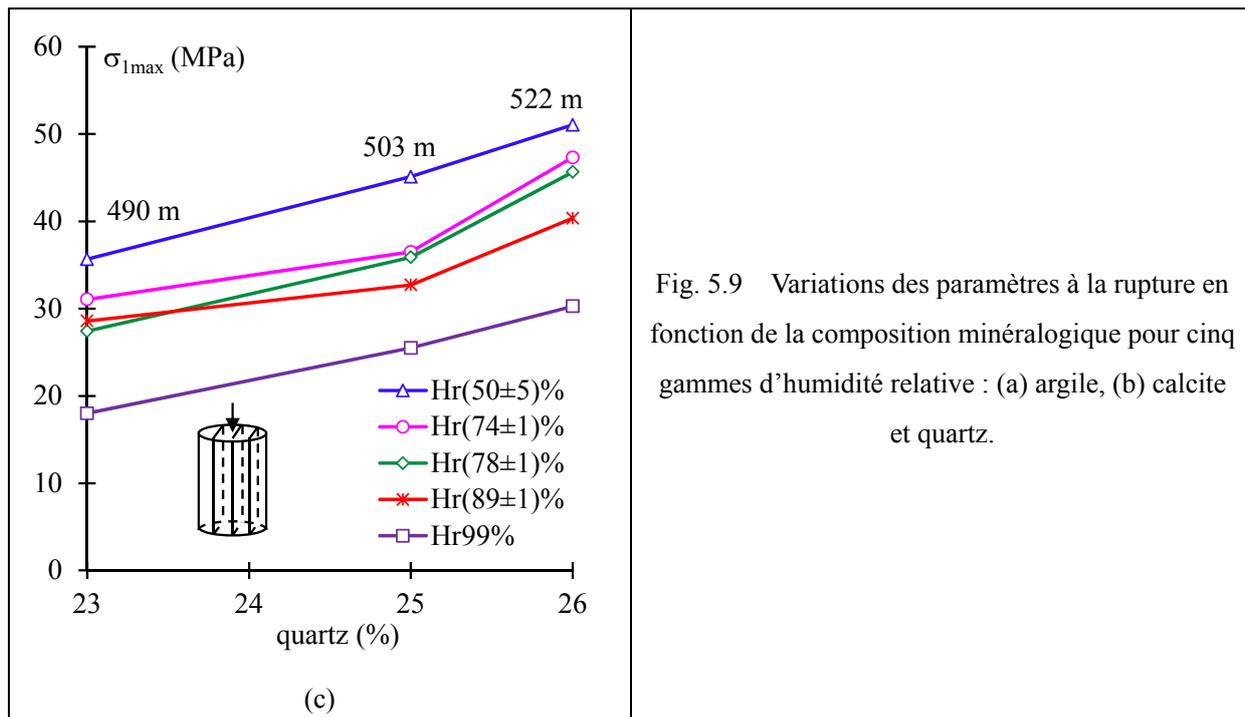
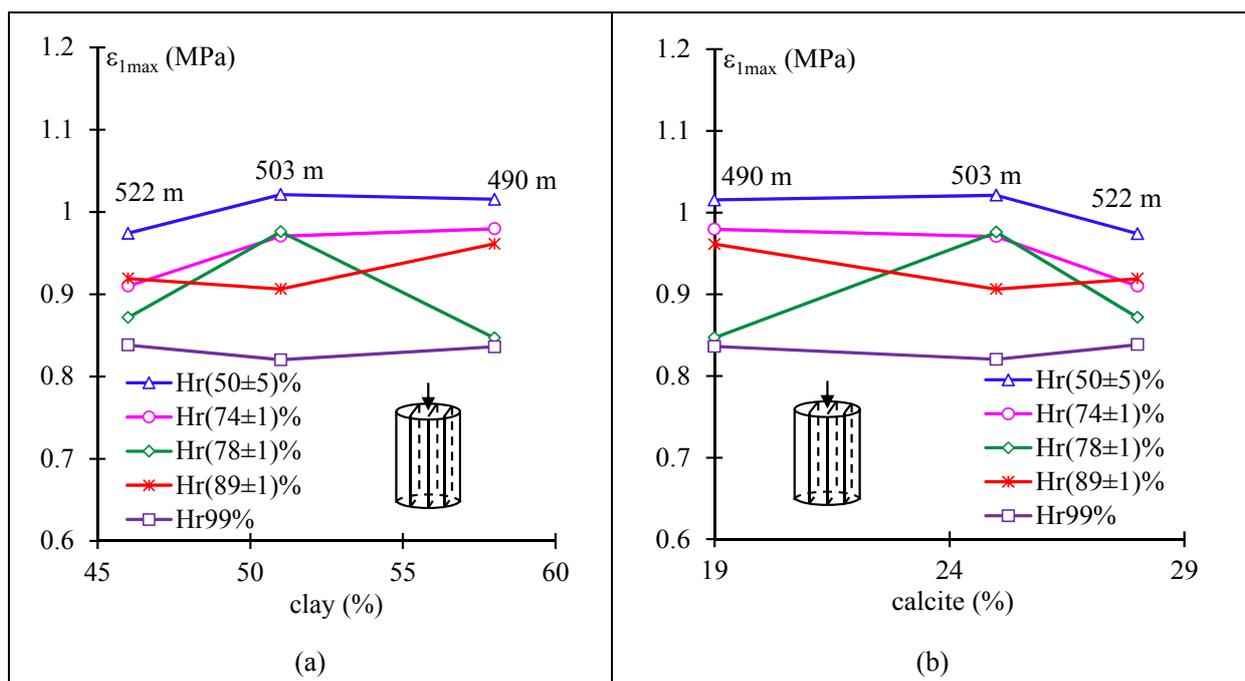


Fig. 5.9 Variations des paramètres à la rupture en fonction de la composition minéralogique pour cinq gammes d'humidité relative : (a) argile, (b) calcite et quartz.



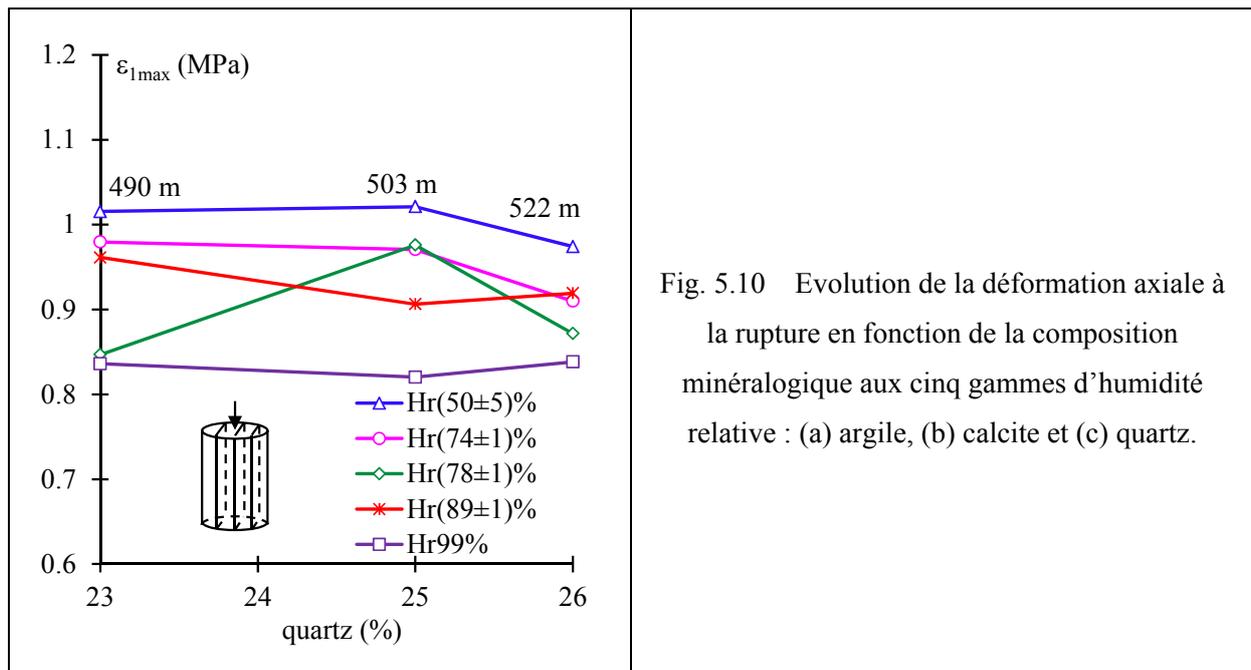


Fig. 5.10 Evolution de la déformation axiale à la rupture en fonction de la composition minéralogique aux cinq gammes d'humidité relative : (a) argile, (b) calcite et (c) quartz.

## 5.4 Conclusion

L'objectif de ce chapitre était d'étudier l'influence de la profondeur sur le comportement mécanique des argilites du Callovo – Oxfordien. Pour cela, une série d'essais à été effectuée pour les trois gammes de profondeur différentes en humidité relative contrôlée.

Les résultats obtenus ont permis de montrer une nette influence de la profondeur sur le comportement mécanique des argilites. En association avec les analyses minéralogiques, l'influence de la profondeur peut être expliquée par la variation de la composition minéralogique:

- Le module élastique et la contrainte à la rupture augmentent avec la profondeur, soit l'augmentation des phases en calcite et en quartz.
- La déformation axiale à la rupture diminue avec la profondeur, particulièrement à l'humidité relative faible (50% et 75%) ; Ceci est essentiellement dû à diminution de teneur en argiles.
- La teneur en argile est un facteur crucial pour le comportement mécanique des argilites. La phase argileuse développe d'importante déformation plastique et est très sensible à la saturation en eau.

## Chapitre 6 Modélisation mésoscopique

Dans ce chapitre, nous présentons une extension d'un modèle mésomécanique à la description du comportement mécanique des argilites du Cox avec la prise en compte des influences de la saturation. Le modèle mésomécanique a été formulé en utilisant l'approche incrémentale de Hill [Hill, 1965 ; Guéry, 2007] dans le cadre d'homogénéisation non linéaire.

Dans ce modèle, l'argilite est schématisé par un milieu composite triphasé, constitué de grains de quartz et de calcite dispersés dans une matrice argileuse. L'extension proposée ici consiste à prendre en compte les effets hydriques sur le mécanisme de déformation plastique de la matrice argileuse. En effet, on supposera que les comportements mécaniques des grains de quartz et calcite ne sont pas sensibles à la teneur en eau. Dans une première approche, l'effet hydrique sur la plasticité de la matrice argileuse sera pris en compte par la pression capillaire. Une contrainte effective généralisée sera alors utilisée pour décrire l'impact de la pression capillaire sur la déformation plastique. Après avoir déterminé les paramètres du modèle, des comparaisons entre simulations numériques et les données expérimentales seront présentés.

### 6.1. Principe de l'Approche incrémentale

Nous rappelons ici les grandes lignes de l'approche incrémentale de Hill [Hill, 1965], adaptée ici à la modélisation de l'argilite du Cox.

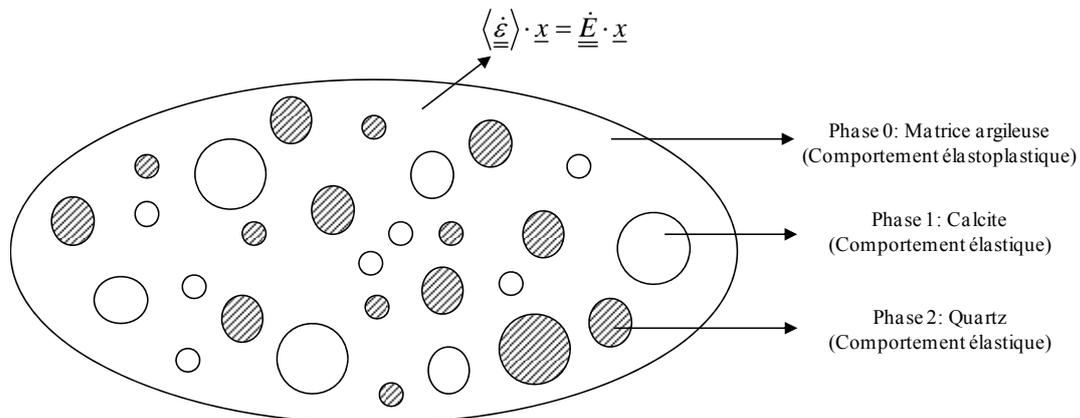


Fig.6.1 Schéma du volume élémentaire représentatif de l'argilite du Callovo – Oxfordien [Guéry et al., 2008].

L'argilite du Cox est considéré comme un matériau hétérogène à trois phases, constitué de grains de quartz et de calcite qui sont immergés de façon aléatoire dans la matrice argileuse. Ainsi, le volume élémentaire représentatif (VER) de l'argilite est illustré dans la Fig. 6.1. L'approche incrémentale proposée par Hill (1965) consiste à déterminer un opérateur

tangent macroscopique en se basant sur des lois de comportement locales des phases constituantes.

La forme incrémentale de la loi de comportement locale s'écrit alors :

$$\underline{\underline{\dot{\sigma}}}(\underline{z}) = \mathbb{L} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}(\underline{z}) \quad (6.1)$$

$\underline{\underline{\dot{\sigma}}}(\underline{z})$  et  $\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}(\underline{z})$  sont respectivement les champs locaux de contrainte et de déformation.

Par ailleurs, le champ de déformation local sera relié à celui macroscopique par la loi de localisation :

$$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}(\underline{z}) = \mathbb{A}(\underline{z}) : \underline{\underline{\dot{E}}} \quad (6.2)$$

Le tenseur d'ordre 4,  $\mathbb{A}(\underline{z})$ , désigne l'opérateur tangent de localisation des déformations dont la forme dépend du schéma d'homogénéisation adopté. En faisant la moyenne volumique des contraintes, la loi de comportement macroscopique s'écrit :

$$\underline{\underline{\dot{\Sigma}}} = \langle \underline{\underline{\dot{\sigma}}}(\underline{z}) \rangle = \mathbb{L}^{\text{hom}} : \underline{\underline{\dot{E}}} \quad (6.3)$$

L'opérateur tangent macroscopique est déterminé par :

$$\mathbb{L}^{\text{hom}} = \langle \mathbb{L} : \mathbb{A} \rangle \quad (6.4)$$

Cependant, comme les champs locaux de contraintes et de déformation sont généralement non uniformes au sein de chaque phase, il est quasiment impossible de déterminer analytiquement la moyenne précédente. Des hypothèses simplificatrices sont souvent admises. Tout d'abord, en tout point  $\underline{z}$  d'une phase ( $r$ ) donnée, la relation liant les taux de déformation au taux de contrainte peut être approchée par :

$$\forall \underline{z} \in (r), \quad \underline{\underline{\dot{\sigma}}}(\underline{z}) = \mathbb{L}_r(\underline{\underline{\varepsilon}}_r) : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}(\underline{z}) \quad (6.5)$$

$\mathbb{L}_r(\underline{\underline{\varepsilon}}_r)$  est déterminé pour un état de déformation dit de référence,  $\underline{\underline{\varepsilon}}_r$ , qui est généralement prise comme la moyenne des déformations dans la phase ( $r$ ). Cette simplification implique que l'opérateur tangent de chaque phase est uniforme. La relation incrémentale de localisation se simplifie alors sous la forme :

$$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_r = \mathbb{A}_r : \underline{\underline{\dot{E}}} \quad (6.6)$$

où  $\mathbb{A}_r$  est l'opérateur tangent de localisation des déformation moyennes par phase  $\underline{\underline{\varepsilon}}_r$ . Il faut noter que cette hypothèse constitue le principal défaut de la méthode incrémentale, conduisant souvent à des réponses trop raides.

En utilisant le schéma de Mori – Tanaka [Mori et Tanaka, 1973] en tenant compte de la morphologie d'un système inclusions- matrice, l'opérateur tangent de location ( $\mathbb{A}_r$ ) prend la forme analytique suivante :

$$\mathbb{A}_r = \left[ \mathbb{I} + \mathbb{P}_{I_r}^0 : (\mathbb{L}_r - \mathbb{L}_0) \right]^{-1} : \left[ \sum_r f_r \mathbb{A}_r^0 \right]^{-1} \quad (6.7)$$

$\mathbb{P}_{I_r}^0$  est le tenseur de Hill dépendant de la forme de l'ellipsoïde ( $I_r$ ) et de son orientation et des propriétés tangentés ( $\mathbb{L}_0$ ) de la matrix argileuse. Et les grains de calcite et de quartz ayant la même morphologie, on notera  $\mathbb{P}_{I_1}^0 = \mathbb{P}_{I_2}^0 = \mathbb{P}_I^0$ , avec  $\mathbb{P}_I^0 = \mathbb{S}^E(\mathbb{L}_0) : \mathbb{L}_0^{-1}$  ( $\mathbb{S}^E$  est le tenseur d'Eshelby). A cause de l'anisotropie de l'opérateur tangent de la matrice ( $\mathbb{L}_0$ ), la détermination du tenseur de Hill ( $\mathbb{P}_{I_r}^0$ ) nécessite un recours à des calculs numériques [Ghahremani, 1977 ; Gavazzi et Lagoudas, 1990].

Avec la simplification faite, on peut déterminer l'opérateur tangent homogénéisé comme suit :

$$\mathbb{L}^{\text{hom}} = \sum_r f_r \mathbb{L}_r : \mathbb{A}_r, r = 0, 2 \quad (6.8)$$

$f_r$  est la fraction volumique de la phase ( $r$ ). Comme évoqué précédemment, la méthode incrémentale originale de Hill conduit souvent à des réponses trop raides principalement à cause de l'hypothèse d'un champ local uniforme des phases. Différentes techniques de correction ont été proposées afin d'améliorer la prédiction numérique de la méthode. Par lesquelles, la méthode dite d'isotropization est souvent utilisée. Il consiste à extraire une partie isotrope de l'opérateur tangent de la matrice pour calculer le tenseur d'Eshelby, de Hill ou de l'opérateur tangent macroscopique. Cette méthode est également utilisée ici dont les détails de mis en œuvre sont donnés par [Guéry, 2007, 2008].

## 6.2 Concept de la contrainte effective en milieux partiellement saturés

L'argilite du Cox est un milieu poreux à trois phases à l'échelle mésoscopique. La quasi-totalité des pores se trouvent dans la matrice argileuse. Par conséquent, on suppose que le couplage poromécanique affecte seulement le comportement plastique de la matrice. Concernant la modélisation plastique des milieux poreux saturés et partiellement saturés, il est connu que l'écoulement plastique doit être contrôlé par la contrainte et les pressions des fluides comme forces thermodynamiques indépendantes. Différentes approches ont été proposées pour la modélisation plastique des milieux partiellement saturés ; le modèle de Barcelone en utilisant la contrainte nette et la succion [Alonso et al., 1990, Jia et al., 2010], modèles basés sur le contrainte effective de Bishop [Bishop, 1959] et ses variantes [Fredlund and Rahardjo, 1993 ; Hoxha et al., 2007], le concept de pression de pore équivalente [Coussy, 1995]. L'avantage d'utiliser le concept de contrainte effective est de permet d'avoir une formulation unifiée pour les conditions saturé et non saturée. Dans la présente étude, on propose de formuler un modèle plastique pour la matrice argileuse partiellement saturée avec le concept de contrainte effective.

Rappelons d'abord la contrainte effective proposée par Bishop [Bishop, 1959] :

$$\underline{\underline{\sigma'}} = \underline{\underline{\sigma}} + [\chi p_l + (1 - \chi) p_g] \underline{\underline{\delta}} \quad (6.9)$$

$\chi$  est un paramètre tenu compte de la phase fluide du matériau saturé. La pression capillaire est définie comme la différence entre la pression de gaz et celle de liquide :

$$p_c = p_g - p_l \quad (6.10)$$

En reportant (6.10) et en prenant  $\chi = S_w$  dans (6.9), on obtient :

$$\underline{\underline{\sigma'}} = \underline{\underline{\sigma}} - [S_w p_c + (1 - S_w) p_g] \underline{\underline{\delta}} \quad (6.11)$$

On note que (6.9) et (6.11) décrivent un comportement incompressible de la matrice solide et quand  $S_w = 1$ , on retrouve la contrainte effective de Terzaghi pour milieux poreux saturés.

En vue de la modélisation plastique de la matrice argileuse, on propose une extension de la contrainte effective précédente sous la forme suivante :

$$\underline{\underline{\tilde{\sigma}}} = \underline{\underline{\sigma}} + \beta(p_c) \bar{p}_i \underline{\underline{\delta}} \quad , \quad \bar{p}_i = (1 - S_w) p_g + S_w p_l \quad (6.12)$$

La variable  $\bar{p}_i$  définit une pression de pore équivalente dans un milieu partiellement saturé.

Le coefficient  $\beta$  , qui est supposé fonction de la saturation, joue un rôle essentiel dans la déformation plastique. Afin d'assurer une transition continue de l'état non saturé à celui

saturé, et supposant que la validité de la contrainte effective de Terzaghi pour la modélisation plastique des milieux poreux saturés [Buhan et Dormieux, 1966], il est proposé que  $S_w \rightarrow 1, \beta \rightarrow 1$ .

L'évolution de  $\beta$  en fonction de saturation peut être obtenue par des analyse micromécaniques. Dans un souci de simplicité, nous adoptons une démarche macroscopique et l'évolution de  $\beta$  est déterminée à partir des données expérimentales, comme celle proposée par [Hoxha et al., 2006]. Il s'est exprimé comme la fonction de la pression capillaire, qu'est calculé à partir l'état de contrainte de pic des essais de compression triaxial sur l'argilite non saturée.

$$\beta(p_c) = a \cdot \exp(-b \cdot p_c) + c, \quad a = 0.777, b = 0.072, c = 0.2 \quad (6.13)$$

Le calage de cette fonction est présenté sur la Fig. 6.2.

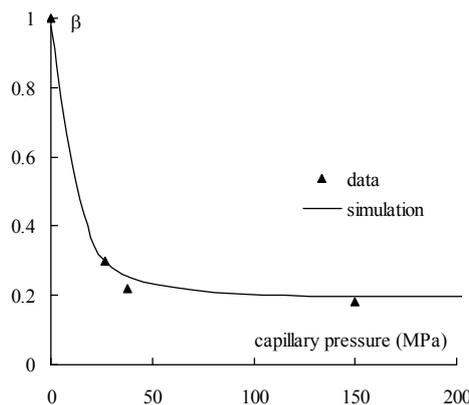


Fig. 6.2 Evolution du coefficient  $\beta$  en fonction de la pression capillaire.

### 6.3 Comportement local des phases

Comme précédemment indiqué, les grains de calcite et de quartz sont considérés comme ayant un comportement élastique linéaire sans effets hydriques. Le comportement de la matrice argileuse est décrit par un modèle plastique avec une loi d'écoulement non associée.

#### 6.3.1 Modèle élastoplastique de la matrice argileuse

En supposant une forme quadratique de l'énergie libre, la loi de comportement élastoplastique est exprimée sous forme incrémentale suivante :

$$d\underline{\underline{\sigma}}(\underline{\underline{\varepsilon}}, \beta) = \mathbb{C}(p_c) : (d\underline{\underline{\varepsilon}} - d\underline{\underline{\varepsilon}}^p) - b d\bar{p}_i \underline{\underline{\delta}} \quad (6.14)$$

Le coefficient  $b$  désigne le coefficient de Biot de la matrice argileuse,  $\underline{\underline{\varepsilon}}^p$  représente le tenseur des déformations plastiques. En supposant un comportement isotrope, le tenseur d'élasticité de la matrice argileuse s'exprime sous la forme :  $\mathbb{C}(p_c) = 3k(p_c)\mathbb{J} + 2\mu(p_c)\mathbb{K}$ , avec  $k(p_c)$  et  $\mu(p_c)$  comme les modules de compressibilité et de cisaillement qui peuvent dépendent de la pression capillaire  $p_c$ .

La fonction de charge plastique est exprimée par un critère de type Drucker – Prager [Drucker et Prager, 1952]:

$$f(\underline{\underline{\tilde{\sigma}}}, \gamma^p) = q + \alpha^p(\gamma^p)(p - c_p) \leq 0, \quad p = \frac{1}{3} \text{tr}(\underline{\underline{\tilde{\sigma}}}), \quad q = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{s}} : \underline{\underline{s}}}, \quad \underline{\underline{s}} = \underline{\underline{\tilde{\sigma}}} - \frac{1}{3} \text{tr}(\underline{\underline{\tilde{\sigma}}}) \underline{\underline{\delta}} \quad (6.15)$$

Le paramètre  $c_p$  correspond à la résistance en traction hydrostatique en relation avec la cohésion du matériau. L'écroûissage plastique est défini ici par l'évolution du coefficient de frottement  $\alpha^p$ , la valeur initiale  $\alpha_0^p$  à la valeur finale  $\alpha_m^p$ , en fonction de la variable d'écroûissage  $\gamma^p$ :

$$\alpha^p(\gamma^p) = \alpha_m^p - (\alpha_m^p - \alpha_0^p) e^{-b\gamma^p} \quad (6.16)$$

Le paramètre  $b$  contrôle la cinétique de l'écroûissage plastique.

Comme pour la plupart des géomatériaux, une loi d'écoulement plastique est adoptée. Le potentiel plastique s'écrit sous la forme :

$$F(\underline{\underline{\tilde{\sigma}}}, \gamma^p) = q + \eta^p(\gamma^p) p \quad (6.17)$$

Le coefficient  $\eta^p$  contrôle le taux de déformation plastique volumique: le cas  $\eta^p > 0$  correspond à une déformation plastique dilatante et  $\eta^p \leq 0$  à une contractance plastique. Afin de prendre en compte la transition entre la contractance et la dilatance, on suppose que le coefficient  $\beta^p$  est une fonction de la variable d'écroûissage :

$$\eta^p(\gamma^p) = \eta_m^p - (\eta_m^p - \eta_0^p) e^{-b'\gamma^p} \quad (6.18)$$

$\eta_0^p$  et  $\eta_m^p$  caractérisent respectivement les coefficients de dilatance initiale et finale.

La loi d'écoulement plastique non associée s'exprime sous la forme suivante :

$$\begin{cases} \underline{\dot{\underline{\epsilon}}}^p = \dot{\gamma} \frac{\partial F}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} = \dot{\gamma} \left( \frac{\beta^p}{3} \underline{\underline{1}} + \sqrt{\frac{3}{2}} \frac{\underline{\underline{s}}}{\sqrt{\underline{\underline{s}}:\underline{\underline{s}}}} \right) \\ \dot{\gamma}^p = \dot{\gamma} \\ \dot{\gamma} = 0 \text{ si } f(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p) \leq 0, \dot{f}(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p) < 0 \\ \dot{\gamma} > 0 \text{ si } f(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p) = 0, \dot{f}(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p) = 0 \end{cases} \quad (6.19)$$

$$\dot{\gamma}^p = \sqrt{\frac{2}{3} \text{dev}(\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^p) : \text{dev}(\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^p)} = \dot{\gamma} \quad (6.20)$$

Le tenseur  $\text{dev}(\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^p)$  est la partie déviatorique de  $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^p$ . Le multiplicateur plastique  $\dot{\gamma}$  est déterminé à partir de la relation de cohérence plastique :

$$\dot{f}(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p) = \frac{\partial f(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p)}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{\dot{\sigma}}} + \frac{\partial f(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p)}{\partial \gamma^p} \dot{\gamma}^p = 0 \quad (6.21)$$

En reportant (6.19) dans (6.14), on obtient :

$$\underline{\underline{\dot{\sigma}}} = \mathbb{C}(p_c) : \left( \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} - \dot{\gamma} \frac{\partial F(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p)}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \right) \quad (6.22)$$

En reportant (6.22) dans (6.21), on obtient :

$$\frac{\partial f(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p)}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \mathbb{C}(p_c) : \left( \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} - \dot{\gamma} \frac{\partial F(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p)}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \right) + \frac{\partial f(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p)}{\partial \gamma^p} \dot{\gamma} = 0 \quad (6.23)$$

Donc:

$$\dot{\gamma} = \frac{\frac{\partial f(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p)}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \mathbb{C}(p_c) : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}}{\frac{\partial f(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p)}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \mathbb{C}(p_c) : \frac{\partial F(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p)}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} - \frac{\partial f(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p)}{\partial \gamma^p}} \quad (6.24)$$

La formulation incrémentale des équations constitutives est obtenue en remplaçant  $\dot{\gamma}$  par (6.24) :

$$\underline{\underline{\dot{\sigma}}} = \mathbb{L}_0 : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} \quad (6.25)$$

L'opérateur tangent  $\mathbb{L}_0$  au comportement de la matrice argileuse est compté à partir de la relation de consistance (6.21) et les relations (6.15) et (6.17) :

$$\mathbb{L}_0 = \begin{cases} \mathbb{C}(p_c) & \text{si } f(\underline{\underline{\sigma}}', \gamma^p) \leq 0, \dot{f}(\underline{\underline{\sigma}}', \gamma^p) < 0 \\ \mathbb{C}(p_c) - \frac{\mathbb{C}(p_c) : \frac{\partial F}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \otimes \frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \mathbb{C}(p_c)}{h} & \text{si } f(\underline{\underline{\sigma}}', \gamma^p) = 0, \dot{f}(\underline{\underline{\sigma}}', \gamma^p) = 0 \end{cases} \quad (6.26)$$

$$h = \frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \mathbb{C}(p_c) : \frac{\partial F}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} - \frac{\partial f}{\partial \gamma^p} \quad (6.27)$$

En utilisant les relations (6.15) et (6.17), on obtient l'expression suivante :

$$\mathbb{L}_0 = 3k_1 \mathbb{J} + 2k_2 \mathbb{K} - 2k_3 \underline{\underline{n}} \otimes \underline{\underline{1}} - 2k_4 \underline{\underline{1}} \otimes \underline{\underline{n}} - 2k_5 \underline{\underline{n}} \otimes \underline{\underline{n}} \quad (6.28)$$

avec :

$$k_1 = k(p_c) \left( 1 - \frac{\alpha^p \beta^p k(p_c)}{h} \right), \quad k_2 = \mu(p_c), \quad k_3 = \frac{\mu(p_c)}{h} \sqrt{\frac{2}{3}} \alpha^p k(p_c),$$

$$k_4 = \frac{\mu(p_c)}{h} \sqrt{\frac{2}{3}} \beta^p k(p_c), \quad k_5 = \frac{6\mu(p_c)}{h}, \quad \underline{\underline{n}} = \frac{\underline{\underline{s}}}{\sqrt{\underline{\underline{s}} : \underline{\underline{s}}}} \quad \text{et}$$

$$h = \alpha^p \beta^p k(p_c) + 3\mu(p_c) - (p - c_p) \frac{d\alpha^p}{d\gamma^p}.$$

## 6.4 Application du modèle

Nous présentons maintenant la détermination des paramètres du modèle et son application à la modélisation du comportement mécanique de l'argilite du Callovo – Oxfordien en conditions saturée et non saturée.

### 6.4.1. Identification des paramètres

Le modèle mésomécanique décrit le comportement mécanique de l'argilite saturé et non saturé au moyen de 18 paramètres. On suppose que l'argilite à l'humidité relative de 100% est entièrement saturé. Les caractéristiques mécaniques du matériau en état saturé sont considérées comme celles de référence pour étudier les effets de la désaturation sur les propriétés mécaniques de l'argilite. Les paramètres du modèle sont 6 coefficients élastiques, 7 paramètres impliqués dans le comportement plastique de la matrice. Les paramètres élastiques associés à la calcite et au quartz ont été choisis selon la littérature [Lide, 2004] : pour la calcite,  $E_1 = 95GPa$ ,  $\nu_1 = 0.27$  ; pour le quartz,  $E_2 = 101GPa$  et  $\nu_2 = 0.06$ . Mais pour la matrice argileuse, les coefficients élastiques ne sont pas précisément connus. Pour cette raison, les paramètres élastiques de la phase argileuse ( $E_0, \nu_0$ ) sont déterminés à partir des modules macroscopiques sous condition saturée (RH100%, profondeur : 503m) déterminés expérimentalement sur l'argilite par l'utilisation du schéma d'homogénéisation linéaire (Mori – Tanaka) :

$$k^{\text{hom}} = \left( \sum_{r=0} f_r \frac{k_r}{3k_r + 4\mu_0} \right) \left( \sum_{s=0} \frac{f_s}{3k_r + 4\mu_0} \right)^{-1} \quad (6.29)$$

$$\mu^{\text{hom}} = \frac{\sum_{r=0} f_r \frac{\mu_r}{\mu_0 (9k_0 + 8\mu_0) + 6\mu_r (k_0 + 2\mu_0)}}{\sum_{s=0} \frac{f_s}{\mu_0 (9k_0 + 8\mu_0) + 6\mu_r (k_0 + 2\mu_0)}} \quad (6.30)$$

$k_r$  et  $\mu_r$  représentent respectivement les modules de compressibilité et de cisaillement de la phase r et  $k_{\text{hom}}$  et  $\mu_{\text{hom}}$  ceux du milieu macroscopique.  $f_r$  représente la fraction volumique de la phase r (profondeur 503m :  $f_0 = 50\%$ ,  $f_1 = 25\%$  et  $f_2 = 25\%$ ). On résout ensuite numériquement les équations non linéaires (6.29) et (6.30) dont les inconnus sont  $k_0$  et  $\mu_0$ . Les paramètres élastiques de la matrice argileuse obtenus sont les suivants :  $E_0 = 1300 \text{ MPa}$  et  $\nu_0 = 0.2$ .

Les autres paramètres nécessaires pour la description du comportement plastique local ont été déterminés par calibration sur un essai de mini compression uniaxiale à une profondeur de 503m sous en condition saturée (RH100%) (Fig. 6.3). Les valeurs retenues sont résumées dans le tableau 6.1.

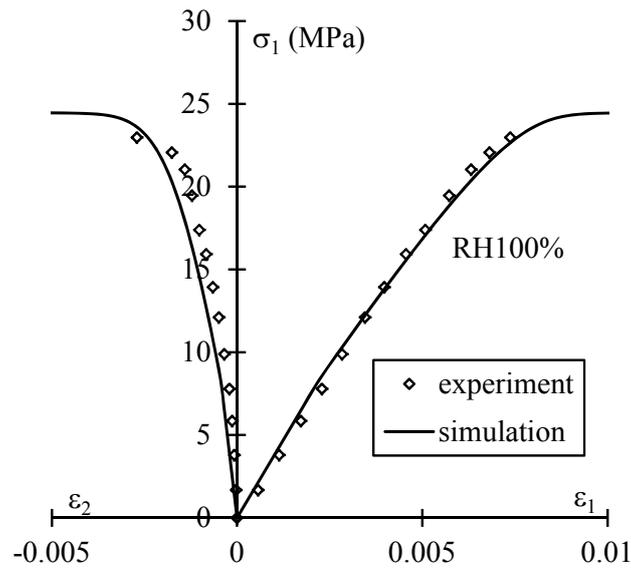


Fig. 6.3 Mini compression simple, profondeur 503m,  $f_0 = 50\%$ ,  $f_1 = 25\%$  et  $f_2 = 25\%$ .

Tableau 3.1 Valeurs représentatives des paramètres du modèle

Phase	Phase (0) Clay	Phase (1) Calcite	Phase (2) Quartz
Elastic parameters	$E_0 = 1300 \text{ MPa}$ $\nu_0 = 0.2$	$E_1 = 95 \text{ GPa}$ $\nu_1 = 0.27$	$E_2 = 101 \text{ GPa}$ $\nu_2 = 0.06$
Plastic parameters	$\alpha_0^p = 0.4, \alpha_m^p = 0.85$ $b = 700, \beta_0^p = 0.3$ $\beta_m^p = 0.8, b' = 400$ $c_p = 13$		

La Fig. 6.4 présente la relation entre le module élastique de la matrice argileuse et la pression capillaire. A partir de ces données, les relations empiriques suivantes sont déterminées :

$$E_0(p_c)(MPa) = 1300 + 6.56 \frac{p_c - p_c(R)}{p_c(R)} \quad (6.31)$$

$p_c(R)$  représente une pression capillaire de référence.

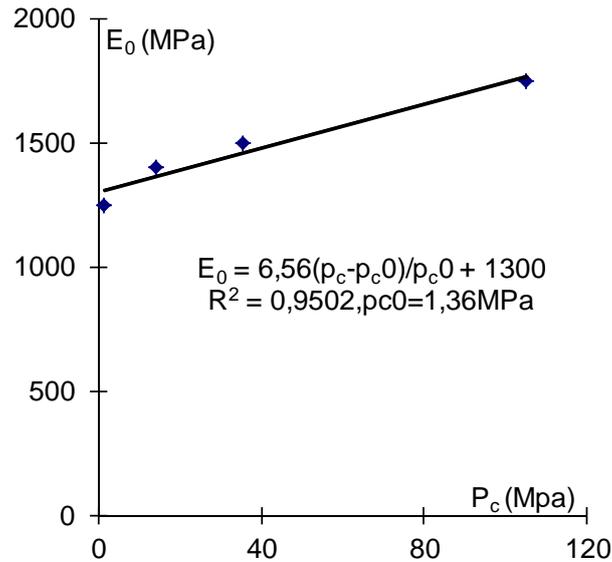


Fig. 6.4 Effet de la pression capillaire sur le module élastique de la matrice argileuse.

#### 6.4.2. Validations expérimentales

Après avoir identifié les paramètres, on se propose d'évaluer les capacités prédictives du modèle sous différentes humidités relatives contrôlées par la simulation de tous les essais de mini compression à température ambiante ( $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ).

##### Essais de mini compression

Les comparaisons des courbes de contrainte – déformation entre les simulations et les données expérimentales sont présentés sur le Fig. 6.5 pour des essais de mini compression sous différentes humidités relatives contrôlées. Ces comparaisons indiquent une bonne concordance entre les prédictions du modèle et les données expérimentales. Ces résultats fournissent une première validation du modèle pour l'étude de l'argilite.

##### Essais de compression triaxiale

Pour évaluer davantage les capacités prédictives du modèle, le modèle mésomécanique est appliqué à la simulation des essais de compression triaxiale à 2, 5, et 10MPa de pression de confinement pour la profondeur 467m et sous trois différentes valeurs différentes de l'humidité relative (HR50%, HR75% et HR100%). Les comparaisons entre les simulations et les données expérimentales sont présentés sur les Fig. 6.6 à Fig. 6.8 pour l'ensemble des essais. De nouveau, il y a une bonne concordance entre les prédictions du modèle et les données expérimentales.

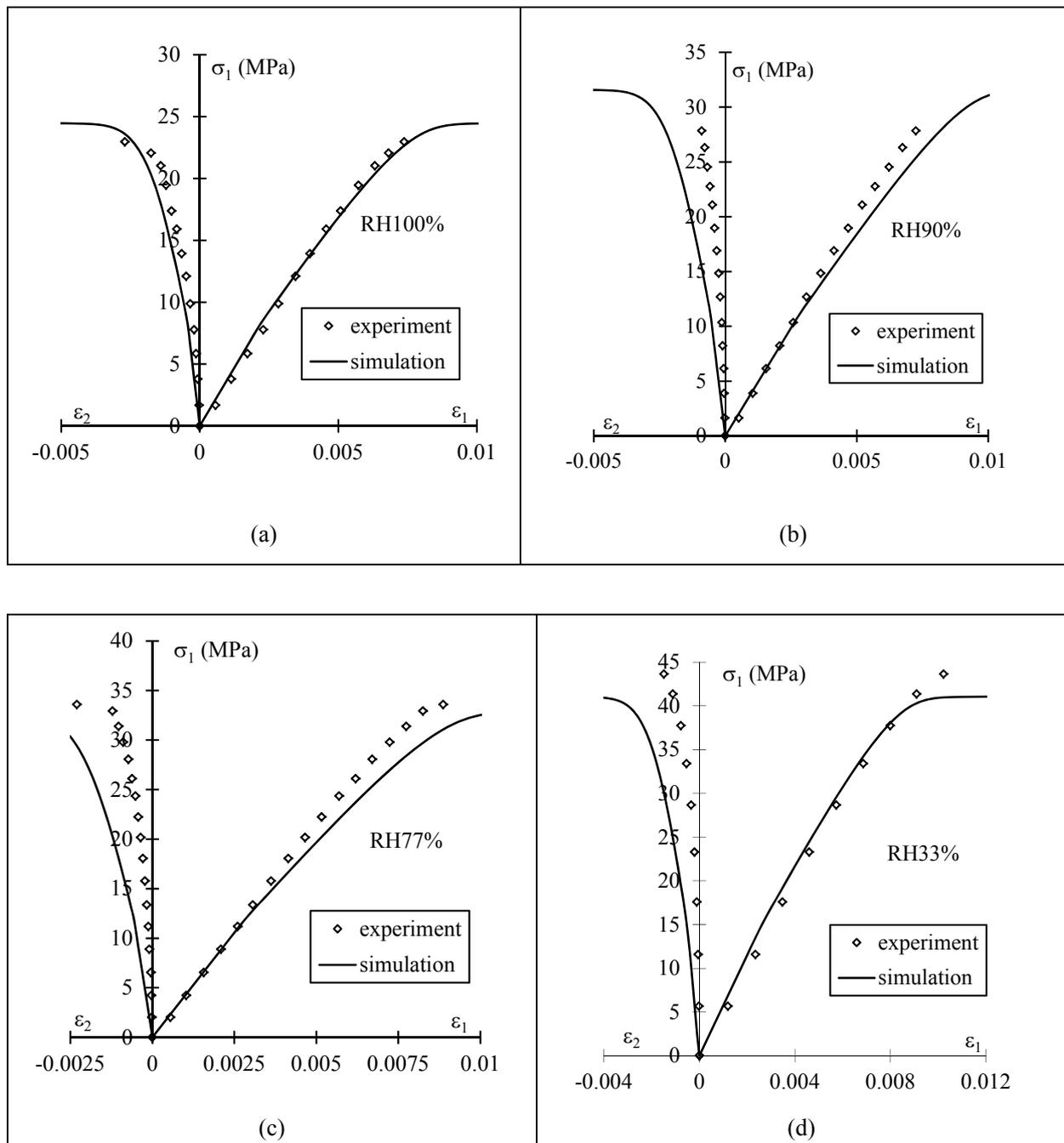
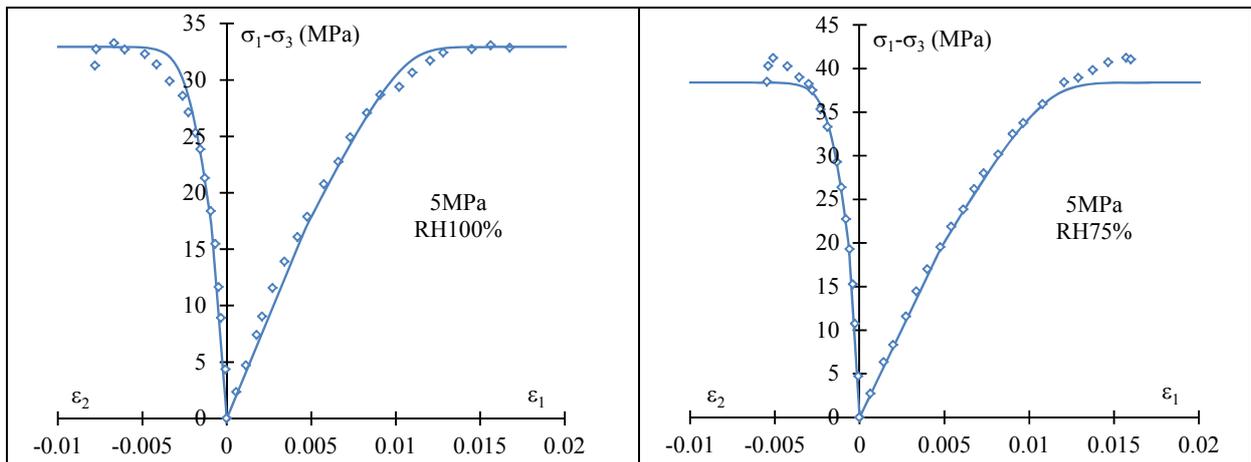
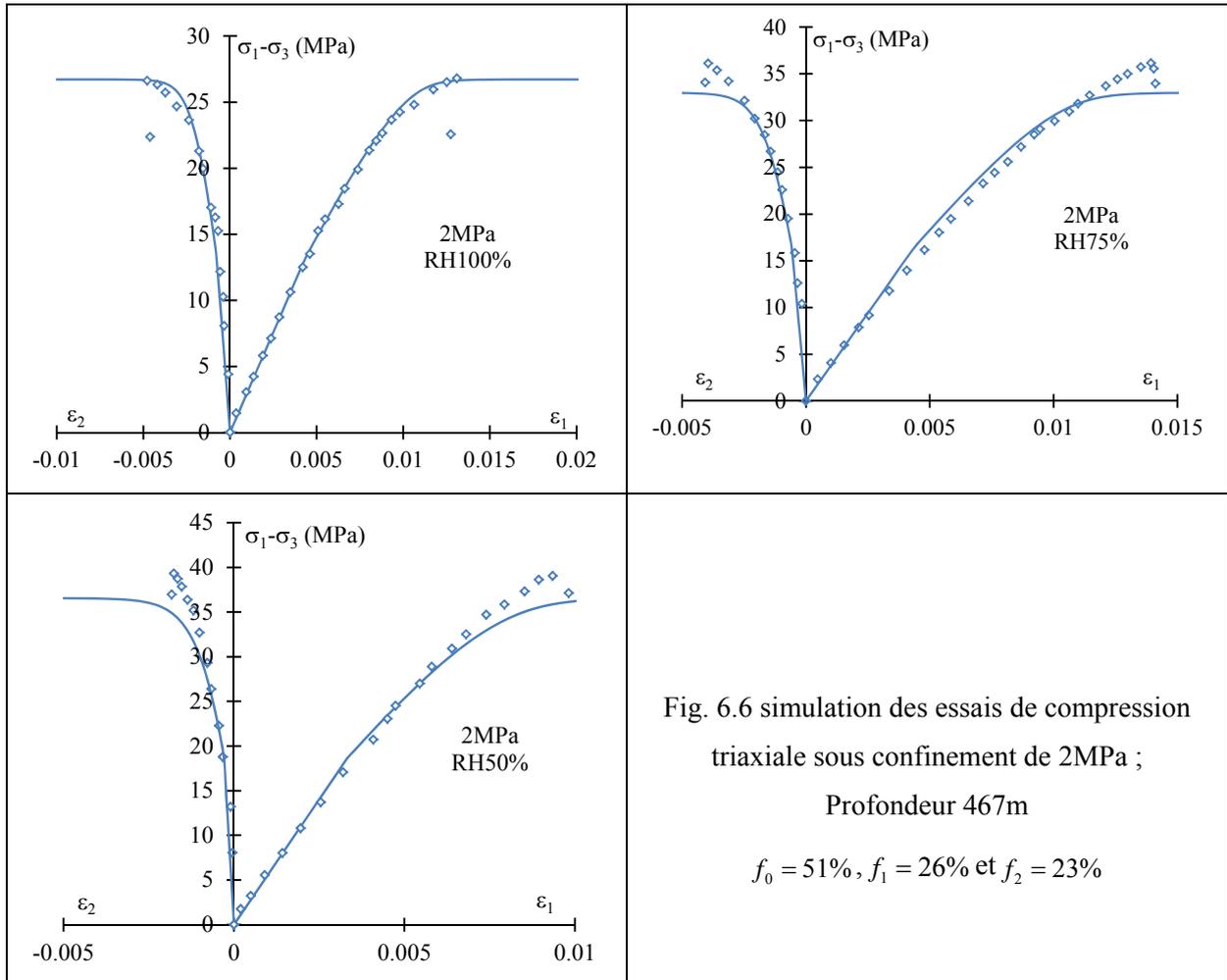


Fig. 6.5 Simulation des essais de mini compression :  
 profondeur 503m,  $f_0 = 50\%$ ,  $f_1 = 25\%$  et  $f_2 = 25\%$



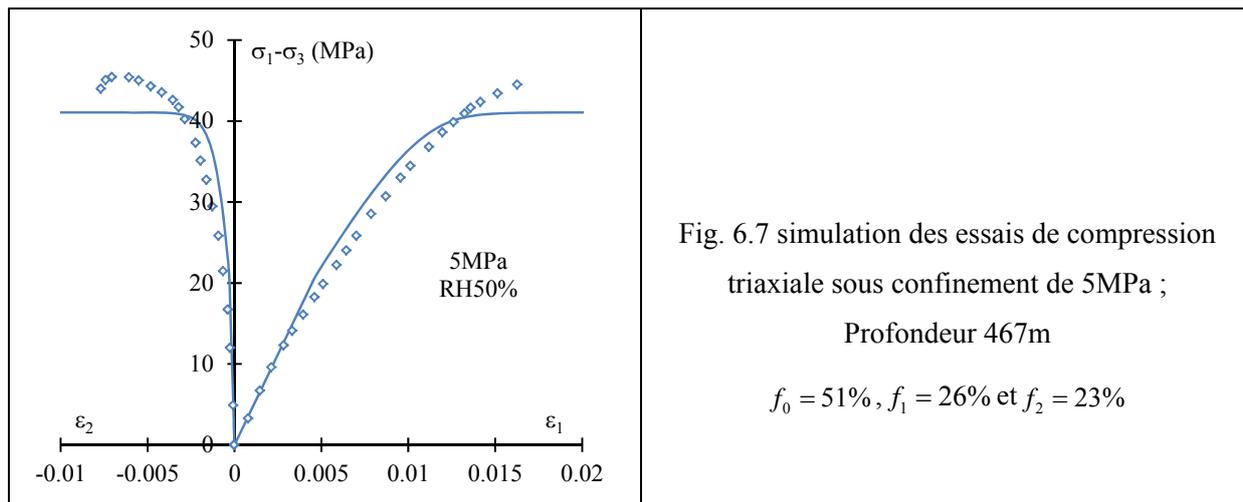


Fig. 6.7 simulation des essais de compression triaxiale sous confinement de 5MPa ;  
Profondeur 467m  
 $f_0 = 51\%$ ,  $f_1 = 26\%$  et  $f_2 = 23\%$

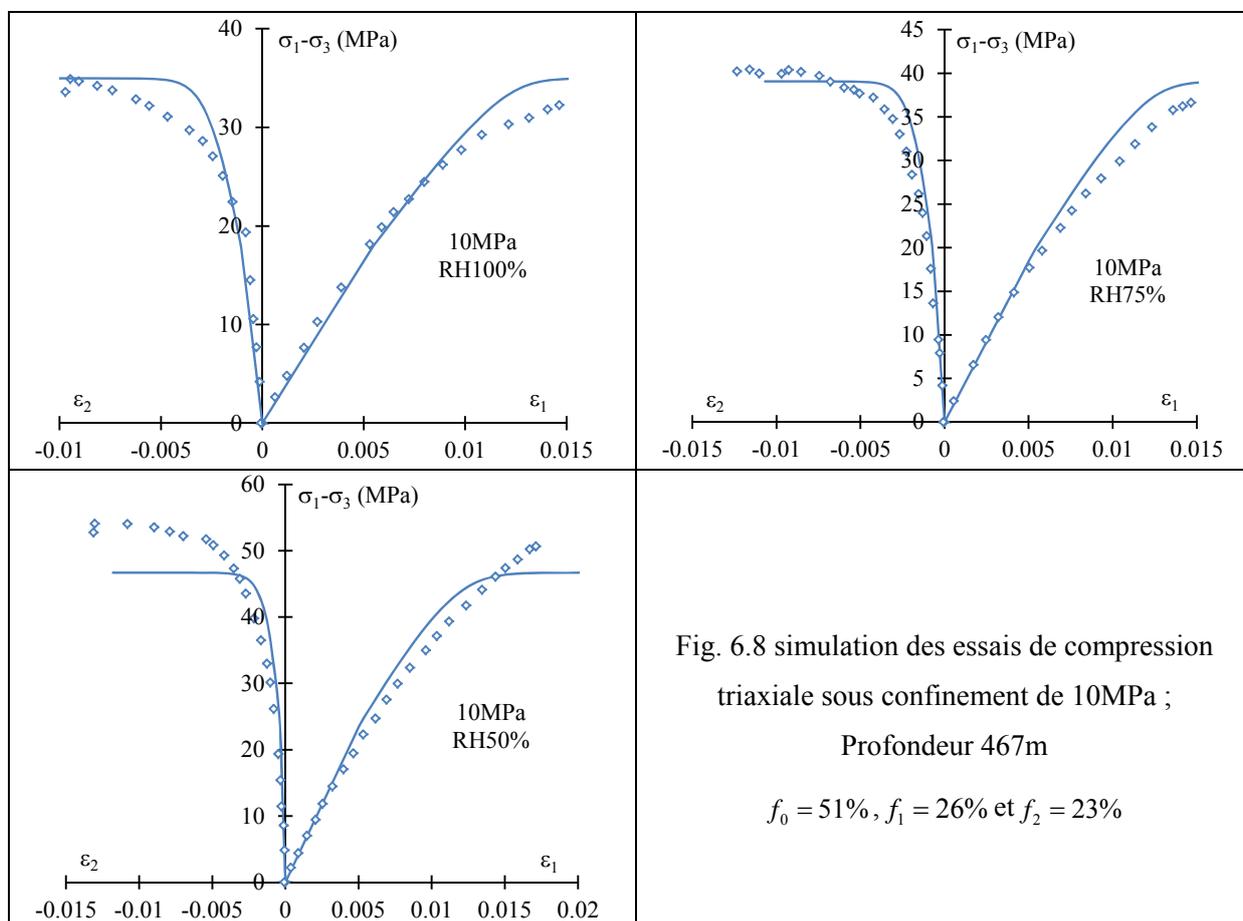


Fig. 6.8 simulation des essais de compression triaxiale sous confinement de 10MPa ;  
Profondeur 467m  
 $f_0 = 51\%$ ,  $f_1 = 26\%$  et  $f_2 = 23\%$

## 6.5 Conclusion

Un modèle mésomécanique a été retenu et appliqué afin de décrire les principales caractéristiques mécaniques des argilites du Callovo – Oxfordien mise en évidence dans les chapitres 3, 4 et 5, notamment les influences de la saturation (humidité relative). La

formulation du modèle est basée l'approche incrémentale de Hill en considérant l'argilite du Cox comme un matériau hétérogène à trois phase, constitué des grains de quartz et de calcite et d'une matrice argileuse. Les phases de calcite et de quartz ont un comportement mécanique de type élastique linéaire et ne sont pas affectées par la saturation. La sensibilité du comportement mécanique de l'argile à la teneur en eau est prise en compte dans la modélisation du comportement élastoplastique de la matrice argileuse en utilisant un concept de contrainte effective généralisé aux milieux poreux partiellement saturés. L'identification des paramètres du modèle a été effectuée à partir des essais de mini compression simple. Nous avons obtenu de bonnes concordances entre les simulations numériques et les données expérimentales. Cependant, une validation plus approfondie reste encore nécessaire pour déterminer plus précisément le domaine de validité du modèle.

## Conclusion générale

L'objectif du travail présenté dans ce mémoire consistait à caractériser le comportement mécanique des argilites du Callovo – Oxfordien en prenant en compte les influences de l'humidité relative, de la température, et de la composition minéralogique. Les données expérimentales obtenues serviront à la modélisation des phénomènes de couplage THM dans le cadre du stockage de déchets radioactifs.

Les essais de micro indentation et de mini compression ont été réalisés sur des échantillons à petits échelles pour d'étudier l'influence de couplage THM et de la profondeur sur le comportement mécanique des argilites du Callovo – Oxfordien. L'utilisation des échantillons de petite taille permet d'obtenir plus facilement un état de saturation quasi uniforme et d'éviter la fissuration des échantillons lors de désaturation et de resaturation.

Le comportement mécanique de l'argilite est fortement influencé par le degré de saturation et l'anisotropie structurelle. Le module élastique dans la direction perpendiculaire aux plans de stratification est plus faible que celui dans la direction parallèle. En conditions saturées, la résistance à la rupture est quasi identique pour les deux directions principales de chargement. La déformation à la rupture est plus grande pour la direction perpendiculaire que celle parallèle en raison de la fermeture progressive des plans de stratification. Le module élastique et la résistance à la rupture augmentent avec la désaturation du matériau. Parmi les nombreux facteurs liés au processus de désaturation et de resaturation, la pression capillaire joue un rôle essentiel en raison de la petite taille des pores de l'argilite. L'effet de l'anisotropie structurelle s'est intensifié en conditions non saturées.

Le comportement mécanique de l'argilite est aussi influencé par la température. La pression capillaire augmente avec l'augmentation de la température pour la même valeur du degré de saturation. Le degré de saturation augmente aussi avec l'augmentation de la température à la même humidité relative. Le module élastique et la contrainte à la rupture diminuent avec l'augmentation de la température. En plus, ces phénomènes sont amplifiés avec l'augmentation de l'humidité relative. La cohésion diminue et l'angle de frottement augmente avec l'augmentation de température. Cependant, il est important de souligner que le comportement mécanique des argilites du Cox est plus sensible à la saturation qu'à la variation de température.

Par ailleurs, la composition minéralogique des argilites varie en fonction de la profondeur. Les résultats des essais ont montré une influence du paramètre profondeur sur le comportement mécanique des argilites. Quand la profondeur augmente, le module élastique et la contrainte à la rupture augmentent, et la déformation axiale à la rupture diminue, notamment pour de faibles valeurs de l'humidité relative. Cette dépendance des propriétés mécaniques avec la profondeur peut être corrélée avec la variation des compositions minéralogiques des argilites. Il a été montré que le module élastique et la résistance à la rupture diminuent avec l'augmentation de la teneur en argile et augmentent avec celles de calcite et quartz, de même pour la déformation axiale à la rupture notamment à de faibles valeurs de l'humidité relative.

Nous avons utilisé une extension du modèle mésomécanique pour décrire le comportement mécanique des argilites du Callovo – Oxfordien en conditions partiellement saturées. Celles-ci peuvent être considérées comme un milieu hétérogène à trois phases constitué des grains de quartz et de calcite répartis de façon aléatoire dans la matrice argileuse. La formulation du modèle est basée sur l'approche incrémentale de Hill dans le cadre des méthodes d'homogénéisation non linéaire. L'extension consiste à prendre en compte les effets hydriques sur le comportement mécanique des argilites. Ces effets sont pris en compte dans la déformation plastique de la matrice argileuse à l'aide d'un concept de contrainte effective généralisée. Nous avons obtenu de bonnes concordances entre les simulations numériques et les données expérimentales.

En perspective, des études expérimentales complémentaires peuvent être réalisées confirmer certains phénomènes observés dans cette étude, notamment en ce qui concerne les effets thermiques. Par ailleurs, il est également important d'étudier les impacts de l'anisotropie structurale sur le comportement plastique des argilites. En effet, ces effets peuvent s'avérer primordiaux dans l'analyse de la zone endommagée autour des ouvrages de stockage.

## Références bibliographiques

- [Alonso et al., 1990] Alonso, E. E., Gens, A., and Josa, A. 1990. A constitutive model for partially saturated soils. *Géotechnique*, 40 (3): 405-430
- [Andra, 1998b] Référentiel géomécanique, site Est – rapport Andra N°D RP A GEM 98-050/A, ouvrage collectif.
- [Andra, 2005a] Dossier 2005 Argile. Tome évolution phénoménologique du stockage géologique.
- [Andra, 2005b] Dossier Argile 2005, disponible sur [www.andra.fr](http://www.andra.fr), 239p.
- [Andra, 2005c] Dossier 2005 Argile. Tome Architecture et gestion du stockage géologique.
- [Andra, 2005d] Dossier 2005 Argile. Référentiel du site de Meuse/Haute – Marne. Rapport Andra N°C.RP.ADS 04.0022.A.
- [Andra, 2009] Stockage réversible profond. Options de réversibilité du stockage en formation géologique profond. N° C.NT.AHVL.09.0005.B.
- [Armand et Su, 2005] Armand, G. et Su, K. (2005) Expérimentation REP – Résultats des mesures après la phase de fonçage du puits entre les cotes -454 et -480m. Rapport Andra N° D RP ADPE 05 0855.
- [Bauer, 2005] Bauer, C. (2005). La charge thermique d'un stockage – site de Meuse/Haute – Marne. Rapport Andra N° C RP ASIT 03 118.
- [Bérest et Weber, 1988] Bérest, P. et Weber, P. (1988). La thermomécanique des roches. Edition BGRM.
- [Bishop, 1959] Bishop, A.W. (1959). The principle of effective stress. *Teknisk Ukeblad* 39, 859–863.
- [Boussinesq, 1885] Boussinesq, J. (1885). Applications des potentiels à l'étude de l'équilibre et du mouvement des solides élastiques, Gauthier-Villars, Paris 1885.
- [Buhan et Dormieux, 1966] Buhan, P. et Dormieux, L. (1996). On the validity of the effective stress concept for assessing the strength of saturated porous materials: a homogenization approach. *Int. Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 44, 1649–1667.
- [Carle et Patarin, 2003] Carle, R. et Patarin, L. (2003). Les déchets radioactifs : Un problème résolution. *Revue Générale Nucléaire* N° 1/2003,74-92.
- [Chiarelli et al., 1998a] Chiarelli, A.S., Kondo, D. et Shao, J.F. (1998). Rapport de synthèse sur les argilites de l'Est. Rapport LML pour l'Andra N° D RP 0 LML 98-001/A.
- [Chiarelli, 2000] Chiarelli, A.S. (2000). Etude expérimentale et modélisation du comportement mécanique de l'argilite de l'est. Thèse de Doctorat (PhD Thesis, in French), Université des Sciences et Technologies de Lille, France.

- [Colle, 2005] Colle, C. (2005). Endommagement des roches argileuses et perméabilité induite au voisinage d'ouvrages souterrains. Thèse de doctorat à l'université Joseph FOURIER – Grenoble I.
- [Conil-Aublivié et al., 2004] Conil-Aublivié, N., Djeran-Maigre, I., Cabrillac, R. et Su, K. (2004) Poroplastic damage model for claystones. *Applied Clay Science*, 26, 473-487.
- [Coussy, 1995] Coussy, O. (1995). *Mechanics of Porous Continua*. Wiley Ltd., New York, 455p.
- [Delage, 1987] Delage, P. (1987). Aspects du comportement des sols non saturés. *Rev. Franç. Géotech.*, N°40, pp. 33-43.
- [Drucker et Prager, 1952] Drucker, D.C. et Prager, W. (1952). Soil mechanics and plastic analysis or limit design. *Quartely of Appl. Math.*, 10: 157-175.
- [Eshelby, 1957] Eshelby, J. (1957). The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proc. R. Soc. Ser.*, A241: 376-396.
- [Escoffier, 2002] Escoffier, S. (2002). Caractérisation expérimentale du comportement hydromécanique des argilites de Meuse/Haute-Marne. Thèse de doctorat à l'institut national polytechnique de Lorraine.
- [Fredlund et Rahardjo, 1993] Fredlund, D.G. et Rahardjo, H. (1993). *Soil Mechanics for Unsaturated Soils*, Wiley, New York, 517 pp.
- [Gasc, 1999] Gasc, R. (1999) Couplages hydromécaniques dans les argilites de l'est et les siltites du gard. Rapport Andra G3S B RP 0 G3S 99-002/A.
- [Gavazzi et Lagoudas, 1990] Gavazzi, A. et Lagoudas, D. (1990). On the numerical evaluation of Eshelby's tensor and its application to elastoplastic fibrous composites. *Comp. Mech.* 7, 13–19.
- [Ghahremani, 1977] Ghahremani, F. (1977). Numerical evaluation of the stresses and strains in ellipsoidal inclusions in an anisotropic elastic material. *Mech. Res. Commun.* 7, 8991.
- [Guéry, 2007] Guéry, A.C. (2007). Contributions à la modélisation micromécanique du comportement non linéaire de l'argilite du Callovo – Oxfordien. Thèse de doctorat. Université des Sciences et Technologies de Lille, France.
- [Guéry et al., 2008] Guéry, A.C., Cormery, F., Shao, J.F. et Kondo, D. (2008). A micromechanical model of elastoplastic and damage behavior of a cohesive geomaterial. *Int. J. Solid Stuct.*, 2008. 45(5): 1406-29.
- [Giroud et al., 1973] Giroud, J.P., Tran-Vo-Nhiem et Obin J.P. (1973). *Tables pour le calcul des fondations : force portante*, Dunod (Paris, 1973), 470 p.
- [Heitz, 1997] Heitz, J.F. (1997). Expertise relative à l'ovalisation de forages de la zone d'étude de l'Est de la France. Rapport ANTEA pour l'Andra N°B RP 0 ANT 96-128/A, décembre 1997.

- [Henry et al., 2004] Henry, J.P. et al. (2004). Determination of elastic and rupture properties of rocks through micro penetration test. Conference internationale of géotechnique-Beyrouth 2004.
- [Hill, 1965] Hill, R. (1965). Continuum micro-mecanics of elastoplastic polycrystals. *J. Mech. Phys. Solids*, vol :13, pp :89-101.
- [Hoxh, 2007] Hoxha, D., Giraud, A., Homand, F., Auvray, C., 2007. Saturated and unsaturated behaviour modelling of meuse haute marne argillite. *International Journal of Plasticity* 23(5), 733–766.
- [Jia et al., 2010] Jia, Y., Bian, H., Su, K., Kondo, D., Shao, J., 2010. Elastoplastic damage modelling of desaturation and resaturation in argillites. *Int. J. for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics* 34, 187–220.
- [Lefevre et Homand, 1995] Lefevre, E. et Homand, F. 1995. Caractérisation physicochimique – mécanique sommaire des matériaux argilo – marneux de la cible Callovo – Oxfordien de la Meuse. Rapport ENSG pour l'Andra N° B RP ENG 95-001, février 1995.
- [Lemaitre et Chaboche, 1985] Lemaitre, J., Chaboche, J.L. (1985). *Mécanique des matériaux solides*. Dunod, paris.
- [Lide, 2004] Lide, D.R. (2004). *Handbook of Chemistry and Physics*. CRC Press.
- [McLamore et Gray, 1967] McLamore, R. et Gray, K. E. (1967). The mechanical behavior of anisotropic sedimentary rocks, *Journal of Engineering for Industry, Trans. of the ASME*, 89, 62-73.
- [Montes et al., 2004] Montes, H.G., Duplay, J., Martinez, L., Escoffier, S. et Rousset, D. (2004). Structural modifications of Callovo – Oxfordian argillite under hydration/dehydration conditions. *Appl Clay Sci* 2004; 25 (3–4): 187–94.
- [Mori et Tanaka, 1973] Mori, T. et Tanaka, K. (1973). Average stress in a matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions. *Acta Metall. Mater.*, 42(7) : 597-629.
- [Niandou, Shao et Henry, 1997] Niandou, H., Shao, J.F., Henry, J.P. (1997). Fourmaintraux, D., 1997, Laboratory investigation of the mechanical behaviour of Tournemire shale, *Int. J. Rock Mech. & Min. Science* 34(1), 3-16.
- [Ramambasoa, 2001] Ramambasoa, N. (2001). Etude du comportement hydromécanique des argilites. Application au site de Tournemire. Thèse de l'Ecole Polytechnique. Janvier 2001.
- [Pham, 2007] Pham, Q.T. (2007). Effets de la désaturation et de la resaturation sur l'argilite dans les ouvrages souterrains. Thèse de Doctorat de l'Ecole Polytechnique, France.
- [Richard et Advani, 1982] Richard, T.G. et Advani, S.H. (1982). An experimental investigation of the combined effects of strain rate and moisture content on shale. In *Issues in Rocks Mechanics*, vol. 23, pp. 315-323.

- [Robinet, 2008], Jean-Charles Robinet (2008), Minéralogie, porosité et diffusion des solutés dans l'argilite du Callovo- Oxfordian de Bure (Marne/Haute Marne, France) de l'échelle centimétrique à micrométrique, Thèse de doctorat, Université de Poitiers
- [Sammartino, 2001] Sammartino, G. (2001). Construction d'un modèle conceptuel d'organisation de la porosité et de la minéralogie des argilites du site de bure. Rapport Andra D RP 0 ERM 01-018/A.
- [Schmitt, 1993] Schmitt, L. (1993). Etude du soutènement hydraulique des puits pétroliers dans les argilites par l'essai triaxial à confinement fluide direct. Thèse de doctorat de l'I. N. P.L..
- [Schmitt et al., 1994] Schmitt, L., Forsans, T. et Santarelli, F.J. (1994). Shale testing and capillary phenomena. *Int. J. Rock Mech. Min. Sci. & Geomech. Abstr.*, vol. 31, N°5, pp. 411-427.
- [Secq, 2006] Secq, J. Collier de mesure de la déformation latérale d'une éprouvette lors d'essais de compression, notamment uniaxiale ou triaxiale- collier à lame. French Patent No. 0505204, 2006.
- [Shao et al., 2003] Shao, J.F., Zhu, Q.Z. et Su, K. (2003). Description of Creep in Rock Materials in Terms of Material Degradation, *Computer & Geotechnics* 30, 549-555.
- [Su, 2005a] Su, K. (2005). Contribution à l'étude du comportement mécanique et thermo – hydro – mécanique des argilites du Callovo – Oxfordien. Habilitation à Diriger des Recherches de l'Université des Sciences et Technologies de Lille.
- [Su, 2005b] Su, K. (2005). Effets d'un stockage sur le comportement mécanique à grande échelle de la couche du Callovo – Oxfordien et des formations géologiques encaissantes – Site de Meuse/Haute-Marne. Rapport Andra N° C NT ASMG 04 0046.
- [Su et al., 2003] Su, K., Hoteit, N. et Ozanam, O. (2003). Desiccation and rehumidification effects on the thermo – hydro – mechanical behaviour of the Callovo – Oxfordien argillaceous rock. *GEOPROC conference*, Nov. 2003. Stockholm.
- [Su et al., 2001] Su, K., Ozanam, O. et Hoteit, N. (2001). Comportement hydrique – mécanique couplés des argilites. *Revue des études sur l'interaction entre la désaturation et le comportement mécanique des argilites Bilan des études et travaux de l'Andra 2001*, 149-153.
- [Su et Ozanam, 2001] Su, K. et Ozanam, O. (2001). Laboratoire de recherche souterrain de Meuse/Haute – Marne – influence de la désaturation sur le comportement des argilites. Note de synthèse ; Rapport Andra N° D RP AGEM 01 052.
- [Thorel et al., 1995b] Thorel, L., Ghoreychi, M. et Chanchole, S. (1995b). Argile de Haute – Marne : caractérisation géomécanique. Rapport G3S Pour l'Andra N° 621 RP G3S 95-003, août 1995.

- [Thorel et al., 1999] Thorel, L., Bauer, C., Ghoreychi, M. et Chanchole, S. (1999). Propriétés thermomécaniques des argilites silto – carbonatées de l'Est. Rapport G3S pour l'Andra N° B RP 0 G3S 96-014/A, septembre 1999.
- [Valès, 2001] Valès, F. (2001). Rapport d'étude : Géo-micromécanique. Etudes expérimentales de l'approche géo-micromécanique des argilites du site Meuse/Haute Marne. Parties 1-b. Analyses microstructurales. Rapport Andra B RP 0 LMS 2001-02/A.
- [Van Eeckhout, 1976] Van Eeckhout, E.M. (1976). The Mechanismes of Strength Reduction due to Moisture in Coal Mine Shale. Int. J. Rock Mech. Min. Sci. & Geomech. Abstr., vol. 13, pp. 61-67.
- [Wang, 2005] Wang, W. (2005). Identification du comportement mécanique de géomatériaux par micropénétration. Thèse de doctorat de 3ème cycle, Université de Montpellier II.
- [Zhang et al., 2010] Zhang, F., Xie, S.Y. et Shao, J.F. (2010). Etude expérimentale et modélisations des effets de la température sur le comportement des argilites. Rapport Andra N° RP.LML.THMC.GM6.1210.

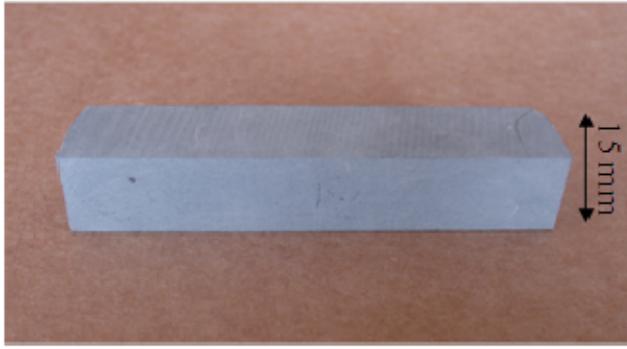
**Annexe 1 : Photos des dispositifs expérimentaux et des échantillons**



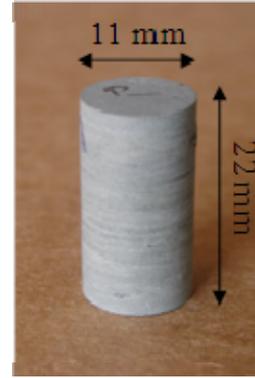
Photo A1 : Photo d'une cellule de confinement.



Photo A2 : Photo d'une scie à fil.



(a)



(b)

Photo A3 : Echantillons de essais (a) de micro indentation, (b) de mini compression simple.



Photo A4a



A4(b)

Photo A4: Photo d'une carotteuse spéciale : (a) vue générale, (b) vue détaillée



Photo A5 : Photo d'une polisseuse.



Photo A6 : Photo du système MICROPE.



Photo A7 Dispositif expérimental pour essais de micro- indentation et de mini compression à température et humidité relative contrôlées.



Photo A8 : Photo des échantillons de soumis l'humidité relative contrôlé à la température ambiante.



Photo A9 : Photo d'un échantillon après un essai de micro indentation.



Photo A10 : Photo d'étuve pour contrôler la température.



Photo A11 : Photo des échantillons endommagés en enceinte de Hr70% à 60°C.



Photo A12 : Photo des échantillons fracturés en enceinte de Hr98% à 80°C.

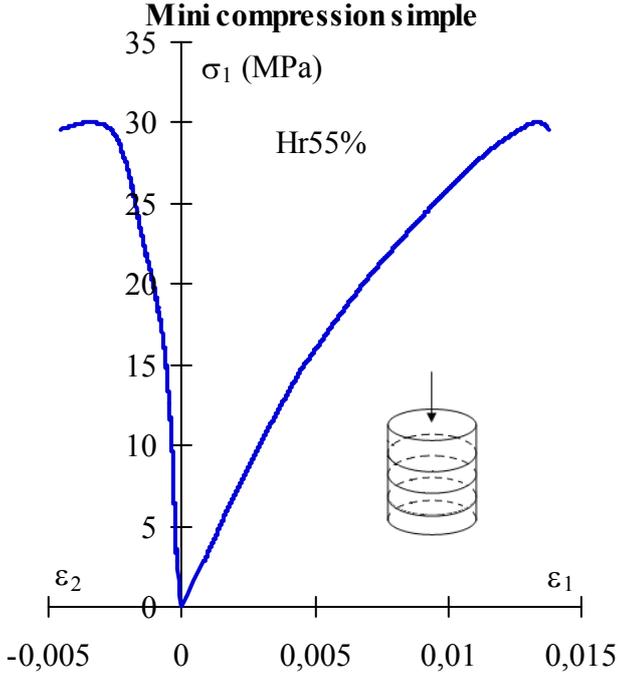


Photo A13 : Photo des échantillons fracturés en enceinte de Hr85% à 80°C

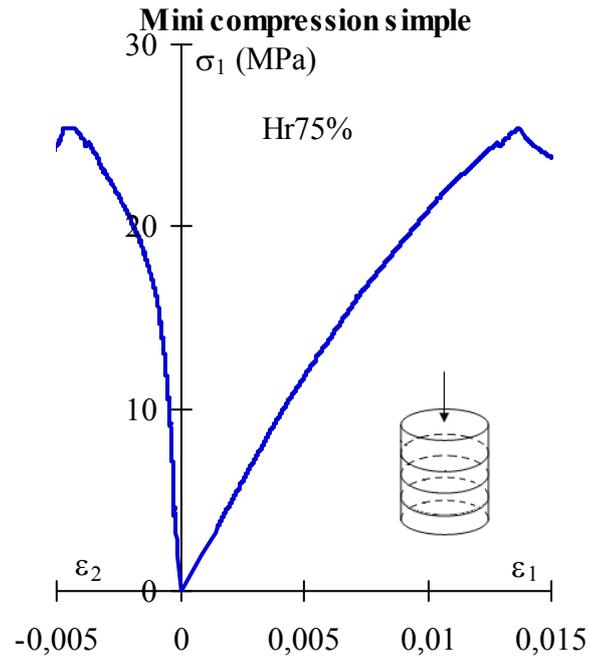


Photo A14 Un échantillon testé lors d'un essai de compression triaxiale drainée sous température imposée.

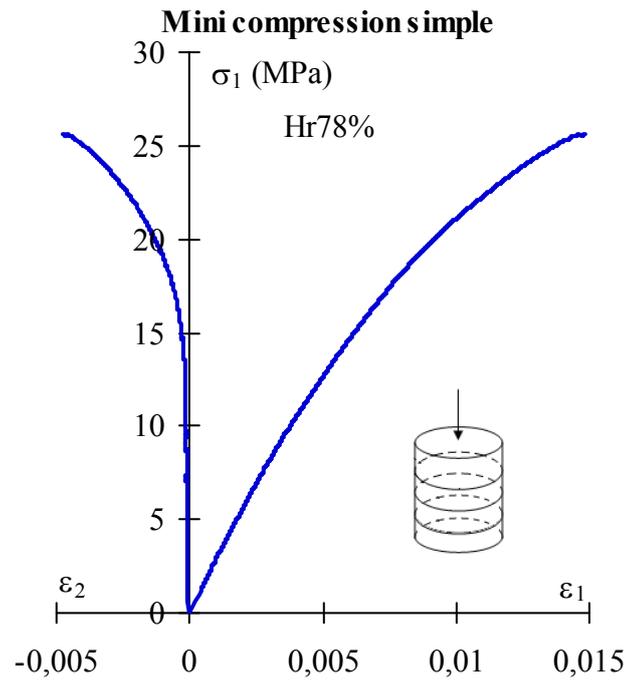
**Annexe2 : Courbes de contrainte-déformation issues des essais de mini-compression sous différentes humidités relatives**



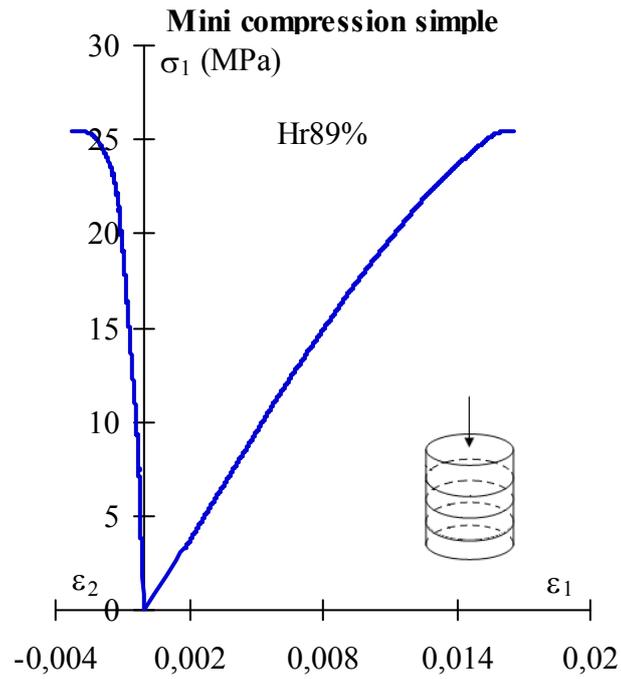
(a)



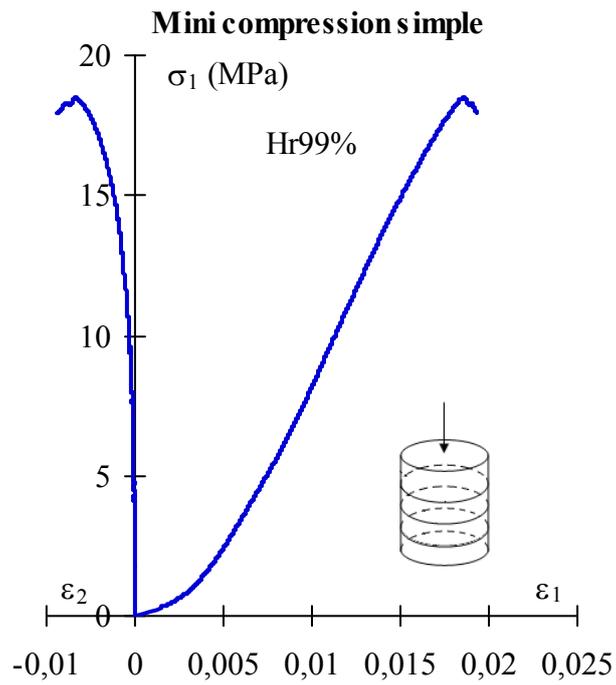
(b)



(c)

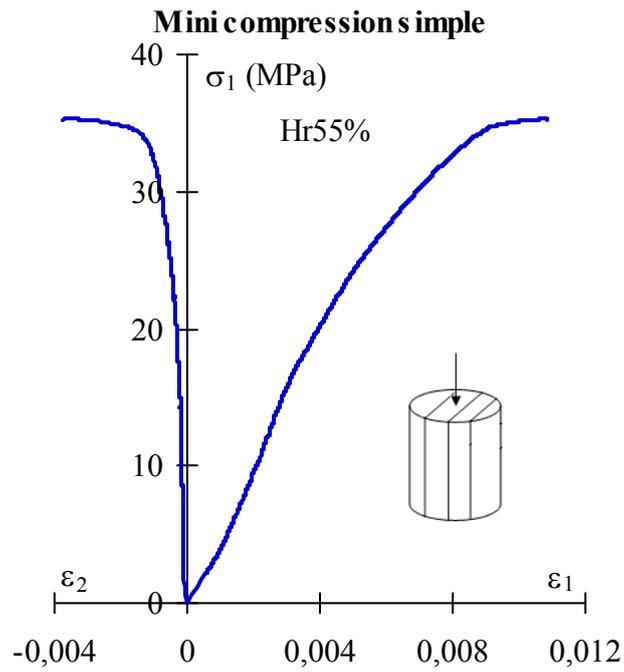


(d)

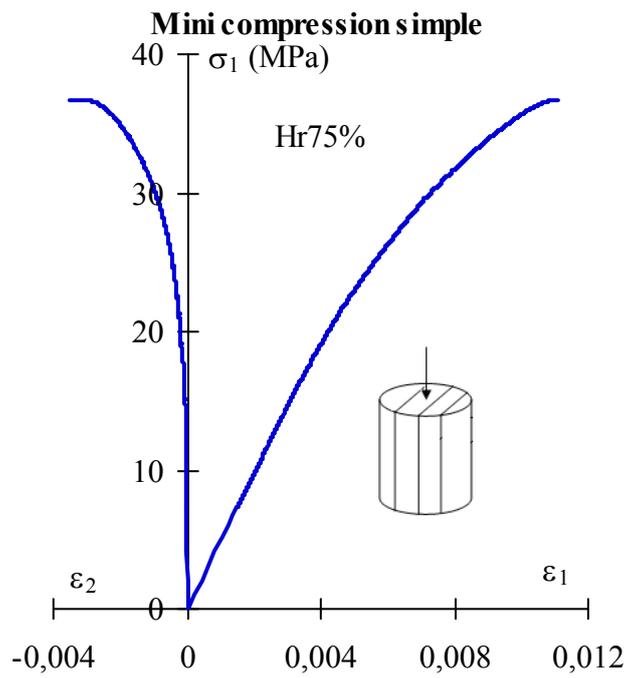


(e)

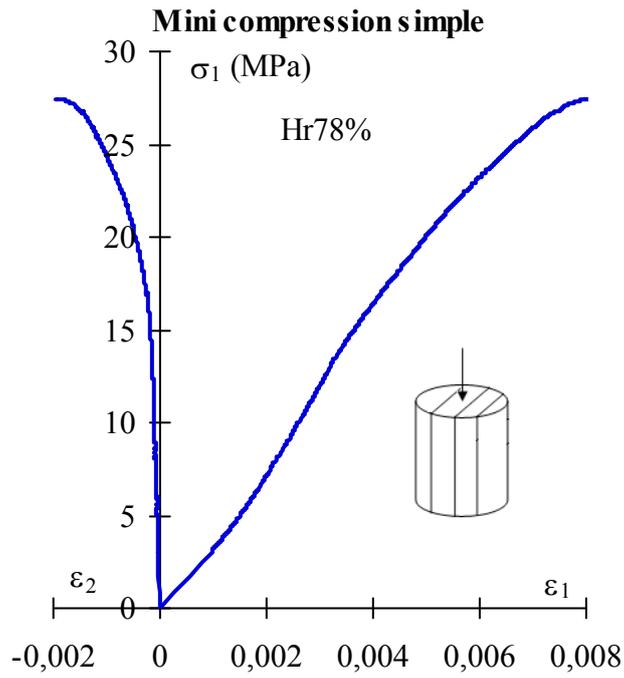
Fig. A1 Courbes de contraintes - déformations pour les essais de mini compression simple pour les cinq séries d'humidité relative dans l'axe d'orientation perpendiculaire.



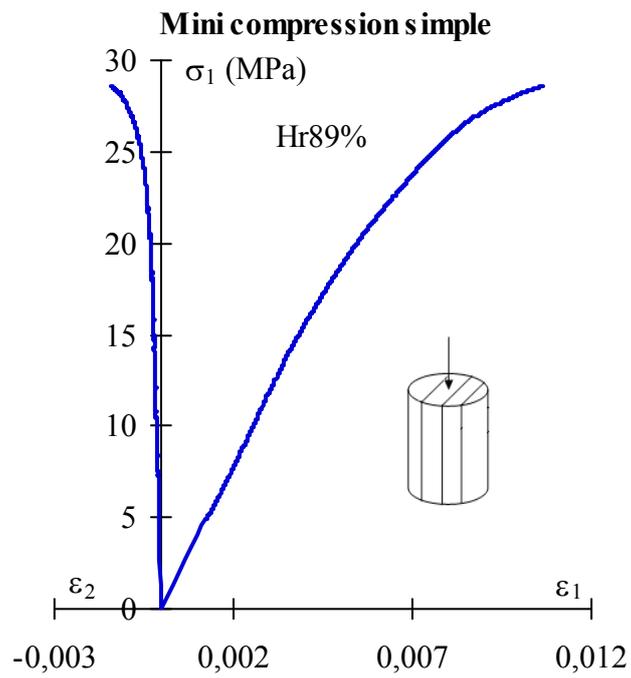
(a)



(b)



(c)



(d)

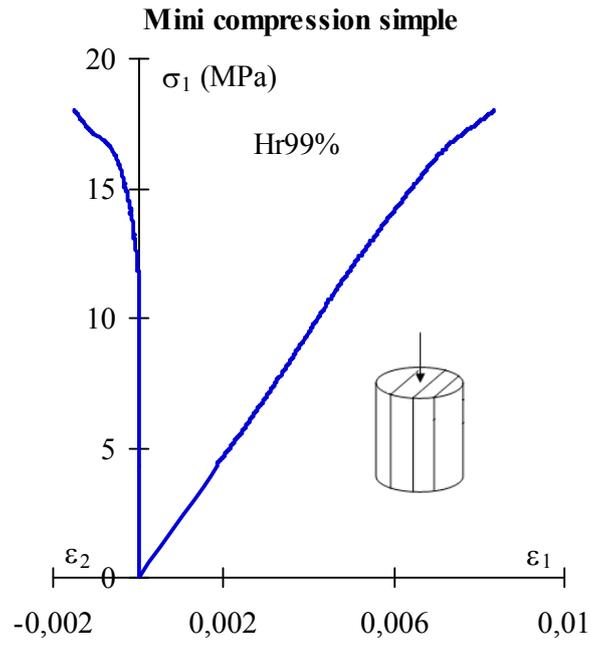
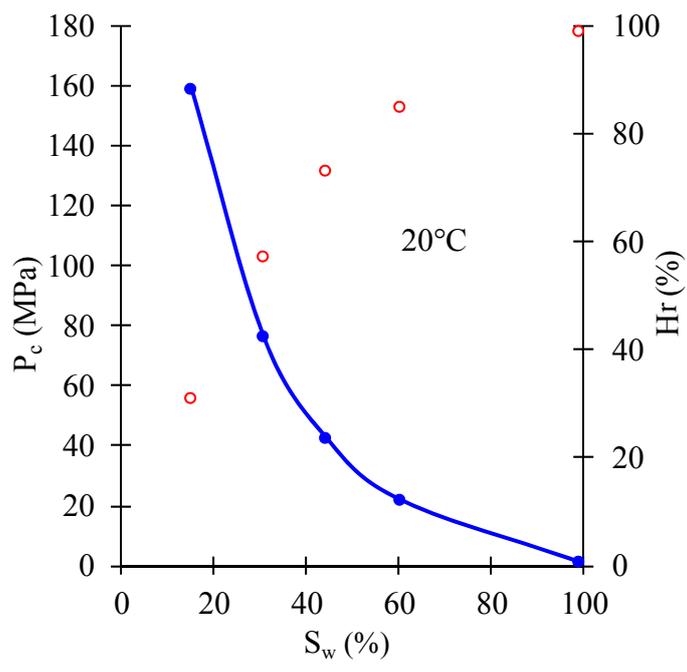
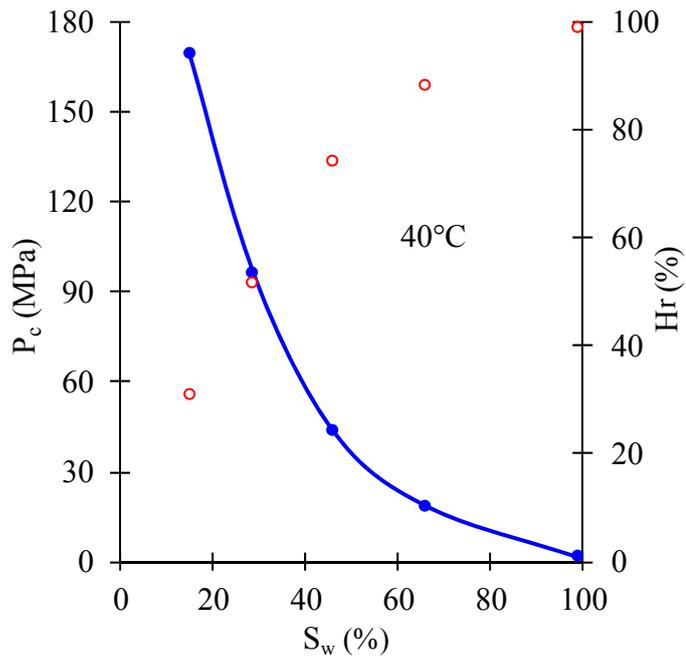


Fig. A2 Courbes de contraintes - déformations pour les essais de mini compression simple pour les cinq séries d'humidité relative dans l'axe d'orientation parallèle.

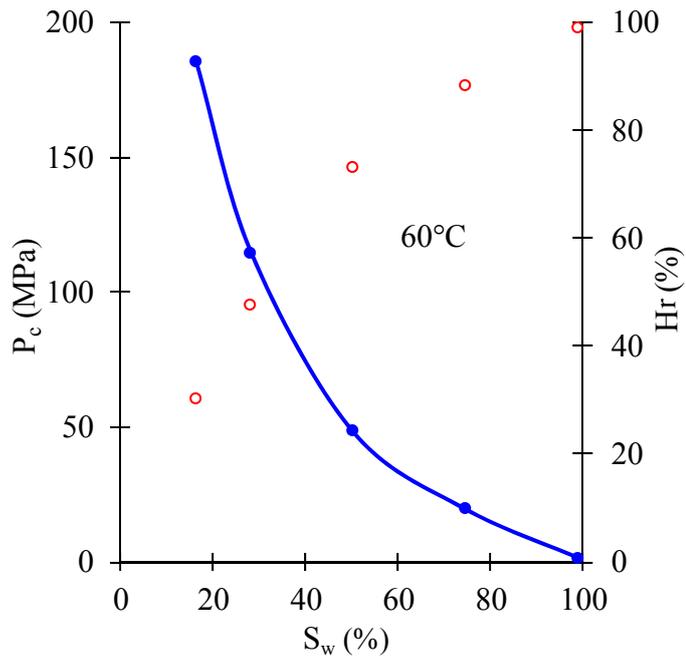
**Annexe 3 : Courbes isothermes de désorption sous différentes valeurs de température**



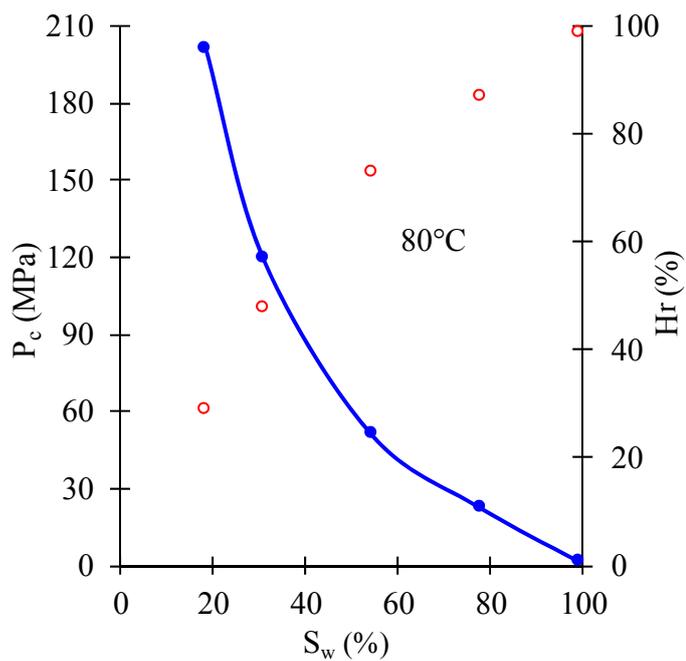
(a)



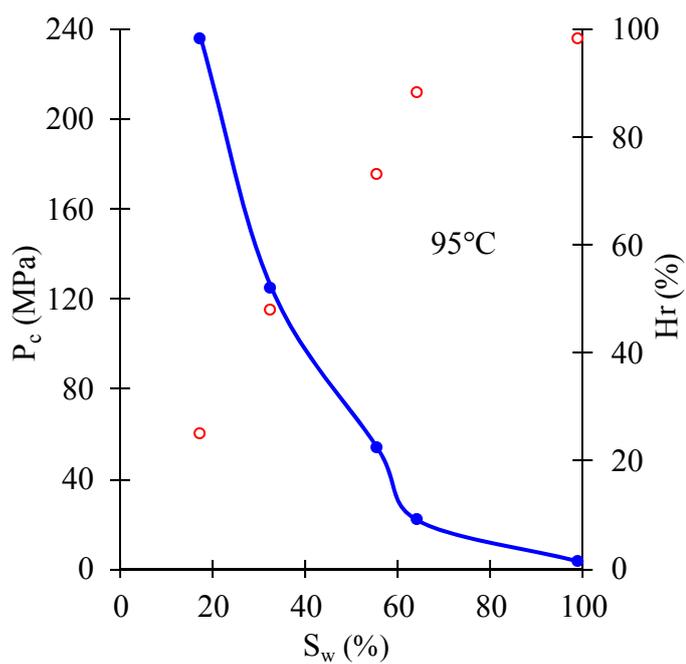
(b)



(c)



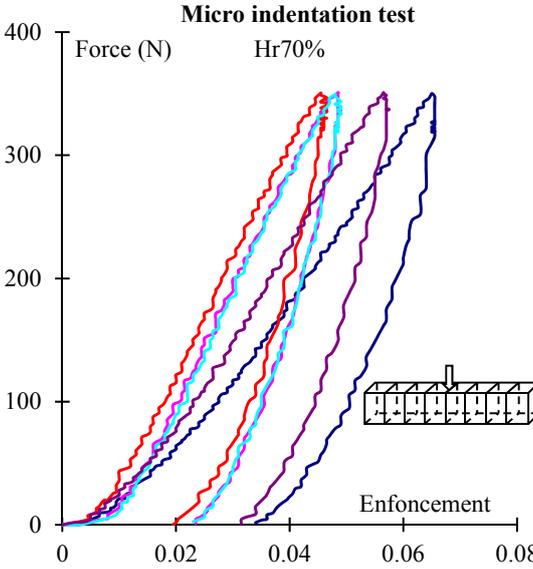
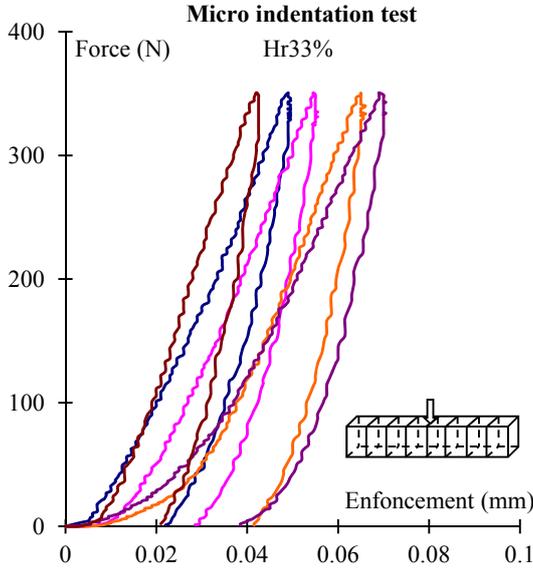
(d)

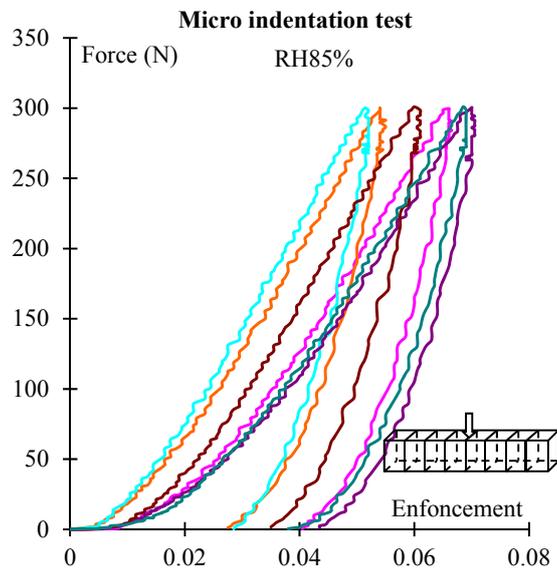
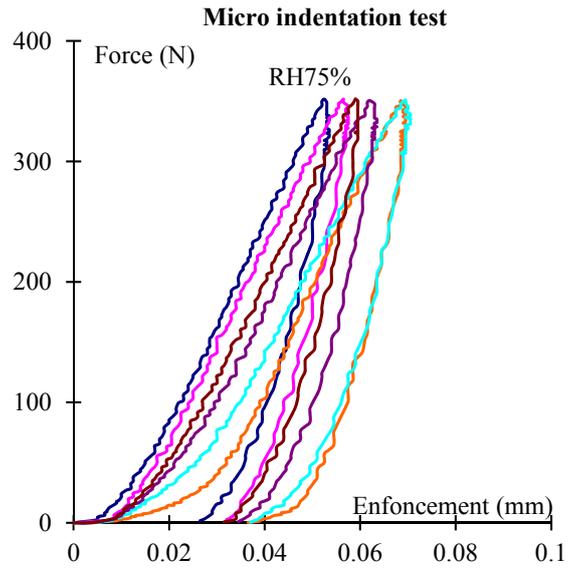


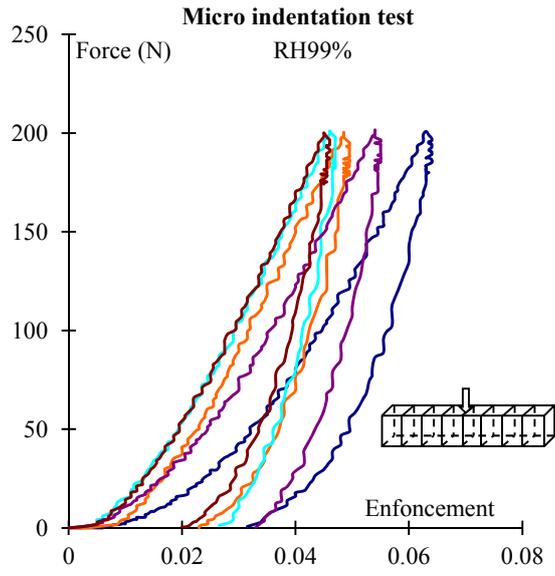
(e)

Fig. A3 Courbes isothermes de désorption issues pour différents paliers de température (20°C, 40°C, 60°C, 80°C et 95°C).

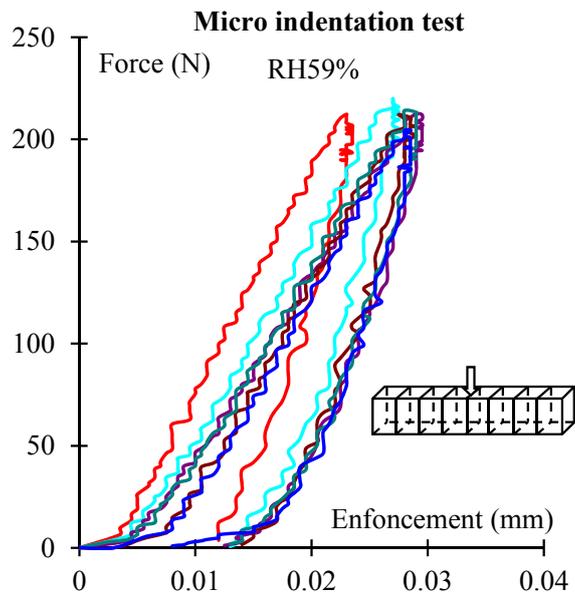
**Annexe 4 : Courbes de force – enfoncem ent des essais de micro indentation  
sous température contrôlée**

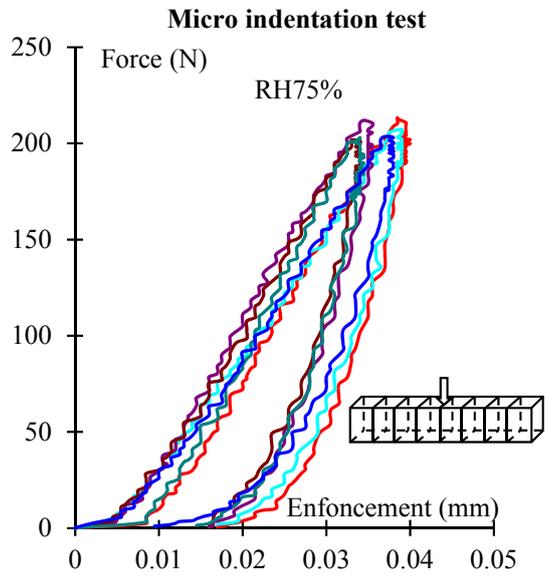
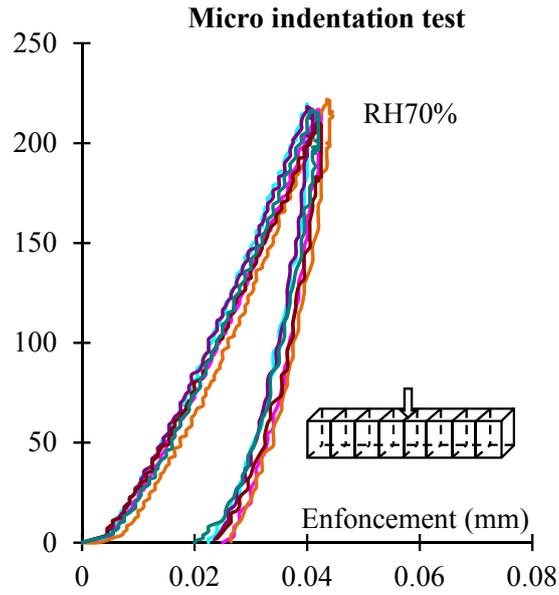


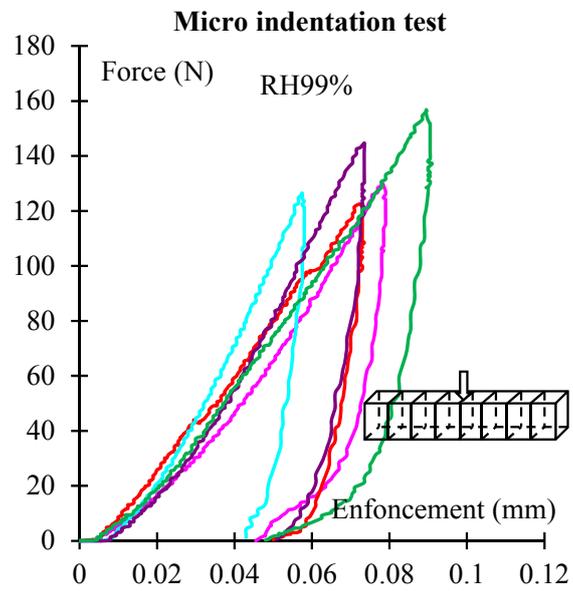
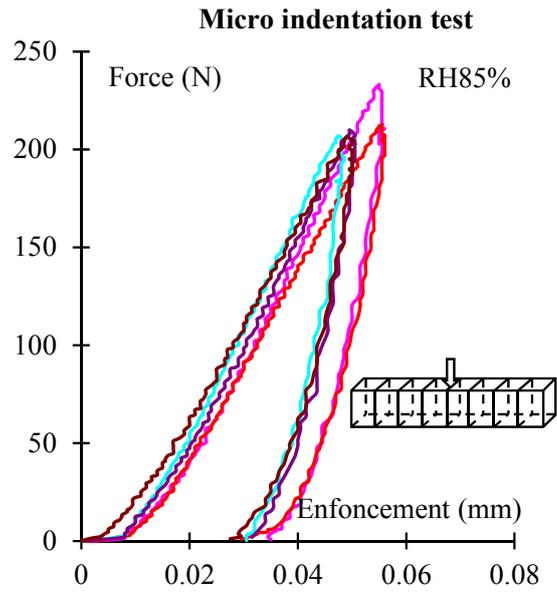




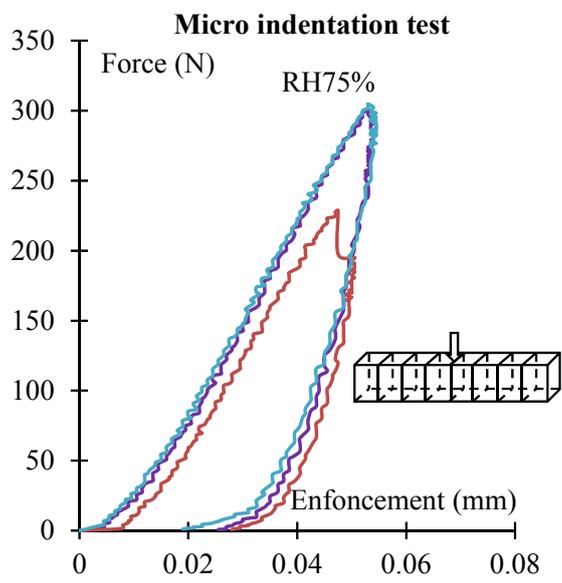
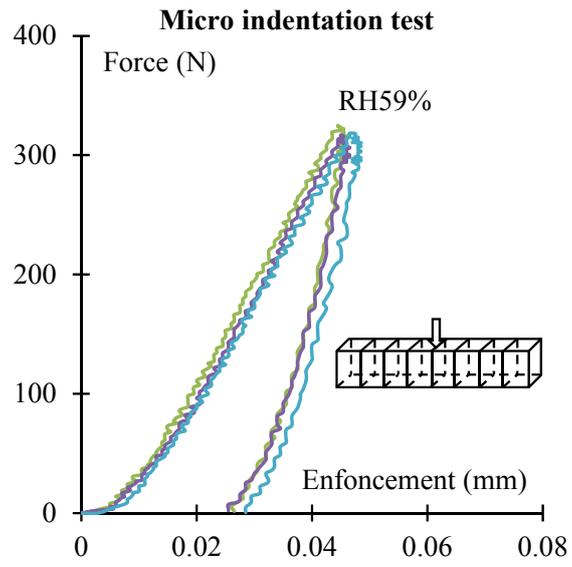
(a)

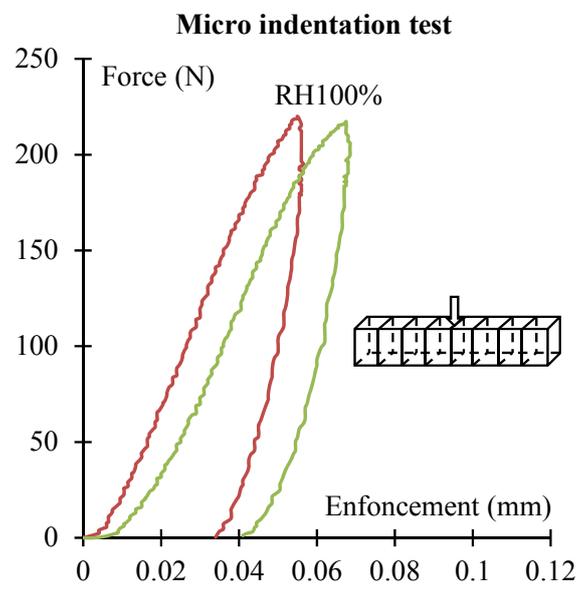
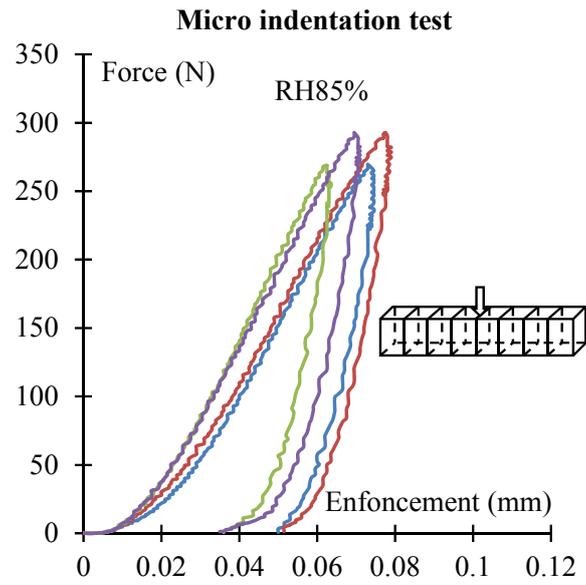




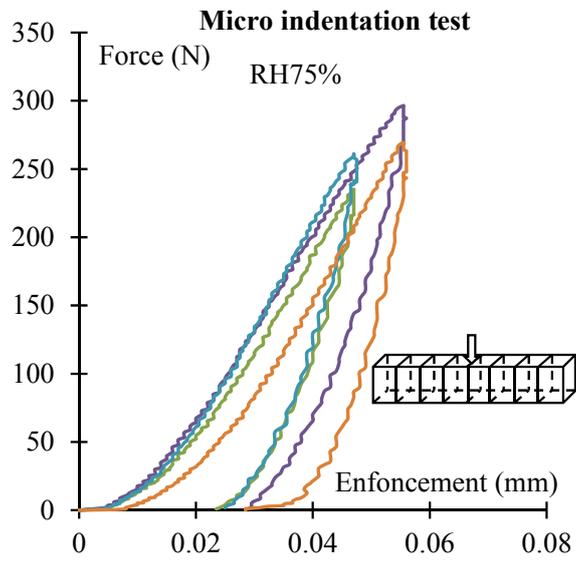
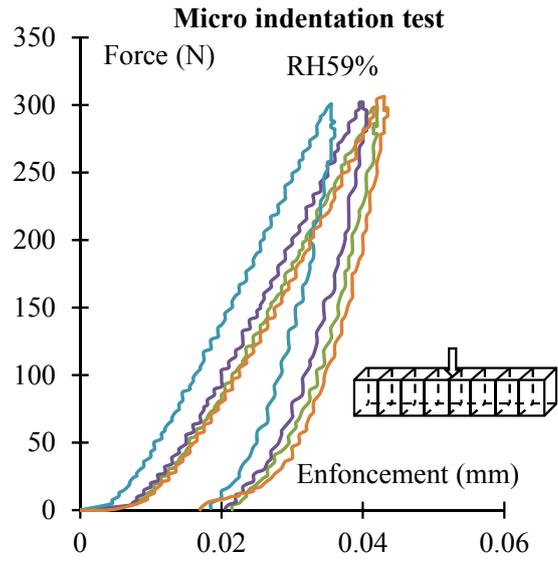


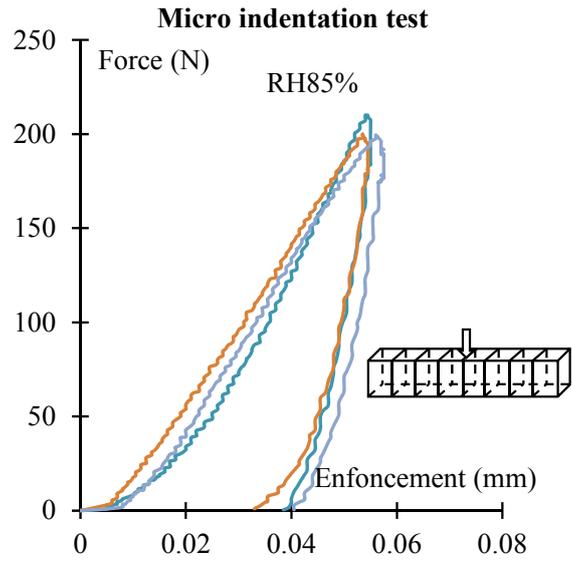
(b)



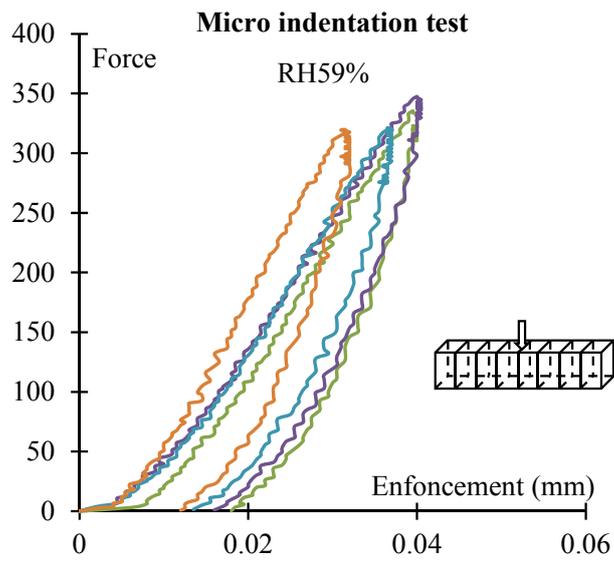


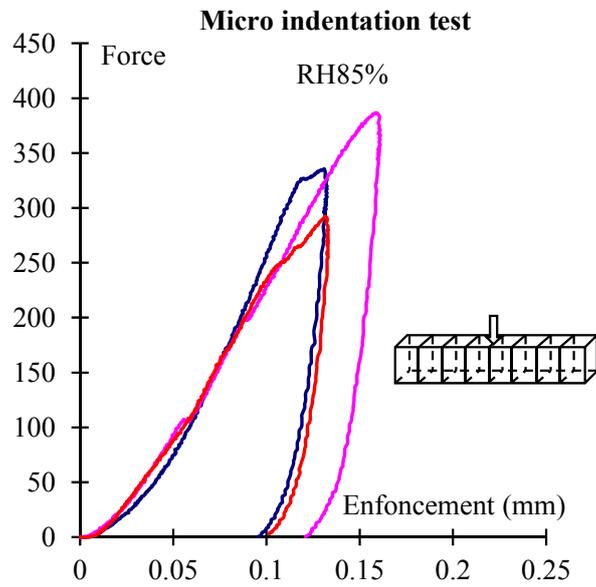
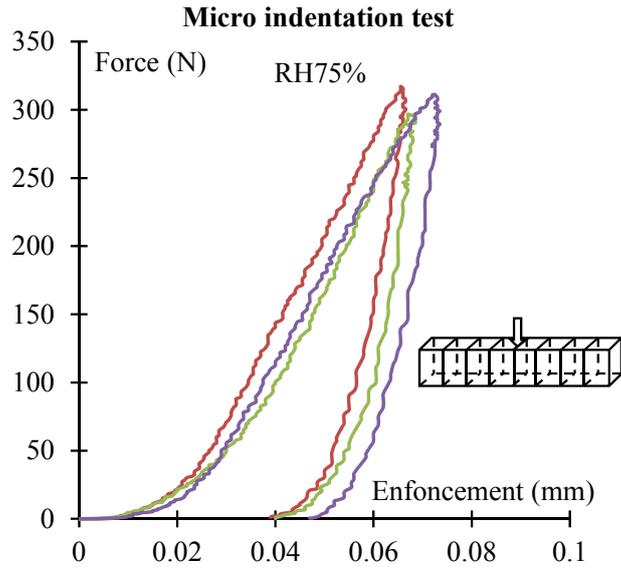
(c)





(d)

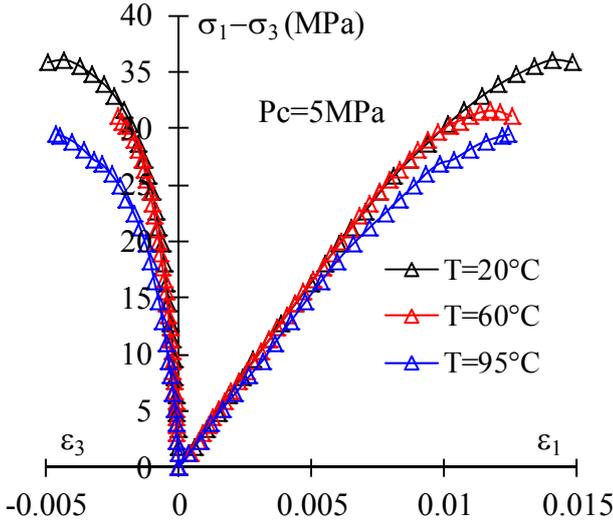




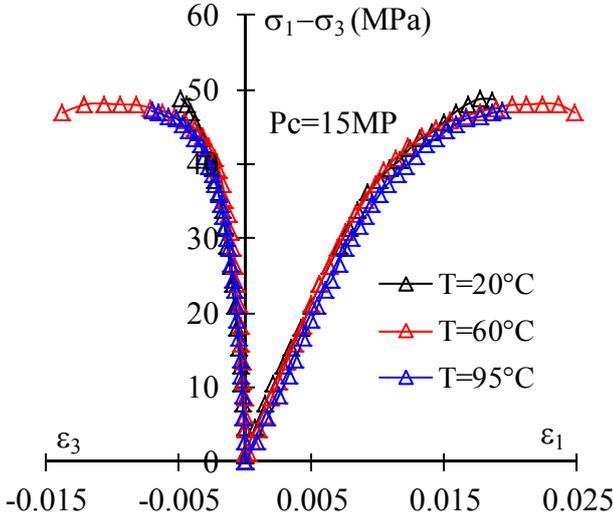
(e)

Fig. A4 Courbes de force – enfoncement d’un essai de micro indentation à (a) 20°C, (b) 40°C, (c) 60°C, (d) 80°C et (e) 95°C.

**Annexe 5 : Courbes de contraintes- déformation issues des essais de compression triaxiale sous température contrôlée**



(a)



(b)

Fig. A5 Courbes de contraintes – déformations issues des essais de compression triaxiale pour les trois gammes de température et sous différents confinements: (a) 5MPa; (b) 15MPa.