

50376  
1978  
43

N° d'ordre: 429

50376  
1978  
43

# THESE

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

pour obtenir le titre de

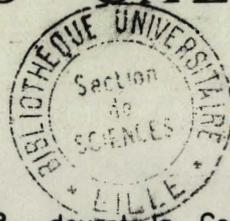
DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

par

**Jean Pierre HENRY**

\* \* \* \* \*

## MECANIQUE LINEAIRE DE LA RUPTURE APPLIQUEE A L'ETUDE DE LA FISSURATION ET DE LA FRACTURE DE ROCHES CALCAIRES.



Soutenu le 26 Juillet 1978 devant la Commission d'Examen

### Jury



030 027382 4

MM. PAQUET J.	UST Lille	Président et rapporteur
FRANÇOIS D.	UT Compiègne	Rapporteur
PANET M.	LCPC Paris	Rapporteur
BROWN E.T.	Imperial College Londres	Examinateur
CORNET F.	IPG Paris	Examinateur
PARSY F.	UST Lille	Examinateur

## REMERCIEMENTS

L'entreprise de certaines recherches présentées dans ce mémoire a coïncidé avec la création du laboratoire associé au CNRS (LA 234) "Propriétés et Structure de l'Etat Solide", laboratoire regroupant physiciens, polyméristes et mécaniciens des roches. Cette insertion dans une équipe pluridisciplinaire a donné une très nette orientation à l'étude menée et en a permis sa réalisation. Je remercie très sincèrement M. le Professeur ESCAIG, Directeur du laboratoire, pour m'avoir laissé une très grande liberté dans mes recherches, tout en s'intéressant à mon travail et me conseillant efficacement.

En fait, ce travail n'aurait pu voir le jour sans la présence de M. le Professeur PAQUET, Directeur de cette recherche qui, à partir de problèmes géologiques complexes, a su dégager des points fondamentaux, plus simples, pouvant se traiter en laboratoire avec les moyens de la mécanique et de la métallurgie physique. Qu'il veuille bien accepter ma plus profonde gratitude en remerciement de ses idées, de ses conseils, de sa clairvoyance et de son dévouement continu.

L'auteur désire également remercier les nombreuses personnes qui ont contribué à la réalisation de cette thèse et tout particulièrement :

M. PANET et MM. les Professeurs FRANCOIS et CORNET pour les critiques du manuscrit et les nombreuses discussions et suggestions ayant abouti à la rédaction finale,

M. BROWN de "l'Imperial College" de Londres et M. le Professeur PARSY pour avoir accepté de faire partie du Jury de Thèse,

MM. DOREMUS, SECQ et TANCREZ pour leur aide dans la réalisation de manipulations et de prises photographiques au microscope électronique à balayage,

Mme CORNILLE pour la tâche bien ingrate de frappe des brouillons et du manuscrit définitif.

A ma femme,  
à mes filles.

A l'aube un homme part en voyage pour quelque affaire avec ses élèves. Sur le chemin leur apparaît quelque chose qui se dresse devant eux et dont ils ne peuvent discerner la nature car il ne fait pas encore clair. L'homme se retourne vers ses élèves et leur demande, aux uns et aux autres, ce qu'il en est. Le premier dit : "Je ne sais". Le second dit : "Je ne sais et n'ai aucun moyen de le savoir". Le troisième dit : "Il est inopportun d'examiner ce que c'est, car le lever du jour va nous le révéler. Si c'est quelque chose de terrible, cela disparaîtra au grand jour. Si c'est autre chose, la nature en sera clairement discernable à nos yeux".

Aucun d'eux n'avait atteint à la connaissance. Le premier parce qu'il était ignorant, le second parce qu'il était démuné et n'avait aucun moyen de savoir, le troisième parce qu'il était paresseux et se satisfaisait de son ignorance. Mais le quatrième ne donna pas de réponse. Il se tint face à la chose, puis se mit à marcher dans sa direction. Quand il parvint auprès, il découvrit qu'il s'agissait d'une citrouille que surmontait un épais enchevêtrement d'il ne savait quoi. Alors il sut qu'un homme vivant, pleinement libre de lui-même, ne pouvait rester en ce lieu jusqu'à ce qu'un tel enchevêtrement se soit formé sur sa tête, et il aperçut du coup que c'était là un objet inanimé dressé sur le chemin. De plus, il ne pouvait être certain qu'il n'y eût pas place cachée pour quelque fumier. Aussi s'approcha-t-il tout près, frappant du pied jusqu'à ce qu'il sentit le sol. Quant il n'eut plus aucun doute, il revint vers son maître et lui rapporta ce qu'il en était.

## INTRODUCTION

L'étude de la stabilité de gros ouvrages dans les roches, tels que tunnels, barrages, stockage souterrain, nécessite entre autres connaissances, celle du comportement limite du matériau. Ce comportement-limite dans le cas des roches, lorsque le tenseur sphérique n'est pas trop élevé, s'exprime classiquement par un critère de rupture, le matériau étant considéré comme élasto fragile. Le critère de rupture exprime des relations entre les composantes du tenseur des contraintes qui, lorsqu'elles sont vérifiées en général localement, traduisent la condition de début de rupture de cette structure. Cet abord de la rupture est *globaliste* en ce sens que la structure propre de la roche (pores, fissures, défauts...) n'intervient pas directement : les propriétés limites telles la limite élastique ou l'état ultime sont déterminées expérimentalement sur les volumes de roche, c'est à dire sur un matériau *équivalent*, par des essais conventionnels (cisaillement, triaxial...).

La mécanique de la rupture aborde ce problème avec des méthodes totalement différentes : elle s'intéresse essentiellement aux défauts du matériau et à leur évolution. Les conditions de propagation de fissures et de la rupture sont alors exprimées sous forme d'énergie ; en faisant intervenir d'une part l'énergie fournie au matériau (énergie potentielle, énergie interne) et d'autre part l'énergie dépensée en la création de nouvelles surfaces pendant la propagation des défauts.

Les études envisagées dans le cadre de la mécanique de la rupture peuvent se diviser en deux grands groupes :

1° Détermination, pour les différents matériaux, des paramètres conditionnant la propagation ; caractérisation de la propagation des fissures (microfissuration, branchement, zone plastique...) ; influence de la microstructure et du milieu environnant sur la propagation.

Dans le cas des matériaux fragiles, cet abord que l'on peut inclure dans la "science des matériaux", est pratiqué couramment pour l'étude des verres et céramiques. Dans le cas des roches, exceptées quelques études très ponctuelles, cette méthodologie reste souvent délaissée.

2° Application à l'étude de description de phénomènes (par exemple rupture en compression, en flexion...) ou encore et surtout à l'étude de la stabilité d'ouvrages ou de structures.

Des applications, récentes, ont pris une grande ampleur grâce au développement des moyens automatisés de calculs et des méthodes numériques de calcul (méthode des éléments finis, *Boundary element method*, méthode des discontinuités de déplacement...).

L'objet de ce travail se situe essentiellement dans le premier groupe, les applications présentées (chapitre 5 excepté), restant proches de la "science des matériaux". Bien que le milieu naturel montre des matériaux plus complexes que ceux dits artificiels, il importe de développer leur étude expérimentale. Afin de garder comme préoccupation première, l'analyse des phénomènes de rupture, on a choisi une catégorie de roches très simples du point de vue structural car monominérales et de taille de grains assez homogène : il s'agit des roches calcaires à haute teneur en carbonate de calcium. Les roches calcaires présentent en outre l'avantage d'offrir une gamme étendue de matériaux : granulométrie très fine (grains de l'ordre du micron) et porosité variable (micrites et craies) ou granulométrie fine à moyenne (grain de 200  $\mu\text{m}$  à quelques millimètres) et faible porosité (marbres). De plus, les sollicitations ont été choisies simples : la fracturation a été conduite sous l'effet de contraintes de traction (mode 1).

Le matériau particulier utilisé dans ce travail, les calcaires, a permis d'aborder la mécanique de la rupture des matériaux au sens large puisque l'on a pu en faire varier la porosité et la granulométrie tout en respectant l'unicité du composant majeur : la calcite  $\text{CaCO}_3$ .

Les conditions de propagation des fissures ont été examinées selon le critère de GRIFFITH, et s'expriment au travers d'un paramètre dépendant du matériau : l'énergie de surface  $\gamma$  ou l'énergie critique d'avancement de fissure  $G_c$  ou le facteur d'intensité de contrainte critique  $K_{Ic}$ . Ces paramètres ont été déterminés, expérimentalement, par flexion 3 points de poutres préentaillées. Il a été distingué (chapitre 2) dans le cas des roches calcaires, l'énergie  $\gamma_i$  nécessaire pour faire démarrer la fissure, et l'énergie  $\gamma_F$  nécessaire pour obtenir la fracture complète, c'est à dire l'énergie pour propager les fissures sur de grandes distances. Les influences de la microstructure (porosité, granulométrie, fissuration naturelle) et de l'environnement (température, liquides imprégnants) sur ces deux paramètres de propagation ainsi que sur  $K_{Ic}$  sont alors envisagées. Les résultats ont été interprétés par des études de fractographies.

Dans l'étude précédente, il est supposé que le milieu environnant n'interagit pas avec le matériau au niveau de la fissure, c'est à dire que la condition de GRIFFITH a une forme inchangée en fonction du liquide imprégnant. S'il n'en n'est pas ainsi, l'évolution de fissure peut avoir lieu à des vitesses très faibles, et cette évolution dépendra essentiellement de la nature du liquide imprégnant la roche.

Le chapitre 3 étudie donc l'interaction entre les contraintes, par l'intermédiaire du facteur d'intensité de contrainte  $K_I$ , et la vitesse lente, de propagation d'une fissure provoquée. L'eau ayant une grande importance dans les massifs calcaires, l'attention s'est portée sur ce liquide. Afin de donner des tendances sur les phénomènes pouvant intervenir en tête de fissure, d'autres liquides ont également été employés : des alcools pour éliminer les phénomènes de dissolution, des solutions légèrement acides pour augmenter la dissolution et des solutions basiques pour augmenter la cristallisation. L'influence de la température a été également envisagée.

Les chapitres suivants qui constituent la deuxième partie de ce mémoire sont des applications plus ou moins directes des résultats obtenus précédemment par la mécanique de la rupture :

- étude des relations entre la microstructure et la résistance à la traction et à la compression ; le critère de propagation déterminé à partir d'essai sur éprouvettes préentaillées peut-il s'appliquer localement en traction ? Le comportement plus ou moins *fragile* en compression est-il lié à des caractéristiques particulières de propagation de fissures ? Ou : la résistance à la traction en fonction de la température peuvent elles s'interpréter par la mécanique de la rupture (chapitre 4).

- dépouillement par la mécanique de la rupture des essais Brésiliens sur disques et anneaux pour deux roches calcaires à grains fins, et comparaisons des résultats avec ceux proposés par HARDY (chapitre 5).

- interprétation des variations de la contrainte de rupture en fonction de la vitesse de déformation et du temps nécessaire pour obtenir la rupture sous charge constante, par l'hypothèse d'une fissuration lente et subcritique du matériau (chapitre 6).

- recherche des conditions optimales de forabilité des roches calcaires par l'outil au carbure et surtout par l'outil aux diamants ; (chapitre 7).

La mécanique de la rupture faisant intervenir l'ensemble des phénomènes mécaniques et physico-chimiques, le présent travail recouvre l'effet de l'environnement sur le phénomène de la rupture. L'approche de cette influence reste grossière, car le développement des fissures à l'échelle microscopique sous l'effet du milieu environnant est très difficile à analyser et relève de la physico-chimie des surfaces. Néanmoins, la caractérisation rhéologique des matériaux choisis a

été réalisée au moins phénoménologiquement en fonction de la nature du milieu environnant.

Dans ce présent travail, nous avons utilisé une unité non conventionnelle pour le facteur d'intensité de contrainte  $K_1$ , le  $\text{daN}\cdot\text{mm}^{-3/2}$ , unité que nous avons employée dans les différentes publications ; la conversion est  $1 \text{ daNmm}^{-3/2} = \frac{1}{\sqrt{10}} \text{ MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$ .

## Chapitre 1.

# LA RUPTURE DANS LES MATERIAUX FRAGILES:

## CRITERES.

L'étude menée dans ce mémoire s'adresse aux matériaux fragiles que sont les roches. La définition de la fragilité, du point du comportement de matériaux est délicate à donner. Retenons les définitions simplifiées suivantes | 63 |.

"Fragile (brittle) se dit du comportement d'un solide peu déformable lorsqu'il se rompt sans déformation appréciable importante".

"Se dit aussi du mode de rupture d'un solide lorsque la séparation des deux parties n'est pas précédée par des glissements relatifs dans la zone de rupture".

Si ces définitions sont en toute rigueur fausses, elles permettent surtout de caractériser les matériaux fragiles par opposition aux matériaux ductiles, à partir de courbes contraintes-déformations.

Il arrive également que la fragilité soit considérée comme un comportement caractérisé par une résistance à la traction faible devant la résistance à la compression.

Notons que la fragilité n'est pas un comportement intrinsèque des matériaux ; il suffit d'accroître la pression hydrostatique pour que le comportement évolue vers un comportement ductile | 62 - 100 |.

### .1 Critères de rupture exprimés à partir de défauts non évolutifs.

Ces critères expriment des relations entre les composantes du tenseur des contraintes. Si en un ou plusieurs points du matériau ou de la structure ces relations se trouvent vérifiées alors la rupture apparaîtra en ces points. Ces relations ne peuvent pas être appliquées pour décrire la rupture globale de la structure comme ils le sont trop souvent utilisés, car dès que le critère est vérifié en un point, la forme de la structure change (naissance de fissures), les conditions limites changent et par conséquent la distribution de contraintes dans le matériau est totalement modifiée.

Les principaux critères de rupture seront présentés et critiqués.

#### 1.1.1 RAPPELS DES PRINCIPAUX CRITERES POUR LES MATERIAUX FRAGILES.

##### Critère de GRIFFITH |61|

Après avoir étudié les conditions énergétiques de propagation de fissures (voir § 1.2.2) GRIFFITH a essayé de montrer que l'initiation de la fracture sous

des états de charge de compression était due aux concentrations de contraintes de traction le long de défauts elliptiques aléatoirement orientés dans le matériau. En supposant le grand axe de l'ellipse très supérieur au petit axe, le critère s'écrit :

$$(1.1) \quad \sigma_2 = \sigma'_0 \quad \sigma_1 + 3\sigma_2 < 0$$

$$(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + 8\sigma'_0 (\sigma_1 + \sigma_2) = 0 \quad \text{si} \quad \sigma_1 + 3\sigma_2 > 0$$

avec  $\sigma_1 > \sigma_2$ , les contraintes de compression étant comptées positivement et  $\sigma'_0$ , la résistance à la traction du matériau. Dans ce critère, la résistance à la compression est, en module, huit fois supérieure à la résistance à la traction, résultat non conforme aux données expérimentales (le plus souvent le rapport est supérieur à 10). Par ailleurs, ce critère admet des états non hydrostatiques infinis ( $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ ) ce qui est contraire aux résultats expérimentaux.

Dans le plan de Mohr ( $\sigma, \tau$ ), l'enveloppe du cercle construit à partir des contraintes principales  $\sigma_1$  et  $\sigma_2$  est, en utilisant le critère de GRIFFITH, une parabole :

$$(1.2) \quad \tau^2 = -4\sigma'_0 \sigma + 4\sigma'_0{}^2$$

Le critère de GRIFFITH correspond à la réalité expérimentale lorsque le tenseur des contraintes a un tenseur sphérique dont la composante est de traction ou faiblement de compression. Dans ce cas, le critère de GRIFFITH est à peu près semblable au critère de RANKINE ou critère des contraintes principales maximales. Lorsque la pression hydrostatique augmente, le critère de GRIFFITH rend nettement moins bien compte des conditions de rupture.

. Critère de MAC CLINTOCK - WALSH | III |

Lorsque les contraintes de compression sont élevées, certains défauts aplatis se ferment. Sous l'effet des contraintes de compression, un glissement relatif des lèvres de la fissure apparaît, engendrant sous l'effet des contraintes normales des contraintes de cisaillement au niveau de la fissure. Pour des problèmes-plan, le critère de rupture a alors la forme du critère de COULOMB-NAVIER :

$$(1.3) \quad \sigma_1 \left\{ (1 + \mu^2)^{1/2} - \mu \right\} - \sigma_2 \left\{ (1 + \mu^2)^{1/2} + \mu \right\} = -4\sigma'_0 \sqrt{1 + \left(\frac{\sigma_c}{\sigma'_0}\right)^2} - 2\mu\sigma_c$$

avec  $\sigma_c$  : contrainte nécessaire pour fermer le défaut

$\mu$  : coefficient de frottement de la roche au niveau des lèvres du défaut.

Remarquons que les critères précédents de GRIFFITH et de MAC CLINTOCK-WALSH sont établis pour un matériau contenant des défauts et soumis à des états de contraintes biaxiaux à l'infini. Lorsqu'on applique ces critères, on suppose que le matériau se comporte comme un matériau continu équivalent, équivalent dans le sens que les propriétés élastiques sont celles de la matrice et des défauts. Une contradiction existe alors à ce niveau.

. Autres extensions en compression du critère de GRIFFITH.

En problèmes plans, FAIRHURST |46|, a généralisé le critère de GRIFFITH en faisant passer la parabole (1.1.) par la valeur expérimentale de la résistance à la compression. MURREL |122| lui, a généralisé le critère de GRIFFITH à l'espace en supposant que l'extension de la parabole (1.1) à l'espace est un parabolôïde.

La condition d'intersection entre ce paraboloïde et la pyramide ( $\sigma_1 = \sigma'_0, \sigma_2 = \sigma'_0, \sigma_3 = \sigma'_0$ ) conduit à une valeur de la résistance à la compression douze fois supérieure, en module, à celle de la traction. Ce critère a une forme semblable à celui proposé par STASSI D'ALIA [123] avec le sommet du paraboloïde tronqué par la pyramide ( $\sigma_1 = \sigma'_0, \sigma_2 = \sigma'_0, \sigma_3 = \sigma'_0$ ). Cette pyramide correspond plus particulièrement au comportement fragile. Dans cet ordre d'idée, PAUL [130] propose de tronquer la surface caractéristique du critère de COULOMB (pyramide irrégulière), par la pyramide précédemment définie pour avoir un critère de rupture de matériaux fragiles.

Une autre façon de construire un critère de GRIFFITH généralisé est de supposer que le critère parabolique (1.2) obtenu en plan de Mohr pour l'enveloppe du cercle de centre  $(\sigma_1 + \sigma_2)/2$  et de rayon  $(\sigma_1 - \sigma_2)/2$  conduit à un critère de courbe intrinsèque de Mohr (enveloppe du plus grand cercle de Mohr), de type parabolique ou de type COULOMB. Ceci suppose que la contrainte intermédiaire n'intervient pas dans le processus de rupture, hypothèse très largement discutée. [ 15, 17, 41, 66, 97, 107, 117, 122 ]

Enfin, on notera un critère de rupture à trois paramètres [114] qui permet d'intégrer de nombreuses valeurs expérimentales, sous une expression mathématique assez simple ; ce critère utilise une généralisation à l'espace de la lemniscate de BERNOUILLI et tient compte de la contrainte intermédiaire :

$$\sigma_1^2 + \sigma_2^2 + \sigma_3^2 + 2\sigma'_0 (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) + 2\sigma_0'^2 - 2b\sigma_1\sigma_2\sigma_3 - 2a^2 \left[ \sigma_1\sigma_2 + \sigma_2\sigma_3 + \sigma_3\sigma_1 + \sigma'_0 (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) + \sigma_0'^2 \right] = 0$$

avec  $a = \frac{\sigma_0'^2 + (\sigma'_0 + \sigma''_0)^2}{2\sigma'_0 (\sigma'_0 + \sigma''_0)}$

$\sigma''_0$  , la résistance ultime à la compression,

b , le paramètre permettant d'ajuster le critère avec un résultat d'essai triaxial.

Ce critère permet de tenir compte de la contrainte intermédiaire dont l'effet est important selon MOGI [117]. A l'aide des invariants ce critère s'écrit :

$$2 J_2^2 + \rho(I_1) - J_2 + g(I_1) = b J_3$$

avec  $I_1 = \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{3}$

$J_2, J_3$ , les invariants du tenseur déviatorique des contraintes.

L'expression précédente due à MAGNAS et AUDIBERT [114] généralise celle proposée par MOGI [117].

### 1.1.2 CRITIQUES.

Le calcul à la rupture avec de tels critères s'effectue ainsi :

- a) calcul de la distribution de contrainte dans le matériau supposé parfaitement continu, par la théorie de l'élasticité linéaire par exemple,
- b) recherche, dans le matériau, du point le plus défavorable vis à vis du critère choisi. Cette étape permet alors de trouver l'état de charges extérieures à appliquer à la structure pour que, au point le plus défavorable, le critère soit au maximum vérifié.

Une telle analyse conduit quelquefois à des résultats très éloignés de la réalité, car le critère est utilisé comme critère de rupture et non comme critère d'initiation de la fissuration ; les résultats sont d'autant plus incorrects que la fissuration créée peut se propager de façon stable. Quelques exemples le montreront :

1° Les essais indirects de traction, notamment les essais Brésiliens, ne conduisent pas tous, lorsqu'on les interprète avec les critères précédents, à la même valeur de la résistance à la traction. Les essais Brésiliens sur anneaux conduisent, dans leur interprétation, à une valeur de la résistance nettement trop importante par rapport à celle donnée par l'essai direct | 70 | : dans le cas où le rayon du trou de l'anneau tend vers 0, la résistance obtenue est six fois supérieure à celle donnée par l'essai Brésilien sur disque plein, cette dernière étant proche de celle donnée par l'essai direct.

Cette différence entre la théorie et l'expérience n'a jamais été correctement expliquée. Elle pose des problèmes aux praticiens de la mécanique des roches qui ne savent pas exactement quelle formule utiliser pour calculer la résistance à la traction à partir de compression diamétrale de disques ou d'anneaux.

La contradiction sera explicitée au chapitre 5.

2° Les caractéristiques mécaniques à la rupture varient avec la vitesse de déformation ou de chargement tant en traction | 70, 116, 139 | qu'en compression | 85, 134 | ou qu'en condition de contraintes triaxiales | 35, 109, 151 |. De telles variations s'effectuent toujours dans le même sens : plus la vitesse est élevée plus les contraintes de rupture sont élevées. En général, on attribue l'abaissement de la contrainte de rupture pour des vitesses faibles au développement de phénomènes plastiques liés à une mobilité de dislocations. Une telle explication n'est pas généralisable. Les calcaires micritiques à faible porosité et à grains microniques ne montrent aucune plasticité à l'échelle du grain (voir Annexe 2) et montrent néanmoins un abaissement de la contrainte de rupture lorsque la vitesse de déformation diminue.

L'interprétation de la dépendance entre contrainte de rupture et vitesse de déformation ou de chargement est à rechercher dans le développement d'une microfissuration. Les mesures de variation volumique (dilatance) confirmées par des mesures de perméabilité sous charge | 136 | et par détection de bruits | 135 | indiquent qu'au delà d'une contrainte dite de limite élastique, la microfissuration apparaît.

3° A contraintes constantes et sans déformation notable, on observe des ruptures différées assez proches de la "contrainte ultime", en laboratoire | 78 | ou dans les tunnels (écaillage des parois latérales, ou effondrement tardif après percement) | 128, 162, 163 |.

4° Les caractéristiques mécaniques à la rupture varient en fonction des liquides imprégnants en traction | 39, 170, 171 | en compression | 20, 25, 40, 104, 154, 159 | ainsi qu'en état triaxial de contraintes | 144 |. Les critères classiques ne sont pas satisfaisants car ils ne rendent pas compte de cette influence de l'environnement.

Ces quelques exemples indiquent bien que les critères de rupture faisant appel à des défauts non évolutifs ne permettent pas une interprétation complète des phénomènes. Le comportement à la rupture est lié au développement de microfissures. Le critère de GRIFFITH (1.1) ne peut pas s'appliquer à la rupture globale de l'échantillon mais simplement à l'initiation d'une fissure et donc à l'agrandissement d'un défaut. Dès lors, il importe de poursuivre la recherche de critères intégrant les conditions de stabilité ou d'instabilité de telles fissures, conduisant irrémédiablement ou non à la rupture. Il convient alors d'élucider les mécanismes de propagation qu'ils soient physico-chimiques, purement mécaniques ou mixtes.

On conçoit aisément qu'en restreignant le critère de GRIFFITH à la condition de démarrage d'une ou plusieurs fissures standards qui détermineront la rupture, on ne décrit pas la rupture en elle-même. Un critère de rupture rendra compte *et de l'initiation et de la propagation* des fissures jusqu'à la ruine complète de l'objet considéré.

## 2 Critères de rupture liés à des défauts évolutifs.

Par concentration de contraintes autour de défauts préexistants, une fissure démarre et acquiert, en tête, un rayon de courbure plus petit que le défaut dont elle est issue. Plusieurs types principaux de défauts se rencontrent dans les roches : pores plus ou moins sphériques ou cylindriques (roches sédimentaires), fissures naturelles de toute taille d'origine tectonique, différences locales de minéralogie créant des incompatibilités des déformations en joints de grain [164]. La fissure qui va naître et évoluer en fonction du champ de contrainte appliqué est très fine dans le cas des matériaux fragiles. Le champ de contrainte en tête de fissure est par conséquent élevé.

### 1.2.1 CHAMP DE CONTRAINTE ASSOCIE A UNE FISSURE. MODES DE PROPAGATION D'UNE FISSURE - FACTEURS D'INTENSITÉ DE CONTRAINTE.

Cette approche est classique en métallurgie physique. Les principaux points utiles à la compréhension du présent mémoire seront présentés succinctement.

La modélisation d'une fissure nécessaire pour effectuer les calculs consiste à prendre une discontinuité de matière infiniment fine ou, ce qui revient au même, un rayon de courbure nul en tête.

IRWIN [94] a alors décomposé les sollicitations extérieures en trois sollicitations fondamentales qui sont définies par rapport au plan de la fissure et au front de la fissure :

- a) une sollicitation de *traction* perpendiculaire au plan de la fissure (mode 1 ou mode de traction),
- b) une sollicitation de *cisaillement* dans le plan de la fissure et dont l'action est perpendiculaire au front de la fissure (mode 2 ou de cisaillement),
- c) une sollicitation de cisaillement parallèle au plan de la fissure et dont l'action est parallèle au front de la fissure (mode 3 ou de torsion).

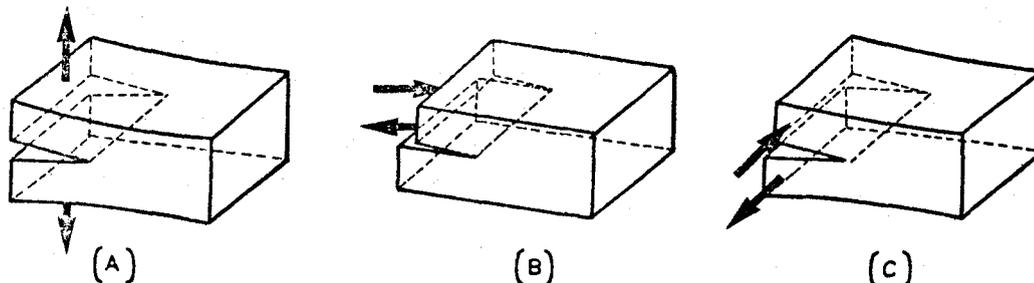


Figure 1.1

Définition des trois modes fondamentaux de propagation d'une fissure :

- (A) mode 1 ou mode de traction
- (B) mode 2 ou mode de cisaillement
- (C) mode 3 ou mode de torsion.

Soit un repère orthonormé en un point M de la tête de la fissure tel que l'axe x soit dans le plan tangent en M à la fissure et de direction perpendiculaire au sommet de la fissure en M, et l'axe y normal au plan tangent en M à la fissure (fig. 1.2). Dans ce repère, pour un point P du plan (xy) situé à une distance r petite du point M et tel que  $(Mx, MP) = \theta$ , on montre | 94 | que quelle

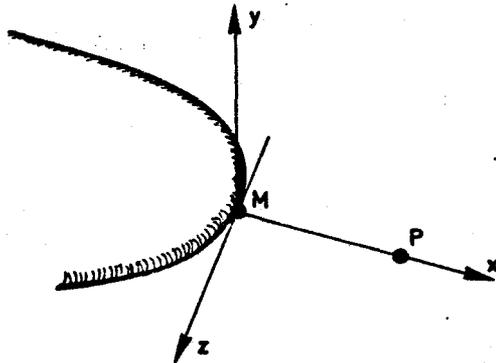


Figure 1.2

que soit la sollicitation extérieure, les composantes du tenseur élastique des contraintes s'écrivent :

$$\begin{aligned}
 \sigma_{xx} &\approx \frac{K_1}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left[ 1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right] - \frac{K_2}{\sqrt{2\pi r}} \sin \frac{\theta}{2} \left[ 2 + \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \right] \\
 \sigma_{yy} &\approx \frac{K_1}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left[ 1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right] + \frac{K_2}{\sqrt{2\pi r}} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \\
 \sigma_{xy} &\approx \frac{K_1}{\sqrt{2\pi r}} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} + \frac{K_2}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left[ 1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right] \\
 \sigma_{xz} &\approx \frac{K_3}{\sqrt{2\pi r}} \sin \frac{\theta}{2} \\
 \sigma_{yz} &\approx \frac{K_3}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2}
 \end{aligned}$$

(1.4)

Les coefficients  $K_i$  sont appelés *facteur d'intensité de contrainte en mode i* et sont déterminés par la théorie de l'élasticité linéaire en fonction de la géométrie de la fissure, de l'éprouvette et des charges appliquées. Ainsi, par exemple, le facteur d'intensité de contrainte  $K_1$  en mode I est relié à la contrainte de traction  $\sigma$  appliquée au matériau perpendiculairement à la fissure et à la demi-longueur de fissure a par une relation qui peut toujours se mettre sous la forme :

$$(1.5) \quad K_1 = Y \cdot \sigma \cdot \sqrt{a}$$

avec Y un *facteur de forme* dont la valeur dépend de la forme de la fissure et de la configuration éprouvette-fissure. On trouvera dans les articles de BROWN et SRAWLEY |17| et de PARIS et SIH |129| une compilation de valeurs de Y pour différentes configurations d'éprouvettes et de fissures.

Les facteurs d'intensité de contrainte  $K_i$  apparaissent séparément pour des sollicitations extérieures simples (fig. 1.1):

Les contraintes tendent vers l'infini lorsqu'on se rapproche de la tête de la fissure de rayon de courbure supposé nul : en milieu strictement élastique - fragile la rupture devrait apparaître pour tout chargement extérieur, aussi infime soit-il. Il n'en n'est pas ainsi pour plusieurs raisons :

(i) Le rayon de courbure en tête de fissure n'est jamais nul : les contraintes sont alors bornées et inversement proportionnelles à la racine du rayon de courbure.

(ii) Dès que les contraintes atteignent une certaine valeur, une zone plastique apparaît en tête de fissure (modèle d'IRWIN), relaxant d'autant les contraintes.

(iii) Les lèvres de la fissures ne sont pas exemptes de charges appliquées, aussi doit-on reprendre le calcul élastique en changeant les conditions limites en tête de fissure (forces de cohésion, modèle de BARENBLATT).

## 1.2.2 CRITERE DE GRIFFITH DE PROPAGATION DES DEFAUTS.

GRIFFITH [ 60 ] a étudié le problème de la propagation de la rupture sous des sollicitations de traction et émet l'hypothèse que la propagation d'une fissure absorbe de l'énergie. Cette énergie a été comparée par GRIFFITH à l'énergie de surface des fluides et appelée énergie de surface  $\gamma$  qui peut être considérée comme une propriété des matériaux. Pour déterminer la contrainte de traction nécessaire pour propager de façon stable la fissure, c'est à dire sans formation d'énergie cinétique, GRIFFITH écrit que l'énergie due à la variation d'énergie de déformation élastique et la variation d'énergie potentielle des forces appliquées dans un accroissement infinitésimal de la fissure d'aire  $dA$  égal à l'énergie absorbée  $2 \gamma dA$  par la création des nouvelles surfaces.

Autrement dit, il existe alors une différence d'énergie libre et plus généralement une différence  $d$  entre les valeurs des potentiels thermodynamiques  $\psi$  associé aux sollicitations, et contraintes thermodynamiques,  $\gamma$  compris par exemple la température, imposées au système.

Cette différence a pour expression :

$$\psi(A + dA) - \psi(A) = d\psi = \frac{\partial \psi}{\partial A} dA.$$

Si la rupture n'était pas consommatrice d'énergie, le passage de l'état  $A$  à l'état  $A + dA$  se traduirait par une libération d'énergie (qui deviendrait alors utilisable), égale à :

$$dW = - d\psi = - \frac{\partial \psi}{\partial A} dA = G dA$$

$$G = - \frac{\partial \psi}{\partial A}$$

$G$  est dénommée "taux de restitution d'énergie" ou énergie disponible pour faire avancer la fissure.

Lorsque la progression  $dA$  consomme l'énergie  $2 \gamma dA$ , l'énergie qui serait restituée se trouve partiellement consommée, l'excès  $(G - 2 \gamma) dA$  se transformant intégralement en énergie cinétique s'il n'existe pas d'autres facteurs de dissipation.

La propagation ne sera donc physiquement réalisable que si  $G$  est supérieur à  $2 \gamma$  ce qui constitue le critère de GRIFFITH pour la propagation de la fissure

$$1.6) \quad G > 2\gamma = G_c$$

$G_c$  énergie critique d'avancement de la fissure.

Il faut insister sur le fait que  $G$  ne constitue pas le taux d'énergie effectivement restituée par le corps considéré mais celle qui le serait si la propagation de la fissure n'était pas consommatrice d'énergie.  $G$  est donc la quantité qui peut être calculée dans le cas du système élastique idéal présentant une fissure, à partir de son potentiel total  $\psi$ . Il s'agit, en quelque sorte, du taux de variation de ce potentiel lors d'une propagation virtuelle  $\delta A$  de la fissure.

Le potentiel total s'exprimant :

$$\psi = \phi + \Omega$$

où  $\phi$  est le potentiel élastique et  $\Omega$  le potentiel des forces actives, on en déduit :

$$\delta G A = - \delta \phi - \delta \Omega$$

Par exemple, à forces imposées  $\phi = - \frac{\Omega}{2}$  d'où

$$G(A) = \frac{\partial \phi}{\partial A} = - \frac{1}{2} \frac{\partial \Omega}{\partial A} > 0$$

A déplacements fixés, on aura  $\delta \Omega = 0$  d'où

$$G(A) = \frac{\partial \phi}{\partial A} > 0.$$

$\phi$ ,  $\Omega$  et  $\psi$  sont des formes quadratiques des sollicitations,  $G$  en est une aussi et est de plus définie positive.  $G$  est donc une fonction croissante de celles-ci.

#### Relation entre $G$ et $K_i$

Il est possible, par l'étude du champ de contraintes et de déplacements autour du défaut, de relier  $G$  aux facteurs d'intensité de contraintes  $K_i$  par la relation | 94 |

$$(1.7) \quad G = \frac{\alpha}{2E} (K_1^2 + K_2^2) + \frac{1+\gamma}{E} K_3^2 \quad \begin{array}{l} \alpha = 1 - \nu^2, \text{ en déformation plane,} \\ \alpha = 1, \quad \text{en contrainte plane.} \end{array}$$

Dans le cas particulier où la fissure se déplace dans son plan sous l'action de charges appliquées perpendiculaires à ce plan, l'équation 1.7 devient :

$$G = \frac{\alpha}{2E} K_1^2$$

et le critère de propagation pourra indifféremment s'écrire :

$$(1.8) \quad G = G_c = 2\gamma \quad \text{ou} \quad K_1 = K_{1c} = \sqrt{\frac{E\gamma}{\alpha}}$$

avec  $K_{1c}$  facteur d'intensité de contrainte critique en mode I.

Si l'on suppose la fracture unique et plane et qu'elle se propage dans son plan sous l'action de sollicitation normale à ce plan,  $\gamma$ , ( $K_{1c}$  ou  $G_c$ ) peut être déterminé par deux catégories de méthodes. La première utilise les conditions initiales de la propagation instable (méthode *analytique*, méthode de la *compliance*) alors que la seconde catégorie est basée sur le travail dépensé pendant toute la propagation de la fracture.

## 2.3 AUTRE CRITERE DE PROPAGATION DE FISSURE. COMPARAISON.

Un autre critère a été proposé par SIH [153] : la fissure se propage dans la direction de la densité d'énergie potentielle maximale ou encore dans la direction de la densité minimale d'énergie  $S$  de déformation.

$$S = r \cdot \frac{dW}{dV}$$

avec  $r$  la distance au front de fissure, supposée petite devant la longueur de fissure, et  $dV$  l'élément de volume. La valeur critique de cette fonction gouverne la propagation de la fissure :

$$\left( \frac{\partial S}{\partial \theta} \right)_{\theta = \theta_0} = 0 \quad S = S_c$$

avec  $\theta$ , le repérage angulaire par rapport au plan de la fissure,

$S_c$ , la valeur critique de  $S$ , caractéristique du matériau.

La valeur de  $S$  est aussi liée au facteur d'intensité de contrainte  $K_I$  [153]. Par rapport à la théorie de GRIFFITH, de type *scalaire*, car elle fait le bilan d'énergie dans un volume donné, la théorie de SIH est *vectorielle* car elle analyse l'énergie selon une direction.

CORNET [29] a comparé, par des méthodes numériques, les critères liés à  $G$  et à  $S$  : le critère lié à l'énergie de surface conduit à des résultats en bon accord avec l'expérience dans le cas des roches, alors que le critère de la densité d'énergie de déformation donne des résultats erronés sauf en certains cas.

Dans la suite de l'étude, le critère de GRIFFITH ou de l'énergie de surface sera seul utilisé.

## 2.4 STABILITÉ ET INSTABILITÉ DE LA PROPAGATION. CAS DU CRITÈRE DE GRIFFITH.

Nous avons vu que selon GRIFFITH la condition nécessaire d'extension d'une fissure s'écrivait :

$$G = 2\gamma = - \frac{\partial \psi}{\partial A}$$

Le comportement ultérieur de la fissure dépend des variations de  $\frac{\partial \psi}{\partial A}$  c'est à dire de  $\frac{\partial^2 \psi}{\partial A^2}$ . Soit  $P_c$  la valeur de la sollicitation pour laquelle  $G$  atteint la valeur  $\frac{\partial^2 \psi}{\partial A^2} = 2\gamma$ . Si l'on maintient le chargement  $P$  constant à partir de ce moment, il peut se passer deux choses :

a) ou bien l'on est dans une situation telle que :

$$\frac{\partial G}{\partial A} = - \frac{\partial^2 \psi}{\partial A^2} < 0$$

et le critère de GRIFFITH n'est plus satisfait dès que la fissure aura progressé d'une quantité infinitésimale et il ne peut alors y avoir propagation.

b) ou bien l'on a :

$$\frac{\partial G}{\partial A} = - \frac{\partial^2 \psi}{\partial A^2} > 0$$

et le critère de GRIFFITH sera encore satisfait après la propagation de  $dA$  : il y aura effectivement propagation.

Le cas (a) correspond à la *rupture contrôlée* ou *propagation stable* : la propagation de la fissure n'est possible que par une nouvelle augmentation de la sollicitation, c'est à dire par une augmentation de l'énergie extérieure. (fig. 1.3a)

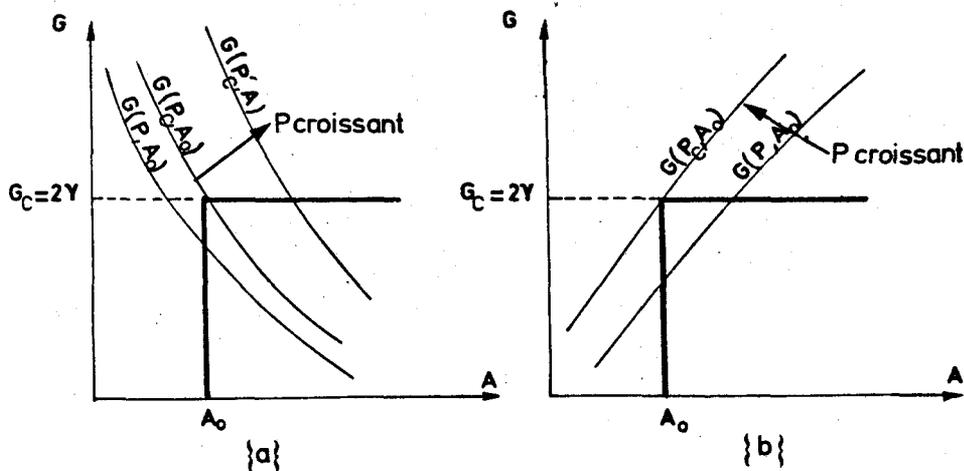


Figure 1.3

Discussion de la stabilité de la fracture selon la forme de l'énergie G disponible :

- a) propagation stable ou contrôlée
- b) propagation instable.

Le cas (b) (fig. 1.3.b) correspond à la rupture *non contrôlée* ou propagation *instable*. L'excès d'énergie à P constant par exemple sera transformée en énergie cinétique. La fissure se propagera alors à des vitesses de plus en plus élevées qui atteindront des vitesses de l'ordre de 1000 m/s.

On constate donc que le phénomène de rupture (stabilité, instabilité) n'apparaît pas comme une caractéristique intrinsèque du matériau puisque son éventualité et sa forme dépendent toutes d'eux, du potentiel total du système et par conséquent de sa géométrie, des conditions aux limites...

### 1.3 Propagation lente de fissures.

Les très nombreuses études sur les métaux ont permis de montrer que les défauts évoluaient bien avant d'atteindre la condition de propagation décrite par l'équation (1.5). Du point de vue thermodynamique. Ceci revient à écrire que le terme  $G = 2\gamma$  ne décrit pas complètement les conditions de propagation lorsqu'il y a *interaction* entre le milieu environnant et le matériau. La variation d'énergie libre dF du système, dans le cas de surfaces planes, dépend des échanges entre le milieu et le matériau (Annexe 4)

$$(1.9) \quad dF = + \gamma dA + \sum_i \mu_i dN_i$$

avec  $N_i$  quantité totale du constituant i

$\mu_i$  potentiel chimique du constituant i.

Sur cette simple équation, on remarque que si la réaction chimique est assez rapide, le terme  $\gamma dA$  ne traduit plus seul l'énergie dépensée pour créer de nouvelles surfaces mais que les termes  $\mu_i dN_i$  peuvent intervenir de façon non négligeable pour abaisser par exemple l'état de charge requis pour propager les défauts. Dans ce cas, il y aura un couplage entre les contraintes et la vitesse de regression de la surface par l'intermédiaire de la cinétique de réaction chimique.

Remarquons que l'équation (1.9) n'est valable que pour des surfaces planes, alors que la tête de la fissure a un rayon de courbure très petit, et qu'elle suppose que la cinétique chimique ne dépend pas des contraintes locales.

En conclusion, il peut y avoir une propagation de fissure lorsque  $G < G_c = 2\gamma$ . Cette propagation est appelée *subcritique*. L'évolution de la fissure se fait alors à des vitesses relativement lentes, inférieures à  $100 \text{ mm.mn}^{-1}$  et dépend essentiellement de la nature du milieu environnant. [115, 133, 166]. Il en est de même pour les matériaux fragiles non métalliques : le phénomène est plus difficile à mettre en lumière du fait même de la grande fragilité de tels matériaux (verres, céramiques, minéraux).

Les théories de propagation lente pour les métaux sont assez nombreuses et font appel aux phénomènes importants de plasticité en tête de fissure (théories électrochimiques, de la rupture de la couche d'oxyde, de la fragilisation, diminution de l'adsorption...). Il n'en est pas de même pour les matériaux fragiles où la zone plastique est d'étendue très limitée. La théorie de CHARLES et HILLIG [81] est la plus souvent employée pour expliquer la propagation subcritique dans les matériaux fragiles ; cette théorie est brièvement présentée.

### 1.3.1 THÉORIE DE CHARLES ET HILLIG [81] (CORROSION SOUS CONTRAINTES).

Les contraintes très élevées en tête de fissure activent l'interaction entre le milieu environnant et la matériau en accélérant les réactions chimiques et la diffusion. La fissure s'étendrait donc, par exemple par corrosion chimique alors que la contrainte macroscopique est relativement faible. Elle atteindrait peu à peu la taille satisfaisant la condition de GRIFFITH (1.6) : la propagation deviendrait alors essentiellement liée aux contraintes appliquées.

Si la réaction est supposée être une réaction hétérogène entre une surface et un environnement corrosif, alors la vitesse de recul de la paroi par attaque est [81, 183] :

$$1.10) \quad v = v_0 \exp \left\{ \frac{-\Delta F_r^* - \frac{\Delta F}{2}}{RT} \right\}$$

avec  $\Delta F$ , l'énergie libre de la réaction de corrosion,

$\Delta F_r^*$ , l'énergie libre d'activation,

R, la constante des gaz parfaits,

T, la température absolue.

L'énergie libre de la réaction peut être décomposée en un terme dû aux contraintes de surface et un terme tenant compte de la géométrie de la surface :

$$\Delta F = \Delta F_0 + \frac{2\gamma \cdot V_M}{\rho} + \frac{\sigma^2 V_M}{2E}$$

avec  $\gamma$ , l'énergie libre de surface,

$\rho$ , le rayon de courbure de la surface,

E, le module d'Young,

$V_M$ , le volume molaire du matériau.

CHARLES et HILLIG [81] ont postulé que l'énergie libre d'activation des réactions chimiques mises en jeu, dépend de l'état de contraintes :

$$\Delta F_r^*(\sigma) = \Delta F_r^*(0) + \frac{\sigma \partial(\Delta F_r^*)(0)}{\partial \sigma} + \frac{\sigma^2}{2} \frac{\partial^2(\Delta F_r^*)(0)}{\partial \sigma^2}$$

Notons  $E_o^* = \Delta F_r^*(o)$ , l'énergie d'activation de la réaction chimique en l'absence de contraintes et  $V^* = -\partial F_r^*/\partial \sigma$ , le volume d'activation selon CHARLES et HILLIG [81]. Un signe négatif apparaît dans la définition du volume d'activation car dans le cas de la pression hydrostatique,  $\partial F_r^*/\partial p$  est négatif [81]. Avec ces notations, et en négligeant les termes en  $\sigma^2$ , l'expression (1.10) devient :

$$(1.11) \quad v = v_o \exp \left\{ - (E_o^* - \sigma_1 V^* + \frac{YV_M}{\rho}) / RT \right\}$$

Un indice 1 a été réajouté à la contrainte  $\sigma$  pour bien spécifier qu'il s'agit d'une contrainte locale. En mode 1, la contrainte  $\sigma_1$  est liée au rayon de courbure de la surface. En supposant la fissure elliptique et de demi-longueur L, la contrainte locale en tête de fissure est déduite de la contrainte  $\sigma$ , appliquée normalement au plan contenant le grand axe de cette ellipse, par la relation d'Inglis : ( $\rho \ll L$ )

$$(1.12) \quad \sigma_1 = \sigma \left\{ 1 + 2\sqrt{\frac{L}{\rho}} \right\} \approx 2\sigma\sqrt{\frac{L}{\rho}}$$

Avancement de la fissure et corrosion

En utilisant comme variable, un critère u caractéristique de la forme de la fissure,

$$u = 2\sqrt{\frac{L}{\rho}} \quad ; \quad \frac{du}{dt} = \frac{u^3}{8L} \left[ \frac{4}{u^2} \frac{dL}{dt} - \frac{d\rho}{dt} \right]$$

Les phénomènes intervenant en tête de fissure, et contrôlant la propagation (fig. 1.4) peuvent être classés en trois groupes :

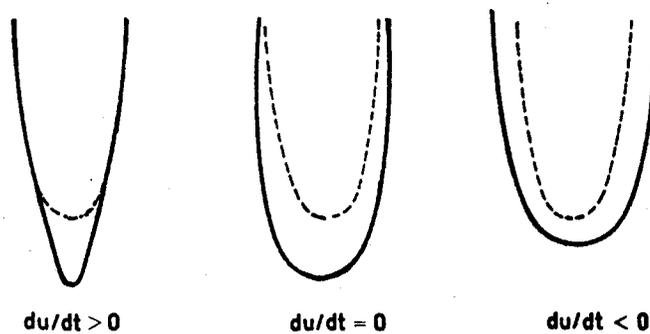


Figure 1.4

Changements possibles de forme d'une fissure dus à la corrosion ou à la dissolution.

(a)  $du/dt > 0$  ; les valeurs de u sont croissantes et par conséquent d'après 1.12, les contraintes en tête de fissure croissent. Si la réaction est activée par les contraintes, il en résulte que la corrosion sera d'autant plus intense en tête de fissure et le processus continuera à évoluer dans le même sens : la fissure avance par corrosion sous contrainte.

(b)  $du/dt = 0$  ; dans ce cas particulier, l'accroissement de longueur est compensé par une augmentation du rayon de courbure. Les contraintes locales sont constantes en tête de fissure : la réaction chimique n'est plus activée.

(c)  $du/dt < 0$  ; dans ce cas  $\frac{d\rho}{dt} > \frac{4}{u^2} \frac{dL}{dt}$  c'est à dire  $\frac{d\rho}{\rho} > \frac{dL}{L}$

ou encore l'accroissement relatif de rayon de courbure est plus grand que l'accroissement relatif de longueur. Les contraintes en tête de fissure diminuent alors, et si la fissure continue à se propager, ceci ne peut pas être par corrosion sous contrainte, mais par des phénomènes tels que la corrosion non activée par les contraintes ou dissolution (effet JOFFE).

### 1.3.2 AUTRES THÉORIES

Une première théorie [158] considère la propagation lente de fissure comme la conséquence de la diffusion de lacunes vers la tête du défaut sous l'effet du gradient important de contrainte. La concentration des lacunes au sommet de la fissure permettrait donc son extension. Cette théorie est surtout adaptée pour un environnement à haute température.

Une seconde théorie [86] relève de l'état vibratoire des liaisons du réseau cristallin. Au voisinage de la tête de fissure les liaisons du solide se brisent et se reforment continuellement. Au maximum de la tension des liaisons et donc près de leur point de rupture, les fluctuations thermiques du milieu environnant sont suffisantes pour les briser de manière irréversible et pour provoquer ainsi l'extension de la fissure.

A côté de ces principales théories de l'évolution de fissure se placent des effets complexes de type électrique de surface. Ces effets peuvent intervenir sur l'un et l'autre ou l'un ou l'autre des processus cités précédemment. On notera par exemple que la mobilité de dislocations près d'une surface dépend essentiellement du potentiel de surface solide - liquide  $\zeta$  [177, 178]. L'extension de fissures dans cet exemple est assurée par un mécanisme classique d'empilement local de dislocations.

## 1.4 Conclusion.

A travers ces diverses manières d'aborder le problème mécanique de la rupture des matériaux fragiles, plusieurs remarques s'imposent :

(1) Les critères en contraintes de GRIFFITH et de MAC CLINTOCK-WALSH liés à des défauts non évolutifs, traduisent des conditions nécessaires à la naissance de fissure à partir de ces défauts. Ils sont, en général à tort, appliqués à la ruine ou à tout autre état ultime du matériau, résultat d'une évolution de fissures.

(2) Les critères en énergie expriment des conditions nécessaires pour que les défauts se propagent, sans pour cela qu'il y ait ruine de la structure. Pour qu'il y ait fracture, il est nécessaire que ce critère soit vérifié pendant toute la propagation des fissures.

(3) Il peut avoir propagation des fissures lorsque la condition  $G > 2\gamma$  n'est pas vérifiée, car l'interaction milieu environnant-matériau diminue le terme  $2\gamma$ . Ces fissures s'étendent alors lentement par corrosion sous contraintes, dissolution... Lorsque  $G$  devient égal à  $2\gamma$  la propagation et la stabilité sont celles décrites pour le matériau n'interagissant pas avec le milieu environnant.

(4) L'extension des fissures est contrôlée à la fois par les contraintes et les processus physico-chimiques.

Le comportement réel d'un matériau, à différentes échelles, peut être désormais envisagé grâce aux moyens actuels de calcul. Il est donc nécessaire de chiffrer les énergies de propagation de fissures (ch. 2). L'influence des paramètres microstructuraux et de l'environnement sur ces conditions énergétiques de propagation doivent être éclaircies (ch. 2). Lorsque la condition 1.6 n'est pas vérifiée, la propagation peut s'effectuer plus ou moins lentement selon l'environnement (ch. 3) : on reliera la vitesse de propagation des défauts dans un environnement donné et les contraintes, en tête de ceux-ci, exprimées par le facteur d'intensité de contrainte  $K_1$ .

## Chapitre 2.

# CONDITIONS ENERGETIQUES DE PROPAGATION DE FISSURES DANS LES ROCHES CALCAIRES : INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE ET INFLUENCE DE L'ENVIRONNEMENT.

Dans ce chapitre, nous supposons qu'il n'y a pas d'interaction entre le milieu et le matériau, c'est à dire que la condition de propagation de GRIFFITH est définie à partir d'une énergie  $G_c = 2 \gamma$  caractéristique du matériau dans un environnement donné. Ceci revient à supposer que la condition de propagation est liée uniquement aux contraintes extérieures, le milieu environnant n'intervenant qu'au travers d'un paramètre  $2\gamma$ , indépendant de l'état de contrainte.

Nous nous proposons donc, dans le cas des roches calcaires, de déterminer l'énergie critique d'avancement de fissure  $G_c$  (ou  $\gamma$  ou  $K_{Ic}$ ) et d'étudier l'influence de la microstructure de ces roches sur les résultats.

La technique expérimentale de mesure de  $G_c$  (ou de  $\gamma$  ou de  $K_{Ic}$ ) sera une flexion trois points sur poutre préentaillée. Cette disposition est la plus simple et la plus rapide à mettre en oeuvre, ceci était nécessaire devant l'important nombre d'essais à réaliser. Dans le cas des roches cette technique est largement utilisée | 56, 69, 89, 149 |.

### 2.1 Rappel des conditions de propagation

La condition nécessaire de propagation d'une fissure selon le critère de GRIFFITH a été rappelée au paragraphe 1.2.2. Elle peut prendre la forme :

$$(2.1) \quad G > G_c = 2 \gamma$$

Dans les cas purement élastiques, ou dans ceux où la zone perturbée en tête de fissure est très petite,  $G_c$  reste le même au cours de la propagation de la fissure. (fig. 2.1.a). Dans bien des cas cependant  $G_c$  est fonction de la longueur dont la fissure s'est propagée donc de l'aire fissurée : par exemple la déformation plastique dans les métaux augmente au fur et à mesure que la fissure

progresse et  $G_c$  augmente donc corrélativement (fig. 2.1.b).  $G_c$  peut donc être une fonction de  $A - A_0$ ,  $A_0$  étant l'aire initiale de la fissure. La courbe  $G_c(A - A_0)$  est souvent appelée courbe R. Elle serait une caractéristique du matériau, indépendante de  $A_0$ .

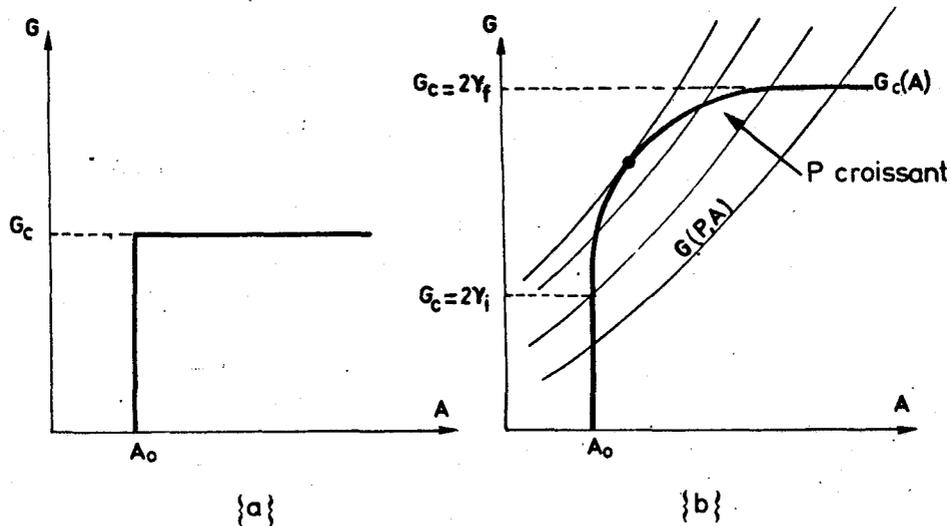


Figure 2.1

Discussion de la stabilité de la fracture selon la forme de l'énergie critique  $G_c$  d'avancement de fissure

- a)  $G_c$  est indépendant de la longueur de fissure
- b)  $G_c$  est une fonction de la longueur de fissure.

Le paragraphe 1.2.4 a rappelé les conditions de stabilité de la propagation lorsque le modèle était celui présenté par la figure 2.1.a. Dans le cas où  $G_c$  dépend de  $a$ , la condition d'instabilité est :

$$(2.2) \quad d(G - G_c)/dA = 0$$

$G$  est fonction de la charge appliquée  $P$  et de l'aire de la fissure  $A$ .

Dans le cas où  $G_c$  est fonction de  $A$ , il est possible d'obtenir une propagation stable lorsque les courbes  $G(P, A)$  sont du type de celles décrites par la figure 1.3.a ou 2.1.b. En effet, la relation 2.2 peut s'écrire :

$$(2.3) \quad \frac{\partial G}{\partial P} \cdot \frac{dP}{dA} + \frac{\partial G}{\partial A} > \frac{dG_c}{dA}$$

ainsi à faible charge  $P$   $\partial G/\partial A$  est plus petite que  $dG_c/dA$  et la propagation ne peut être maintenue que par un accroissement de la charge  $P$ . L'instabilité commence seulement quand  $dP/dA = 0$  au point où une courbe  $G(A)$  est tangente à la courbe R. En effet, en ce point les conditions  $G = G_c$   $\partial G/\partial A = dG_c/dA$  sont simultanément vérifiées.

Energie d'initiation - Energie de fracture

La propagation d'une fissure est donc nettement dépendante de l'allure des courbes  $G_c(A)$ , et de la différence entre l'énergie nécessaire au démarrage de la fissure que nous appellerons énergie d'initiation  $2\gamma_i$  et l'énergie nécessaire pour propager la fissure sur de grandes longueurs  $2\gamma_f$  si celle-ci tend vers une limite.

Dans le présent travail nous avons principalement cherché à déterminer l'énergie  $\gamma_i$  et à avoir une approximation de  $\gamma_F$ .

L'approximation de  $\gamma_F$  sera obtenue, lorsque la propagation a pu être contrôlée, en remplaçant l'observation ponctuelle de la position de la fissure, par une mesure globale, après rupture totale, de l'aire fissurée  $\Delta A$ . La seule inté-

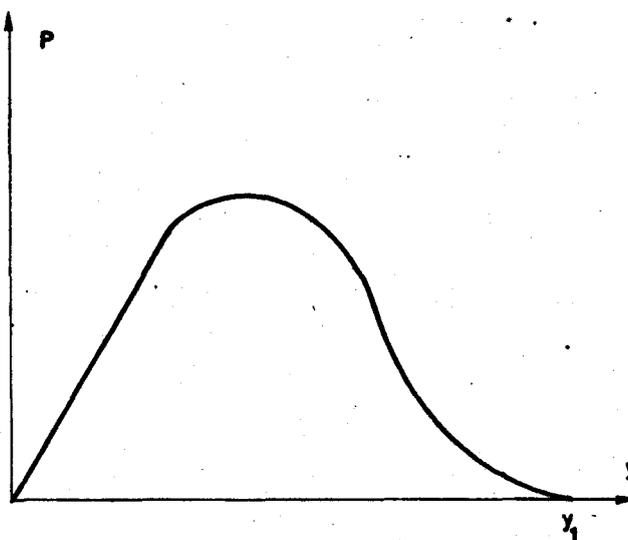


Figure 2.2

Courbe charge-flèche dans un processus de fracture contrôlée.

gration de la courbe effort-déformation (fig. 2.2) permet alors la mesure de  $G_c$  s'il est constant ou de sa valeur moyenne sur  $\Delta A$  dans le cas contraire | 91 | :

$$(2.4) \quad \int_{A_0}^{A_0 + \Delta A} G_c dA = \int_0^{y_1} F dy$$

Si  $G_c$  n'est pas constant la valeur moyenne de  $G_c$  sera appelée  $2\gamma_F$  ou énergie de fracture

$$(2.5) \quad 2 \gamma_F \Delta A = \int_{A_0}^{A_0 + \Delta A} G_c dA = \int_0^{y_1} F dy$$

Influence de la raideur de la machine d'essai.

La raideur des machines d'essais n'est pas infinie. Aussi l'équation de propagation 2.3 doit faire intervenir l'énergie élastique emmagasinée par la presse pendant la montée de charge ou sa restitution pendant des descentes de charges. Cette influence complexe a été envisagée dans le cas où  $G_c$  est constant par HUET | 92 |.

## 2.2. Détermination expérimentale des conditions de propagation de fissures.

L'énergie d'initiation  $\gamma_i$  sera mesurée par deux méthodes qui seront comparées : une méthode dite *analytique* qui conduira à la valeur de  $\gamma_G$  et une méthode de *compliance* qui définira  $\gamma_c$ .

L'énergie de fracture  $\gamma_F$  sera mesurée en propageant la fissure de façon contrôlée (§ 2.1).

### 2.2.1 MÉTHODE ANALYTIQUE - ÉNERGIE DE SURFACE $\gamma_G$

Les conditions nécessaires de propagation de fissures, en mode I, sont (chap.1 §2) :

$$(2.6) \quad \begin{aligned} G &= G_{1c} = \frac{\alpha K_{1c}^2}{2 E} & G_c &= 2 \gamma \\ K_1 &= K_{1c} \end{aligned}$$

#### . Essai et calcul de $K_{1c}$

Pour des commodités d'essai, le montage de flexion trois points a été utilisé. D'autres techniques expérimentales [17,148] sont cependant possibles.

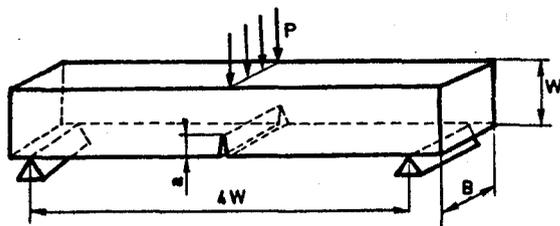


Figure 2.3  
Essai de flexion 3 points sur éprouvette à entaille simple.

Les éprouvettes (fig. 2.3) ont pour côte de référence  $W = 15$  mm. Elles sont réalisées par sciage puis polies au papier abrasif. Les entailles sont obtenues par sciage manuel sur guide : une première entaille est faite à l'aide d'une scie de 0,4 mm d'épaisseur, le fond d'entaille est alors affiné par une scie de 0,1 mm d'épaisseur, le rayon de courbure en tête d'entaille est enfin diminué par un passage de lame à rasoir (photo 2.1).



Photo 2.1  
Détail du fond d'entaille. (lame mince, lumière polarisée,  $G = 120$ ).

Afin d'obtenir des résultats homogènes, toutes les éprouvettes ont été réalisées de façon semblable.

La mesure de la longueur  $a$  d'entaille est réalisée par visée optique sur microscope avant l'essai, et ceci sur les deux faces de l'éprouvette ; la valeur moyenne est seule prise en compte dans les calculs.

La largeur  $B$  a été choisie telle que  $|148|$

$$B > 2,5 (K_{1c}/\sigma_y)^2$$

avec  $\sigma_y$ , limite élastique du matériau en traction.

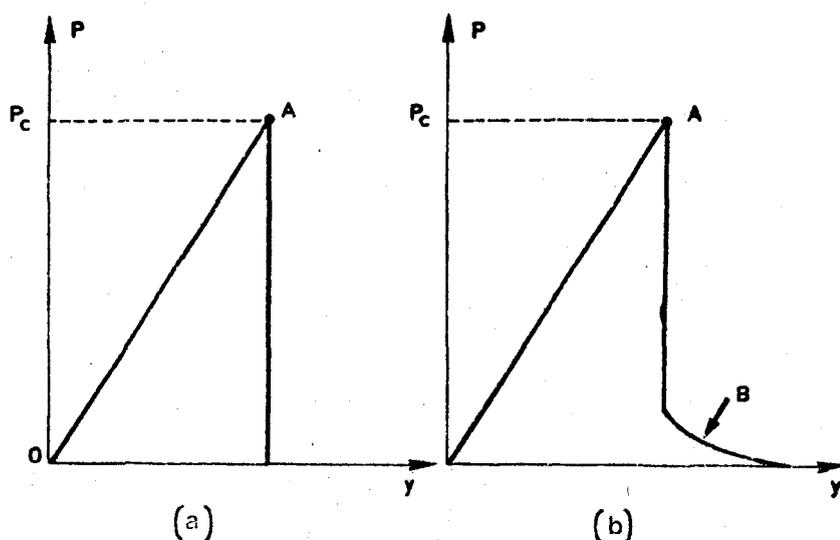


Figure 2.4

Courbes charge-flèche des essais de flexion 3 points :

- a) propagation totalement instable de la fracture.
- b) propagation instable suivie d'une propagation stable.

La charge est appliquée par une presse INSTRON, type 1115. La vitesse de traverse est choisie constante et telle que la fissure se propage de façon instable : la courbe charge  $P$  - flèche  $y$  sous la charge doit donc posséder (fig. 2.4 a) un point anguleux  $A$  suivi d'une chute quasi instantanée de la charge  $P$  jusqu'à la valeur 0. Pour obtenir une telle configuration, la vitesse de traverse doit être suffisante : plus la compliance  $C$  de l'éprouvette est forte ( $C = y/P$ ) plus la vitesse d'essai doit être élevée. Dans la pratique la vitesse de traverse est limitée par la lenteur du système d'enregistrement de la force. En fonction du matériel utilisé, nous avons adopté les vitesses de traverse suivantes :

$v = 0,2$  à  $0,5$  cm/mn pour les micrites et marbres.

$v = 0,5$  à  $1$  cm/mn pour les craies.

Dans le cas des micrites et de la plupart des craies, le diagramme charge déplacement obtenu est semblable à celui décrit par la figure 2.4 a, bien qu'une certaine imprécision affecte la partie de courbure correspondant à la chute de charge du fait de la lenteur du traceur et de la mollesse de la cellule de mesure des forces. Dans le cas du marbre, on note toujours la zone  $B$  où la propagation de la fissure redevient stable, contrôlée (fig. 2.4 b) : ce phénomène sera amplement discuté au paragraphe 2.2.4.

Connaissant la longueur  $a$  de la fissure et la charge  $P_c$  à l'instabilité (fig. 2.4), le facteur d'intensité de contrainte critique est déterminée analytiquement à partir de la théorie de l'élasticité linéaire :  $|48|$

$$(2.7) \quad K_{1c} = \frac{P_c}{B\sqrt{W}} \left\{ 11,58 \left(\frac{a}{W}\right)^{1/2} - 18,42 \left(\frac{a}{W}\right)^{3/2} + 87,18 \left(\frac{a}{W}\right)^{5/2} - 150,66 \left(\frac{a}{W}\right)^{7/2} + 154,30 \left(\frac{a}{W}\right)^{9/2} \right\}$$

Pour faciliter les calculs la valeur du polynôme entre crochets dans (2.7) est tabulée.

Détermination du module d'Young E

Le module d'Young a été déterminé à partir d'essais de compression (10 essais au minimum) sur des éprouvettes cylindriques, de diamètres 12 mm et d'élongement 2,5 dans le cas des craies et des marbres, et sur des éprouvettes parallélépipédiques de 7 x 7 x 25 mm<sup>3</sup> dans le cas des micrites. Les déformations longitudinales de l'échantillon ont été enregistrées par capteur de déplacement. Pour les micrites, des jauges à fil résistant ont également été utilisées ; par contre, dans le cas des craies, on ne peut employer ces jauges car la colle nécessaire à leur collage durcit de façon notable l'échantillon.

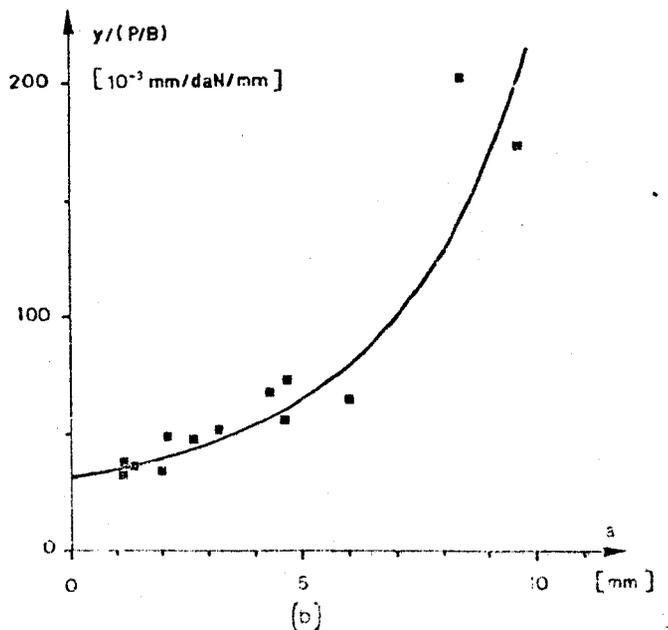
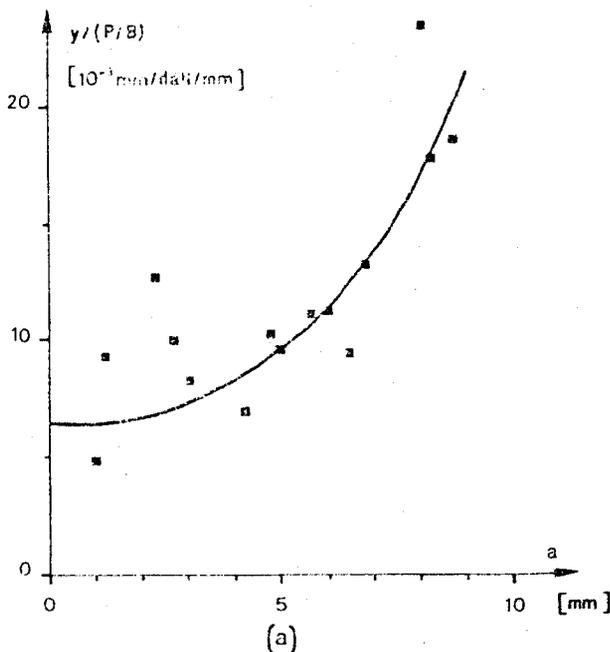
Bien que chaque module d'Young soit établi à partir de dix essais, la dispersion des résultats est forte. Par ailleurs, les valeurs du module d'Young obtenues ici en compression ne sont pas nécessairement les mêmes que celles en traction [96] utiles au calcul de G<sub>c</sub>.

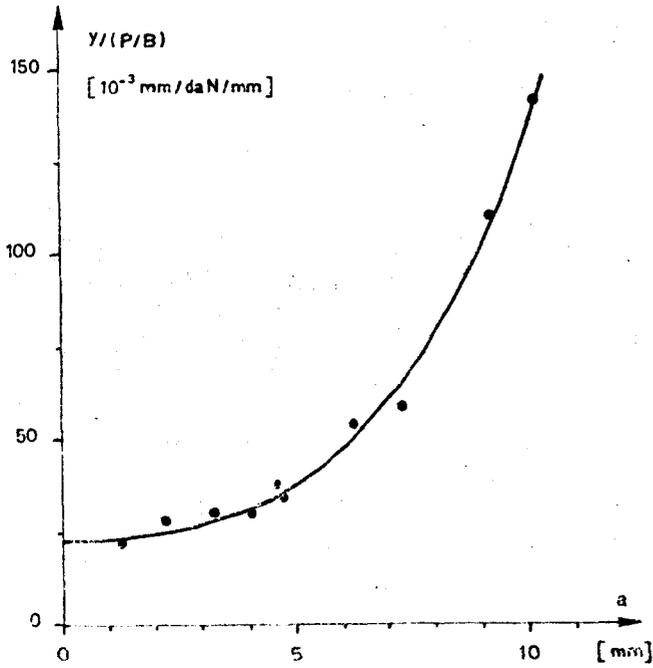
Energie γ<sub>G</sub>

La méthode expérimentale précédemment décrite permet donc de mesurer le facteur d'intensité de contrainte critique K<sub>1c</sub>. L'énergie de surface peut alors être calculée par la formule 2.6, et sera notée γ<sub>G</sub>. Il faut remarquer que la valeur de γ ou de G<sub>c</sub> reste imprécise par cette méthode car elle fait intervenir le module d'Young.

2.2.2 METHODE DE LA COMPLIANCE - ENERGIE γ<sub>C</sub>

La compliance est définie par le rapport C = y/P avec y, la flèche de l'éprouvette sous la charge P. L'énergie de surface déduite par cette méthode est notée γ<sub>C</sub>, (γ<sub>C</sub> = G<sub>C</sub> / 2) et est calculée à partir de [51,115]





(c)

Figure 2.5

Variation de la compliance en fonction de la profondeur d'entaille (W = 15 mm)

- a) micrite d
- b) craie II
- c) marbre A.

$$(2.8) \quad G = \frac{1}{2} P^2 \frac{\partial C}{\partial a}$$

avec a, la profondeur d'entaille. Les éprouvettes (fig. 2.3) préentaillées sont testées en flexion. La compliance C dans la zone élastique dépend de la profondeur d'entaille. On établit les variations de C ramenée à une unité de largeur B de l'éprouvette en fonction de a. Le terme  $\partial C/\partial a$  de (2.8) est obtenu en prenant la pente à la courbe  $C = y/P$  pour une longueur d'entaille a donnée.

La figure 2.5 intéresse une micrite, une craie et un marbre. La dispersion des résultats est importante pour la micrite et la craie du fait de leurs variations microstructurales locales, ce qui nécessite un nombre d'essais important pour améliorer la précision. A partir de cette figure 2.5 on a établi la figure 2.6 concernant les différentes valeurs de  $\partial C/\partial a$  en fonction de a.

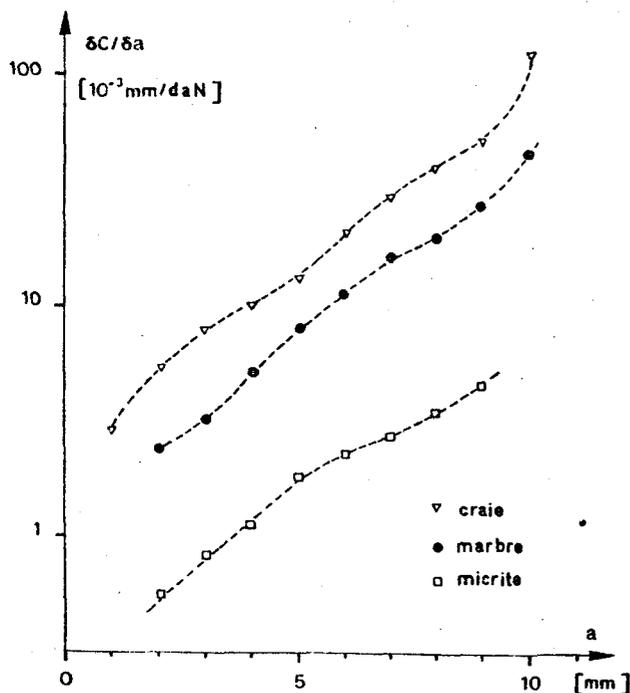


Figure 2.6

Variation de  $\partial C/\partial a$  en fonction de la profondeur d'entaille pour les trois roches calcaires (W = 15 mm).

La mesure de la charge  $P_c$  correspondant à la propagation de la fissure permet de calculer alors la valeur de  $G_c$  par la formule :

$$(2.9) \quad G_c = \frac{1}{2} P_c^2 \cdot \frac{\partial C}{\partial a}$$

### 2.2.3 DÉTERMINATION EXPÉRIMENTALE DE L'ÉNERGIE DE FRACTURE $\gamma_F$

Dans ce type d'essai, on cherche à propager la rupture de façon contrôlée. En essai de flexion trois points sur éprouvettes préentaillées, la rupture apparaît généralement brutalement (fig. 2.4a). En faisant varier certaines conditions expérimentales, on peut néanmoins arriver à améliorer le contrôle de la propagation ; l'emploi de machine raide est à conseiller. En effet, dans la mesure où l'énergie élastique emmagasinée par l'ensemble presse - cellule de charge est relativement faible face à celle nécessaire à la rupture de l'échantillon, le caractère instable de la propagation de fissures ne sera pas accentué par la restitution de cette faible énergie emmagasinée. Si l'on ne dispose que d'une machine molle, il est alors nécessaire d'utiliser des éprouvettes à entailles profondes afin de diminuer l'importance de l'énergie élastique emmagasinée par la presse. Pour avoir une bonne mesure de  $\gamma_F$ , il faudrait disposer, pour la technique expérimentale utilisée, d'une machine asservie.

L'énergie de fracture  $\gamma_F$  est alors calculée par

$$(2.10) \quad \gamma_F = \frac{W}{2A} e$$

avec  $W_e$ , l'énergie correspondant à l'aire sous la courbe charge-flèche dans l'essai de flexion trois points,

$A$ , l'aire *apparente* de la section fracturée car elle correspond à la section de l'éprouvette diminuée de la section entaillée, et non à la surface réelle créée au cours du processus de fracture, qui est beaucoup plus importante. Le calcul de l'énergie  $\gamma_F$  ne tient compte que de cette aire apparente : l'énergie  $\gamma_F$  est appelée *énergie apparente de fracture*.

La morphologie de l'entaille influence beaucoup la nature des résultats. Deux méthodologies classiques ont été utilisées.

#### 1. Entaille en V

L'entaille en V [165] permet d'augmenter les concentrations de contraintes en tête d'entaille et donc de faciliter le démarrage de la fissure. L'influence de la géométrie de ce V a été examinée [149, 154].

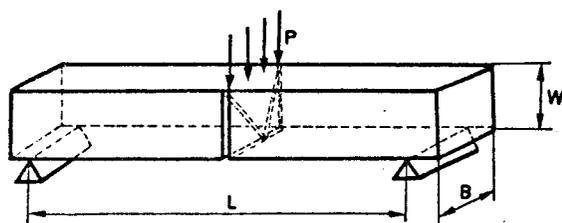


Figure 2.7

Essai de flexion 3 points sur éprouvette à entaille en V.

La géométrie des éprouvettes à entaille en V est définie par la figure 2.7 avec  $L = 60$  mm,  $W = 15$  mm et  $B \approx 14$  mm.

Pour des vitesses de traverse comprises entre 0,5 et 5 mm/mn, il a été observé que la fracture était d'autant mieux contrôlée que la vitesse d'essai était plus faible. Ceci est sensible pour la craie (fig. 2.8. a) et surtout pour

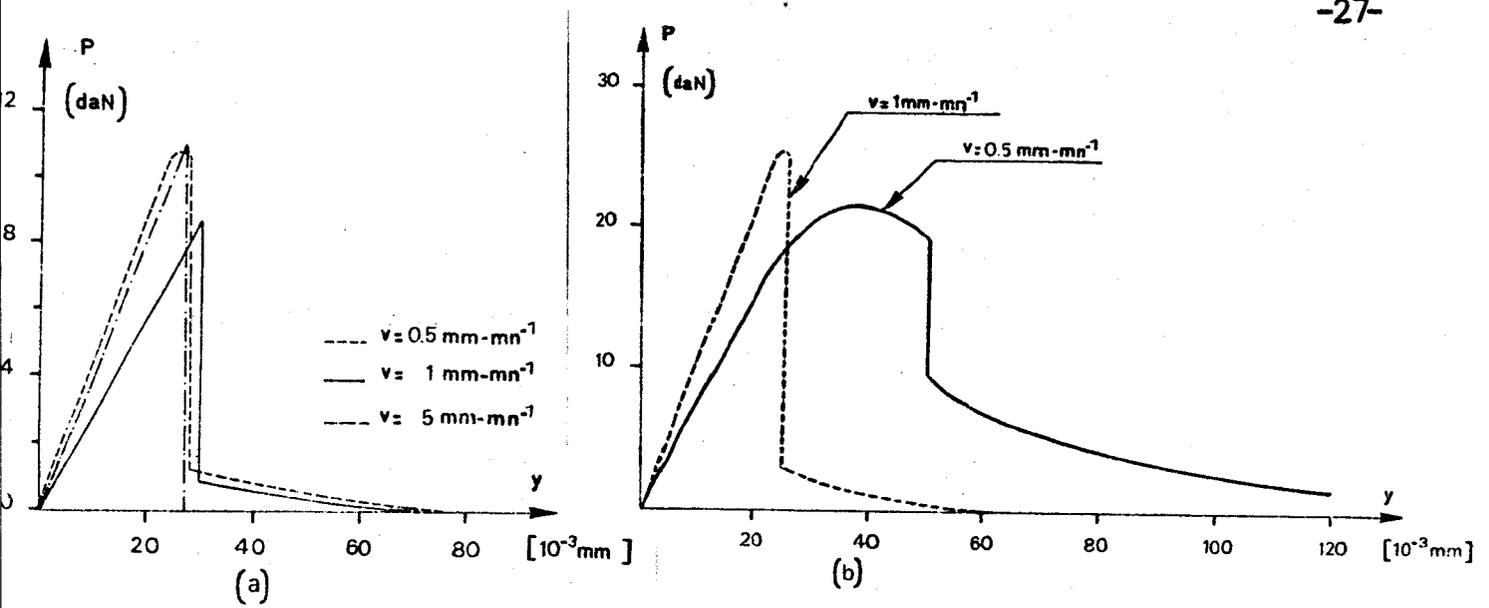


Figure 2.8

Courbes charge-flèche des essais de flexion 3 points sur éprouvette à entaille en V. Influence de la vitesse de la traverse.

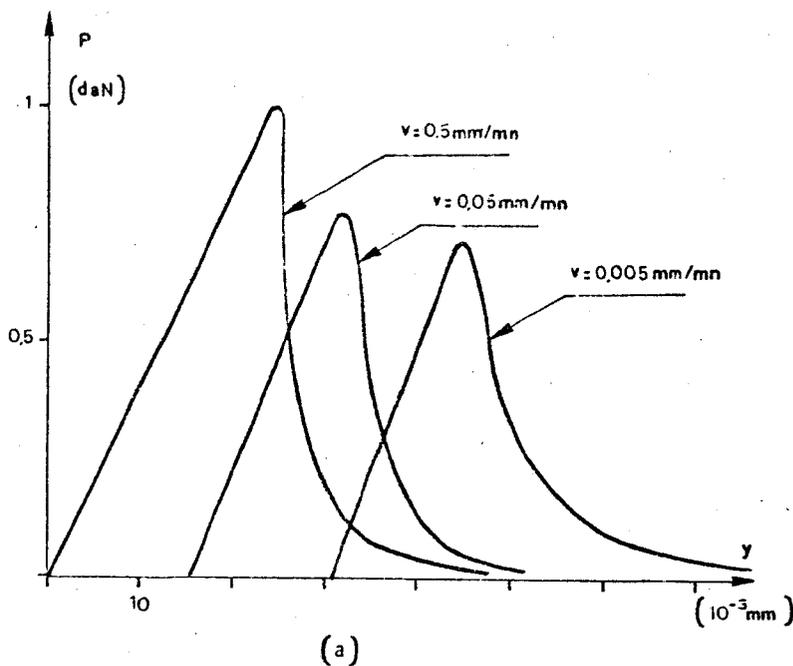
- a) craie
- b) marbre.

le marbre (fig. 2.8.b) alors que la propagation de la fracture dans le cas de la micrite est toujours parfaitement instable pour la technique expérimentale utilisée.

2. Entaille simple

Influence de la vitesse.

L'entaille simple ne modifie en rien les effets de traverse cités ci-dessus plus la vitesse de traverse est lente, plus la propagation de la fissure est contrôlée (fig. 2.9). Pour une profondeur d'entaille  $a/W \approx 0,25$ , on note les effets de la vitesse de traverse suivants :



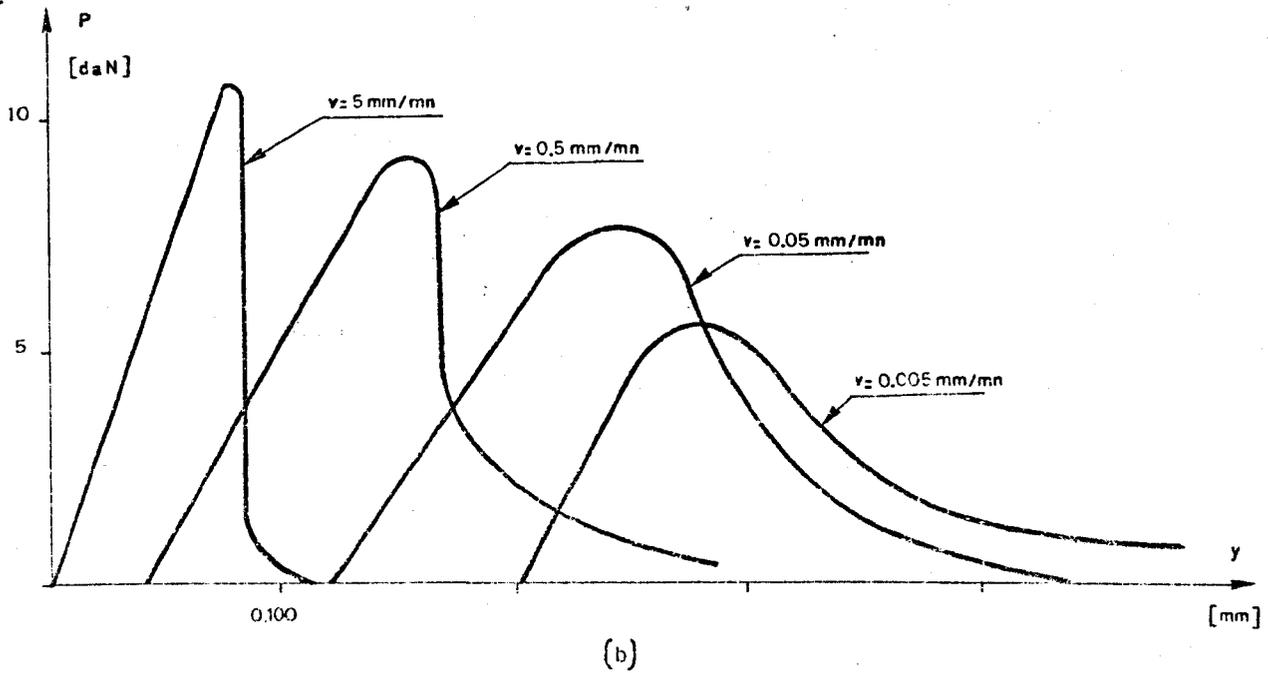


Figure 2.9

Courbes charge-flèche des essais de flexion 3 points sur éprouvette à entaille simple : influence de la vitesse de traverse

- a) craie 11
- b) marbre A.

- pour la craie 11 (fig. 2.9.a) la courbe charge-flèche est quasi linéaire jusqu'à une charge critique. La charge décroît ensuite rapidement, néanmoins, le gradient de décroissance est d'autant plus faible que la vitesse de traverse est réduite,

- pour le marbre A (fig. 2.9.b), le début de la propagation de fissure est progressif, la courbe  $P = P(y)$  montre un sommet d'autant plus aplati que la vitesse de traverse est faible. La propagation de fissure est ensuite complètement contrôlée. Le tableau 2.1 rend compte de l'influence de la vitesse de traverse sur les valeurs de  $K_{Ic}$  et de  $\gamma_F$  ; dès lors que la fissuration est contrôlée, la valeur de l'énergie de fracture est indépendante de la vitesse de traverse, mais la valeur de  $K_{Ic}$  diminue quand la vitesse diminue, ce qui pourrait mettre en doute le caractère intrinsèque de ce paramètre et par conséquent la validité de son emploi.

Vitesse de traverse (mm·mn <sup>-1</sup> )	5	0,5	0,05	0,005
$K_{Ic}$ (daN·mm <sup>-3/2</sup> )	3,25	2,58	2,32	2,05
$\gamma_F$ (J m <sup>-2</sup> )	instable	62,8	59,5	60,3

Tableau 2.1

Influence de la vitesse d'essai sur les valeurs de  $K_{Ic}$  et de  $\gamma_F$  pour le marbre A. - Essais dans l'eau -  $a/W = 0,25$ .

- pour la micrite d, la propagation de la fissure reste instable dans la gamme de vitesses de traverse de la presse Instron 1115. Dans ce cas, les valeurs de  $K_{Ic}$  sont quasi indépendantes de la vitesse de traverse.

Influence de la profondeur d'entaille

La profondeur d'entaille affecte la stabilité de la propagation de la fissure (fig. 2.10) d'après la remarque faite au début du paragraphe 2.2.3 : plus la profondeur est importante, plus la propagation est contrôlée. Ceci est très net pour le marbre A (fig. 2.10.b) et un peu moins pour la craie (fig. 2.10.a). Pour la micrite, aucune différence sensible n'a pu être notée.

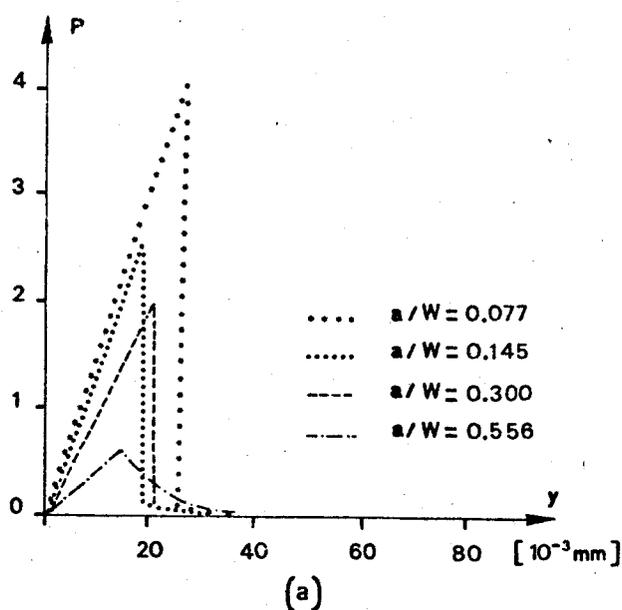
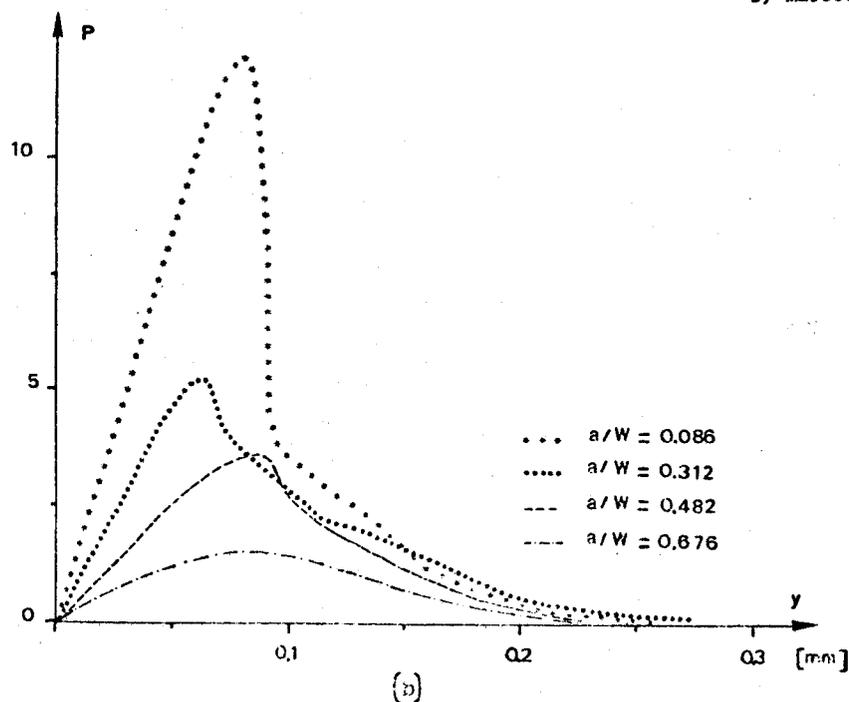


Figure 2.10

Courbes charge-flèche des essais de flexion 3 points sur éprouvette à entaille simple : influence de la profondeur d'entaille.

- a) craie II ( $v = 1$  mm/mn)
- b) marbre A ( $v = 0,5$  mm/mn)



## 2.2.4 COMPARAISON DES RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX DES ÉNERGIES D'INITIATION DE FRACTURE ( $\gamma_G$ ET $\gamma_C$ ) ET DES ÉNERGIES DE FRACTURE $\gamma_F$ :

Il a été souligné que les méthodes de mesure de l'énergie de surface (soit  $\gamma_G$ , soit  $\gamma_C$ ) intéressent le *début* de la fracture alors que la méthode de TATTERSALL et TAPIN [165] de l'énergie de fracture  $\gamma_F$  rend compte d'une moyenne d'énergie pendant *tout* le processus de fracturation.

Les résultats pour la micrite, le marbre et la craie sont reportés dans la figure 2.11.

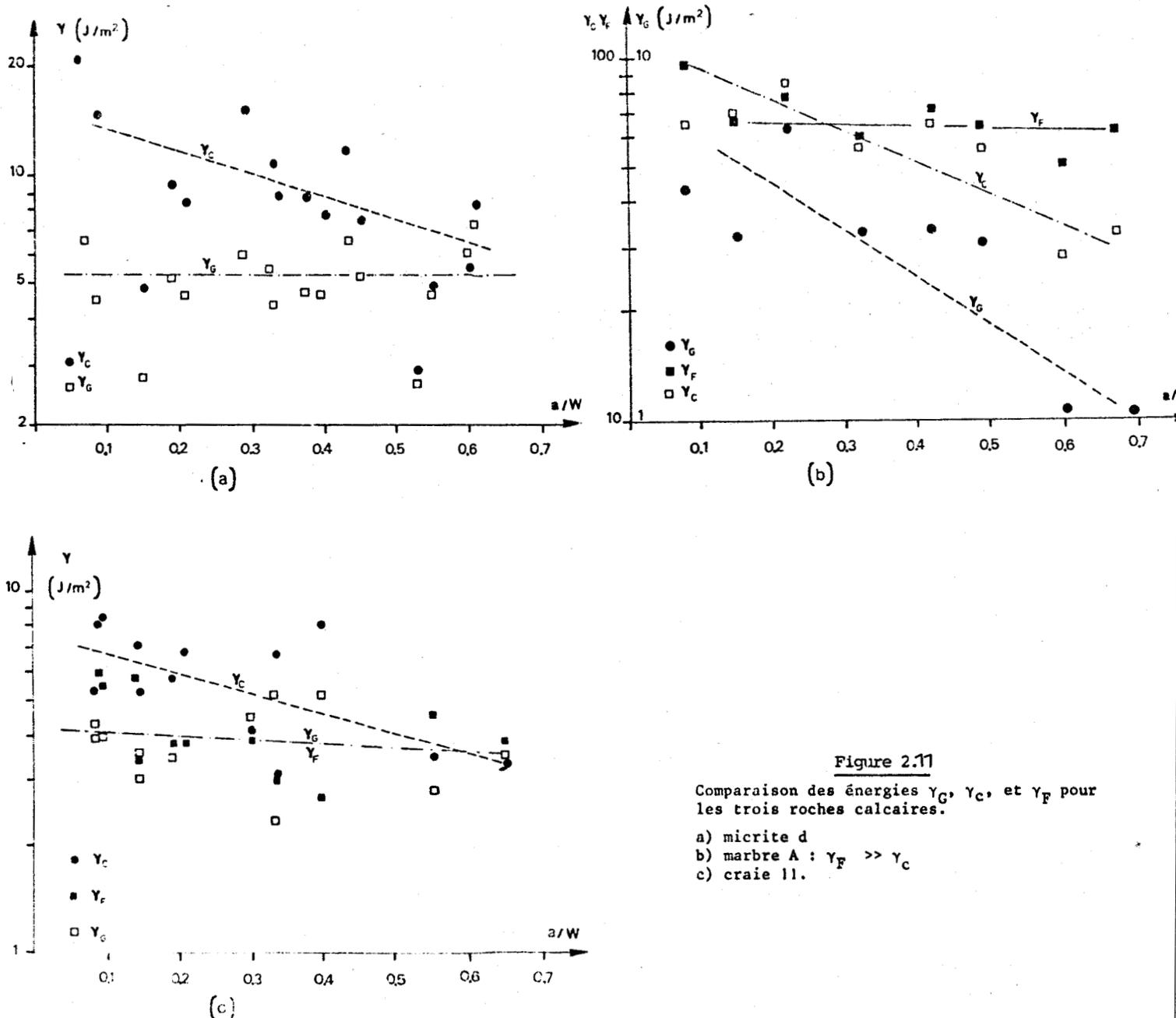


Figure 2.11

Comparaison des énergies  $\gamma_G$ ,  $\gamma_C$ , et  $\gamma_F$  pour les trois roches calcaires.

- a) micrite d
- b) marbre A :  $\gamma_F \gg \gamma_C$
- c) craie II.



Essais sur éprouvettes à entaille simple.

Dans la présente comparaison, les vitesses de traverse utilisées sont des vitesses rapides (0,5 mm/mn pour le marbre et la micrite, 1 mm/mn pour la craie)

afin de se rapprocher des conditions expérimentales énoncées au paragraphe 2.2.1 pour une mesure correcte de  $\gamma_G$ .

A ce stade plusieurs remarques s'imposent :

(a) Les essais de compliance et de charge critique devraient théoriquement conduire aux mêmes valeurs de l'énergie de surface. La divergence est en réalité très importante : les valeurs de  $\gamma_C$  sont toujours supérieures à celles de  $\gamma_G$  pour les trois matériaux testés. Ceci semble provenir d'une part pour  $\gamma_C$  de la mauvaise définition de la courbe compliance-longueur de fissure, (fig. 2.5) qui elle-même est très vraisemblablement due à l'hétérogénéité de la roche, et d'autre part pour  $\gamma_G$  de la valeur contestable du module d'Young intervenant dans l'équation (1.7).

(b) Dans cet essai de flexion 3 points, lorsque la propagation de fissure est parfaitement instable (craie et surtout micrite), la valeur de  $\gamma_G$  est à peu près indépendante de la profondeur d'entaille. Par contre, lorsque la propagation a tendance à être contrôlée, (cas du marbre), la valeur de  $\gamma_G$  décroît très sensiblement avec la profondeur d'entaille.

(c)  $\gamma_C$  est décroissant quand le rapport  $a/W$  augmente. Bien que DAVIDGE et TAPPIN [32], pour quatre matériaux différents (verre, alumine, graphite et PMMA), indiquent que les valeurs de  $\gamma_G$  et  $\gamma_C$  sont à peu près identiques et indépendantes de la profondeur d'entaille, il semble au travers de leurs résultats et figures que les valeurs de  $\gamma_C$  soient très dispersées et possèdent la même variation que celle précédemment évoquée pour les trois roches calcaires. Il apparaît donc, que pour les matériaux rocheux, la méthode de la compliance nécessite un nombre d'essais très important afin de réduire l'imprécision.

(d) Les valeurs de l'énergie de fracture  $\gamma_F$  sont quasi indépendantes de la profondeur d'entaille dans le cas du marbre et légèrement décroissantes pour la craie lorsque la profondeur d'entaille croît.

La décroissance des valeurs expérimentales de l'énergie de fracture  $\gamma_F$  en fonction de la profondeur d'entaille peut être corrélée avec l'accentuation du caractère contrôlé de la propagation de fissure pendant les essais de flexion. Dans le cas d'éprouvettes à entaille profonde, le champ de contrainte est plus élevé sur une plus grande proportion de l'éprouvette et la probabilité d'échange d'énergie élastique est par conséquent plus grande [32]. Il est suggéré [32] de retenir les valeurs de  $\gamma_F$  correspondant aux entailles les plus profondes ou de les extrapoler pour  $a/W = 1$ .

(e) La craie présente des valeurs à peu près semblables des énergies de surface  $\gamma_G$  et de fracture  $\gamma_F$  pour des rapports  $a/W$  élevés : ceci revient à dire que l'initiation de la fracture et de la propagation dépensent des énergies du même ordre. Par contre, pour le marbre  $\gamma_F$  est d'un ordre supérieur à  $\gamma_G$  : l'initiation de la fracturation demande une énergie très inférieure à celle nécessaire à la propagation complète de la fracture. La différence importante entre  $\gamma_F$  et  $\gamma_G$  peut s'interpréter au travers de la microstructure : les fissures de taille millimétrique, dans le marbre, décrites en annexe 1, augmentent les contraintes en tête d'entaille et par conséquence favorisent l'initiation. Cependant la fissure principale qui commence à se propager vient se bloquer sur les fissures naturelles ayant une direction perpendiculaire [140]. Une énergie supplémentaire est nécessaire pour franchir cette barrière. Le franchissement s'opérera soit en créant de nouvelles microfissures, soit en propageant les microfissures naturelles d'orientation plus défavorable et augmentant alors considérablement la surface réelle fracturée.

Comparaison des valeurs de  $\gamma_F$  obtenues sur éprouvettes à entaille simple et à entaille en V.

Les valeurs de  $\gamma_F$  obtenues par les deux types d'entaille, simple et en V, sont reportées dans le tableau 2.2. Dans le cas de l'entaille en V, les essais ont été réalisés à vitesse assez importante (0,5 à 5 mm/mn) et les valeurs sont

Micrite	entaille V		entaille simple			
	1	0,5	profondeur d'entaille a/w	0,532	0,547	0,592
V machine (mm/mm)						
$\gamma_F$ (J/m <sup>2</sup> )	7,63	6,95	$\gamma_F$ (J/m <sup>2</sup> )	4,32	3,80	4,20

Marbre	entaille V		entaille simple			
	1	0,5	profondeur d'entaille a/w	0,482	0,600	0,676
V machine (mm/mm)						
$\gamma_F$ (J/m <sup>2</sup> )	74,1	74,6	$\gamma_F$ (J/m <sup>2</sup> )	65,3	50,1	61,6

craie	entaille V			entaille simple		
	5	1	0,5	profondeur d'entaille a/w	0,556	0,652
V machine (mm/mm)						
$\gamma_F$ (J/m <sup>2</sup> )	6,93	6,45	5,70	$\gamma_F$ (J/m <sup>2</sup> )	4,79	3,90

Tableau 2.2

Comparaison des valeurs de l'énergie de fracture obtenues à partir d'éprouvettes à entaille en V et à entaille simple, pour trois types de roches calcaires.

des moyennes d'une dizaine d'essais. Dans le cas de la micrite et de la craie, la fracture apparaît en flexion, dans les essais pratiqués toujours quasi instable, les valeurs des énergies  $\gamma_F$  correspondent plus aux conditions d'initiation de la fracture qu'aux conditions de propagation. Les valeurs de  $\gamma_F$  pour l'entaille en V sont supérieures à celles de  $\gamma_F$  pour l'entaille simple profonde.

Dans le cas du marbre, la propagation de la fracture, dans le cas des éprouvettes à entaille en V, est quasi contrôlée, il s'en suit que les valeurs de  $\gamma_F$  obtenues par les deux méthodes sont très proches.

### 2.2.5 REMARQUE ET CHOIX DES ÉPROUVETTES

Les éprouvettes à entailles simples ou en V conduisent à des résultats très proches. Cependant, dans le cas des éprouvettes à entailles en V, le sens de propagation de la fracture est très compliqué, multidirectionnel et par conséquent pas uniquement de mode 1 pour les matériaux anisotropes (voir paragraphe 2.4) : la valeur de l'énergie obtenue n'est donc pas caractéristique d'une direction de propagation comme c'est à peu près le cas pour les essais sur éprouvettes à entaille simple.

En conclusion, les essais de compliance ont été écartés pour leur trop grand nombre d'essais nécessaires et l'imprécision des résultats et les essais sur éprouvettes à entailles en V pour la mauvaise définition du sens de propagation de la fracture. En conséquence, les essais sur éprouvettes à entaille simple ont été retenus bien que cette méthode soit imprécise dans la mesure de  $\gamma_G$  par le fait de l'utilisation du module d'Young.

## 2.3. Influence de la porosité.

Nous allons tenter de séparer les effets des pores et des fissures, fissures naturelles. L'effet des fissures naturelles (vides très aplatis) sera envisagé au paragraphe 2.4. Dans ce paragraphe, nous n'avons retenu que les roches qui ne présentaient pas de fissures microscopiques.

La porosité peut avoir plusieurs effets sur le facteur d'intensité critique de contrainte et sur l'énergie de surface. Son augmentation implique une diminution de la surface effective et donc une diminution de  $K_{Ic}$ . A l'opposé, la diminution de porosité augmente l'énergie élastique disponible pour l'extension de la fissure du fait de la baisse du module d'Young. Par ailleurs, la morphologie des vides intervient dans la propagation des fissures : une fissure débouchant sur un trou voit son rayon de courbure en tête augmenter considérablement et dépasser l'acuité limite : le  $K_{Ic}$  est alors accru. De plus, du fait de la répartition alléatoire des vides, la surface de fracture n'est pas plane. Elle se propage en zig-zag en fonction des concentrations de contrainte provoquées par les trous proches du plan moyen de fracture. La surface à rompre s'en trouve alors augmentée,  $K_{Ic}$  l'est donc d'autant. Une telle approche théorique du problème de l'influence de la porosité ouverte et de la porosité fermée a été réalisée par FRANCOIS [52] en se plaçant dans le cas des problèmes plan (trous cylindriques).

Si l'influence théorique de la porosité sur  $K_{Ic}$  est montrée, il existe peu d'études expérimentales qui montreraient par exemple une augmentation de  $K_{Ic}$  lorsque le volume des vides croît, dans le domaine des faibles porosités. Une étude microstructurale est nécessaire pour préciser la forme des vides et pour savoir si le modèle proposé par FRANCOIS [52] est applicable.

### 2.3.1 RELATION EXPÉRIMENTALE ENTRE $K_{Ic}$ ET LA POROSITÉ $n$

Afin de séparer les effets de la granulométrie et de la porosité, les essais ont porté sur les micrites et les craies, roches calcaires de porosité variable mais de taille de grains quasi constante (1 - 5  $\mu\text{m}$ ) et sans microfissure. Les échantillons ont été, avant essai, étuvés à 105°C pendant 48 heures. Ils sont

Micrites	a	b	c	d	e	f
$K_{Ic}$ ( $\text{daN}\cdot\text{mm}^{-3/2}$ )	3,45±0,20	3,15±0,15	3,42±0,20	2,90±0,25	3,71±0,05	3,23±0,24
$E$ ( $\text{daN}\cdot\text{mm}^{-2}$ )	6 000±800	6 600±800	7 800±600	6 400±400	8 200±500	6 900±300

Craies	1	2	3	4	5	6
$K_{Ic}$ ( $\text{daN}\cdot\text{mm}^{-3/2}$ )	0,73±0,07	1,12±0,17	1,13±0,11	0,41±0,05	0,50±0,04	0,38±0,04
$E$ ( $\text{daN}\cdot\text{mm}^{-2}$ )	435±15	710±80	930±150	420±50	-	450±90

Craies	7	8	9	10	11	12
$K_{Ic}$ ( $\text{daN}\cdot\text{mm}^{-3/2}$ )	0,94±0,15	1,25±0,17	1,24±0,17	2,86	0,57	0,80
$E$ ( $\text{daN}\cdot\text{mm}^{-2}$ )	1 060±120	490±50	1 200±200	5 200±740	70±80	610±60

Tableau 2.3

Valeurs du facteur d'intensité de contrainte critique  $K_{Ic}$  et du module d'Young  $E$  pour les différentes micrites et craies testées. Essais réalisés sur éprouvettes séchées.

alors supposés secs. Les résultats, moyennes arithmétiques d'un minimum de dix essais, sont reportés avec l'écart-type ci-dessous dans le tableau 2.3 et sur les figures 2.12 et 2.13.

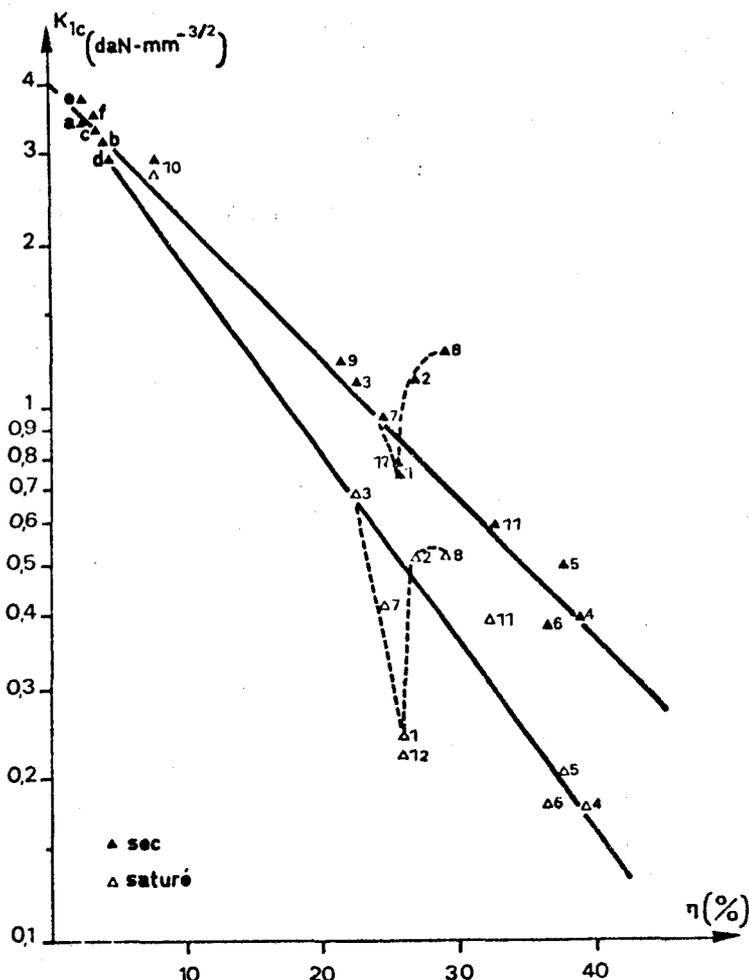


Figure 2.12  
Variation de  $K_{1c}$  avec la porosité  $\eta$  pour les roches calcaires à grains fins.

$K_{1c}$  et la porosité sont liés (fig. 2.12) par la relation :

$$(2.12) \quad K_{1c} = 4 \cdot \exp(-5,95\eta)$$

$K_{1c}$  étant exprimé en  $\text{daN}\cdot\text{mm}^{-3/2}$ . On note néanmoins un écart à cette relation entre 25 et 28 % de porosité, puis remontée de 26 à 28 %. Notons que la zone de 25-26 % correspond à la limite inférieure des craies les plus argileuses testées et que, par conséquent, une grande hétérogénéité de structure existe entre ces différentes craies pouvant induire une dispersion importante dans les mesures.

### 2.3.2 INTERPRÉTATION

La remarque importante concerne la décroissance du facteur d'intensité critique de contrainte en fonction de la porosité, décroissance également observée pour les faibles porosités (fig. 2.13). Cette variation monotone de  $K_{1c}$  avec la porosité semble en contradiction avec les prédictions théoriques de FRANCOIS | 52 | rappelées brièvement ci-avant.

Pour interpréter ce résultat, il est nécessaire d'étudier la structure des calcaires à grains fins, particulièrement dans les faibles porosités. Comme il est précisé en annexes 1 et 2, les micrites testées possèdent essentiellement

une porosité fermée faite de trous sphériques de plus ou moins grande taille. Lorsque une fissure débouche sur l'un des trous, elle ne voit cependant pas son rayon de courbure augmenter brutalement. Deux raisons peuvent être avancées sur ce comportement particulier :

- (a) les trous étant sphériques, ils ont une action plus faible sur le front de fissure que s'ils étaient cylindriques (problème plan),
- (b) les trous des roches calcaires ne sont pas lisses mais tapissés de

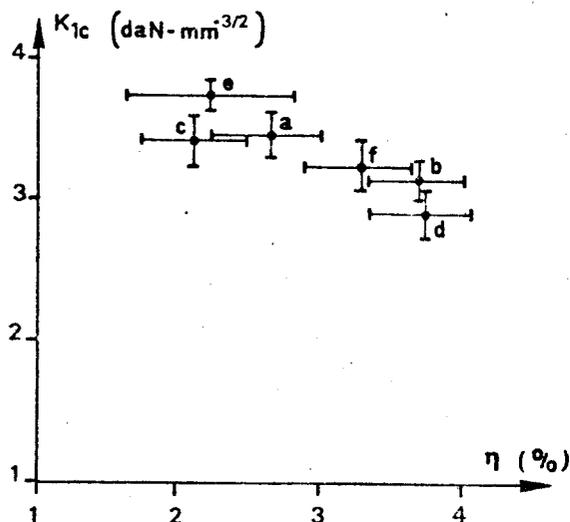


Figure 2.13  
Variation de  $K_{1c}$  avec la porosité totale  $\eta$  pour les micrites.

cristaux non jointifs : des vides en forme de dièdres très aigus (Annexe 2, p. 143) sont des microfissures qui tapissaient le vide. Si on relie l'absence de ces dièdres aigus entre cristaux à une notion qualitative de *degré de cristallisation* (p. 144) qui peut s'apprécier comme le plus ou moins grand développement de ces dièdres aigus (plus la porosité diminue, plus le degré de cristallisation est élevé), on peut alors dire que plus le degré de cristallisation est élevé (ou plus la porosité est faible), plus le  $K_{1c}$  augmente.

L'apparente contradiction par rapport à la théorie de FRANCOIS [52] s'explique donc par la structure particulière des roches calcaires.

Lorsque la porosité augmente ( $\eta > 10\%$ , domaine des craies), la porosité est essentiellement ouverte. Le facteur d'intensité de contrainte continue à décroître avec la porosité. Les plus ou moins fortes concentrations en argiles ne semblent pas perturber cette décroissance.

### 2.3.3 ÉNERGIE CRITIQUE D'AVANCEMENT DE FISSURE $G_c$ . ÉNERGIE $\gamma_g$

Les valeurs de  $G_c$  sont calculées par la relation (2.6), ce qui implique la connaissance de la relation entre le module d'Young et la porosité. La figure 2.14 traduit cette relation sous la forme proposée par SPRIGGS [157] :

$E = E_0 \exp(-b\eta)$ . Dans la gamme de porosité comprise entre 0 et 26 % les constantes  $E_0$  et  $b$  valent [37] :

$$E_0 = 8000 \text{ daN-mm}^{-2}$$

$$b = 9,4$$

Comme pour les valeurs de  $K_{1c}$ , la porosité de 26 % est remarquable : au-delà de cette valeur, le module d'Young est à peu près indépendant de la porosité.

En appliquant la relation 2.6 et en négligeant l'effet du coefficient de

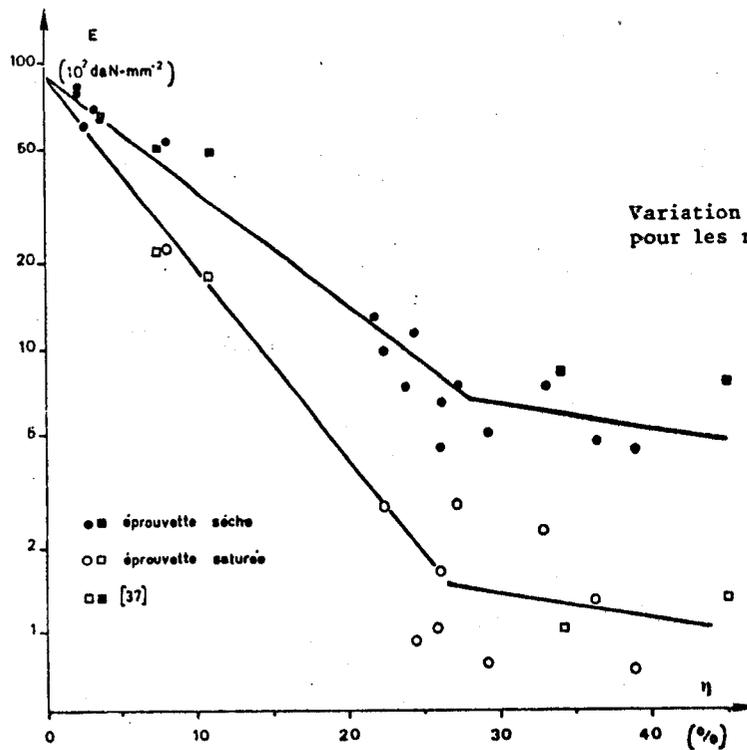


Figure 2.14

Variation du module d'Young E avec la porosité  $\eta$  pour les roches calcaires à grains fins.

Poisson (le coefficient de Poisson est décroissant avec la porosité) la valeur de  $G_c$  est reliée à la porosité par (fig. 2.15) :

$$(2.12) \quad G_c = 20 \exp(-1,5\eta)$$

$G_c$  étant exprimé en  $J/m^2$ ; au-delà de la porosité de 26 %, le module d'Young étant à peu près constant,  $G_c$  diminue rapidement avec la porosité.

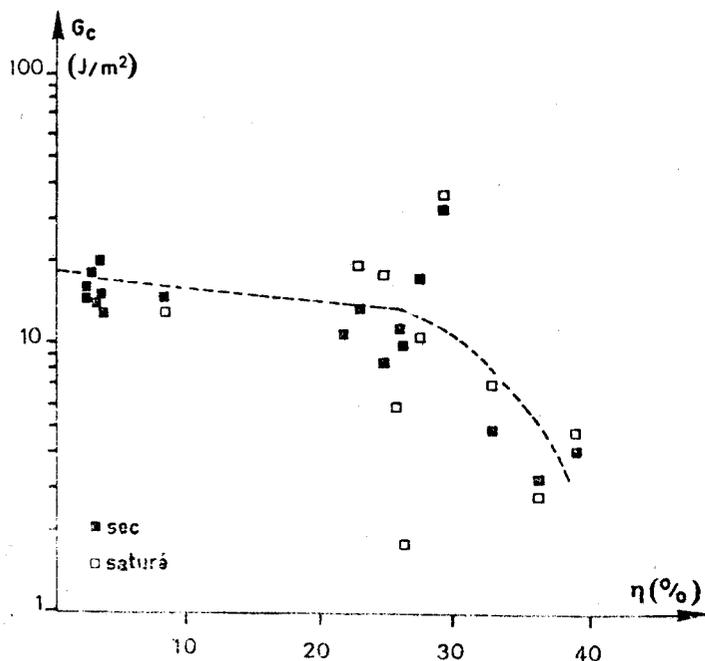


Figure 2.15

Variation de  $G_c$  avec la porosité pour les roches calcaires à grains fins.



Type de roche calcaire	$\gamma$ (J/m <sup>2</sup> )	référence
<u>Essais sur éprouvettes fissurées</u>		
Indiana (Salem) limestone	20 - 110	HOAGLAND*
Lüders limestone	10,8 <sup>+</sup>	FRIEDMAN et al  56
Indiana limestone	17,8 <sup>+</sup>	FRIEDMAN et al  56
Marbre	10	WAWERSIK et FAIRHURST**
<u>Essai selon la technique de Gilman</u>		
Calcite (1 0 $\bar{1}$ 1)	0,23	GILMAN  70
Calcite (1 0 $\bar{1}$ 1)	0,35	SANTHANAN et GUPTA  147
Carthage limestone	38	PERKINS et BARLETT  137
Lüders limestone	19	PERKINS et BARLETT  137
Lüders limestone	17	PERKINS et KRECH  138
Carthage limestone	35	PERKINS et KRECH  138
<u>Energie de fracture</u>		
Holston limestone	23	KRECH  103
Salem limestone	30	KRECH  103
Marbre de Mosset	20	HUET  92
Calcaire de Saint Vaast (craie)	3,7	HUET  92
Indiana limestone	10,9	SCHMIDT  149

Tableau 2.4

Valeurs de l'énergie libre de surface pour différentes roches calcaires. (+ Valeurs obtenues parès correction de surface

\* Valeurs rapportées par FRIEDMAN et al |56|

\*\* Valeurs rapportées par SANTHANAN et GUPTA |147|).



En conclusion,  $\gamma_G$  ( $= G_c/2$ ) diminue très légèrement lorsque la porosité croît jusqu'à des valeurs de 26-28 %, comme a déjà pu l'observer SIMPSON [154] sur des frittés d'alumine. Comme le coefficient de Poisson varie peu avec la porosité (et à fortiori son carré), on peut avancer une première approximation de  $\gamma_G$ , pour les calcaires fins, indépendante de la porosité :

$$\gamma_G \approx 7,5 \text{ J/m}^2$$

Cette valeur est supérieure à celle obtenue sur le cristal  $\{10\bar{1}1\}$ , par GILMAN [57], (0,23 J/m<sup>2</sup>), et SANTHANAN et GUPTA [147] (0,35 J/m<sup>2</sup>). Cette différence entre la valeur de l'énergie de surface de clivage du cristal et la valeur de l'énergie de surface de la roche peut s'expliquer par le fait que la fracture du polycristal n'est pas simple et qu'il est nécessaire d'ajouter à l'énergie de clivage du cristal, une énergie supplémentaire due à l'orientation de la fissure, à son branchement et à la microfissuration dans une zone proche du plan de fracture [44, 83], c'est à dire à l'augmentation de surface créée pendant la fracture [24, 42, 56, 160]. Outre le travail supplémentaire dépensé en augmentation de surface, il faut tenir compte du travail nécessaire à la formation de "steps" qui est généralement très important car le mode de propagation est alors le mode 3.

EVANS [42] traduit cette différence entre le monocristal et le polycristal sous la forme :

$$(2.13) \quad \gamma = \psi \gamma_0 + \gamma_P + \gamma_{su} + \gamma_c + \gamma_b$$

avec  $\gamma_0$ , l'énergie par unité de surface calculée à partir de la thermodynamique,

$\psi$ , un coefficient variant de 1,4 à 4 pour tenir compte de l'orientation de la fissure par rapport aux contraintes,

$\gamma_P$ , l'énergie dépensée en déformation plastique en tête de fissure,

$\gamma_{su}$ , l'énergie correspondant au branchement de fissure,

$\gamma_c$ , l'énergie de formation de "step" de clivage,

$\gamma_b$ , un terme empirique qui tient compte des fissures internes.

La présente étude ne permet pas de chiffrer chaque terme de l'équation 2.13.

Les valeurs présentées pour l'énergie de surface sont nettement plus faibles (2 à 5 fois) que celles déjà publiées par différents auteurs et répertoriées dans le tableau 2.4. Cette divergence peut provenir de la forme de l'entaille initiale (les entailles utilisées dans la présente étude sont très fines et conduisent à une concentration de contrainte élevée) ou encore de la structure particulière des roches calcaires testées (influence des fissures naturelles).

## 2.4 Anisotropies naturelles. Influence de l'état de fissuration

Les roches calcaires, selon leur origine, présentent deux types d'anisotropies. S'il s'agit de roches sédimentaires, le plan de stratification est souvent l'unique plan d'anisotropie. La roche est alors orthotrope. S'il s'agit de roches métamorphiques, la foliation (qui débite la roche en feuillet) est liée aux processus de déformation et recristallisation. Il s'agit d'un plan d'anisotropie qui se révèle être fréquemment un plan de concentration de fissures.

On examinera l'influence de ces anisotropies sur les valeurs de  $K_{1c}$ .

### 2.4.1 INFLUENCE DE LA FOLIATION

#### Caractérisation de la fissuration naturelle et valeurs de $K_{1c}$

Le marbre A de Saint Pons présente une anisotropie de répartition de fissures pouvant être caractérisée par l'essai de compressibilité [119,120] : lors d'une compression hydrostatique d'un cube, des jauges d'extensométrie mettent en évidence une anisotropie de déformation (fig. 2.16) :

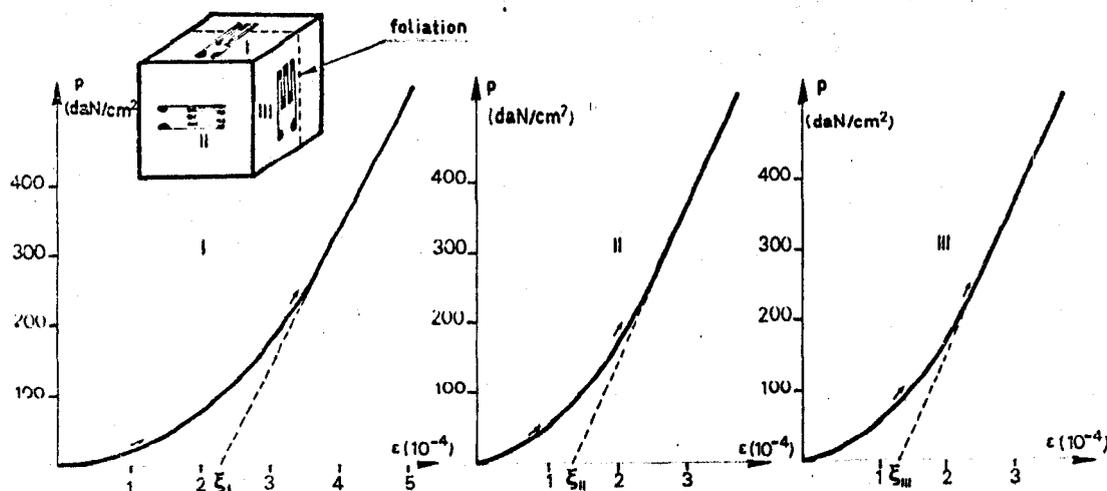


Figure 2.16

Essai de compressibilité sur le marbre A : déformation en fonction de l'orientation de la jauge par rapport à la foliation.

(a) La pente des parties linéaires correspondant à la déformation élastique et égale à  $E/(1 - 2\nu)$  est quasi indépendante de la direction. Dans la direction perpendiculaire à la foliation la pente  $E/(1 - 2\nu)$  est légèrement plus faible.

(b) Les fissures naturelles sont anisotropiquement distribuées : la fermeture des fissures (partie basse pression) est nettement plus importante pour la direction correspondant à la jauge I,  $\xi_I > \xi_{II}$ ,  $\xi_I > \xi_{III}$ . Le plan moyen des fissures est donc plus proche, statistiquement, du plan de foliation : on enregistre en effet une déformation plus importante perpendiculairement à cette direction.

(c) La déformation correspondant à la fermeture des fissures est identique pour les directions II et III : aucun des plans perpendiculaires à ces directions ne jouent un rôle particulier.

(d) L'influence du cyclage en pression a été étudiée [73]. Il montre que les fissures les plus aplaties ne s'ouvrent plus après fermeture.

En conclusion, la direction perpendiculaire au plan de foliation est l'axe principal d'anisotropie. Ainsi, pour le façonnage des éprouvettes entaillées de flexion, il est suffisant de définir 2 orientations du plan de fracture et 3 directions de propagation du front de fissures (fig. 2.17).

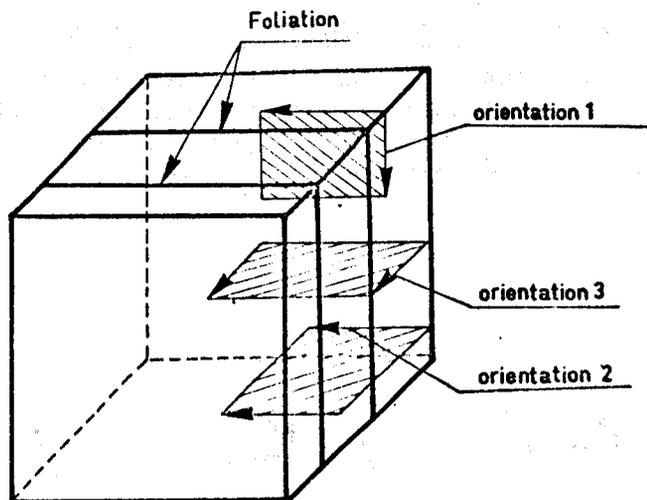


Figure 2.17

Définition des principales directions de propagation de fissure par rapport au plan de foliation.

Les valeurs de  $K_{Ic}$  obtenues pour les trois orientations définies par la figure 2.17, sont reportées dans le tableau 2.5 ci-dessous. On note clairement une anisotropie très prononcée sur les valeurs de  $K_{Ic}$  selon l'orientation de la propagation de la fissure. Le marbre de Saint Pons présente donc une isotropie des propriétés élastiques linéaires et une anisotropie des caractéristiques à la rupture. Les facteurs  $K_{Ic}$  ont été faits en considérant la roche isotrope, car les calculs correspondants à une anisotropie avec un comportement non linéaire du à la présence de fissure n'existent pas.

Orientation	Valeur de $K_{Ic}$ (daN $^{-3/2}$ mm $^{-3/2}$ )
1	2,2 ± 0,3
2	4,4 ± 0,3
3	3,4 ± 0,4

Tableau 2.5

Facteur d'intensité de contrainte critique  $K_{Ic}$ , obtenu pour le marbre A par flexion trois points sur éprouvettes préentaillées en fonction de l'orientation de l'entaille par rapport au plan de foliation.

Interprétation

Dans l'essai de flexion 3 points sur éprouvette préentaillée, les défauts naturels perturbent la concentration de contrainte en tête de l'entaille. Sachant

que les fissures naturelles ont toutes leur plan situé proche du plan de foliation, on peut distinguer 3 cas par rapport à la position respective de l'entaille initiale et du plan de foliation (fig. 2.18).

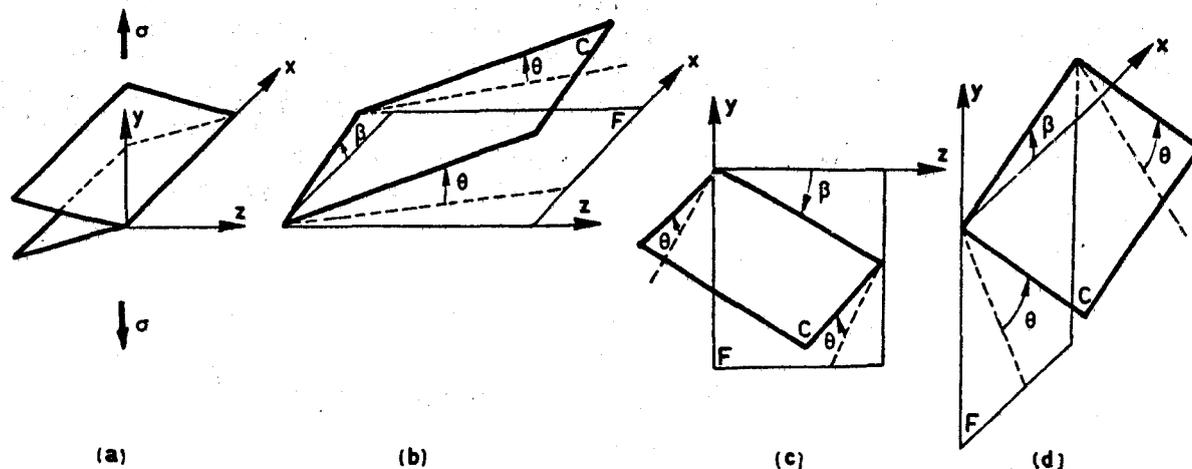


Figure 2.18

Principales positions d'une fissure plane naturelle (C) par rapport à l'entaille initiale ; (F : plan de foliation,  $\sigma$  contrainte de traction à l'infini).

$\theta$  est défini comme étant l'angle du dièdre formé par le plan moyen de la fissuration naturelle et  $\beta$  comme étant l'angle d'orientation du plan de fissure naturelle dans le plan de foliation. Dans le cas du marbre étudié ici, la valeur moyenne de  $\theta$  est faible d'après les résultats de compressibilité exposés précédemment. La contrainte appliquée à l'infini et perpendiculairement au plan de l'entaille est  $\sigma$ . (fig. 2.18.a).

cas 1. Le plan de l'entaille initiale est situé dans le plan de foliation. La contrainte à l'infini et perpendiculaire à la fissure naturelle est  $\sigma \cdot \cos\theta$  (fig. 2.18.b). La valeur de  $\theta$  est faible, ainsi cette fissure est sollicitée de façon comparable à l'entaille. L'interaction entre les champs de contraintes élevées au niveau des fronts d'entaille et de la fissure proche, est donc importante. La fissure naturelle se comporte comme un concentrateur de contrainte. La valeur du facteur d'intensité de contrainte critique  $K_{1c}$  décroît donc d'autant plus que l'interaction est importante ; nous avons dans ce cas la plus faible valeur de  $K_{1c}$  ( $2,2 \pm 0,3 \text{ daN} \cdot \text{mm}^{-3/2}$ ).

cas 2. Le plan de l'entaille est perpendiculaire au plan de foliation, mais sa direction de propagation est située également dans le plan de foliation. La contrainte de traction à l'infini qui est perpendiculaire à la fissure naturelle, est  $\sigma \cdot \sin\theta \cdot \cos\beta$  (fig. 2.18.c) ;  $\cos\beta$  varie de 0 à 1,  $\sin\theta \cdot \cos\beta$  a une valeur faible. L'interaction entre l'entaille et la fissure naturelle proche est faible dans ce cas, les valeurs de  $K_{1c}$  seront donc plus fortes que précédemment.

Dans ce cas, nous avons trouvé les valeurs les plus élevées pour  $K_{1c}$  :  $4,4 \pm 0,3 \text{ daN} \cdot \text{mm}^{-3/2}$ .

cas 3. Le plan de l'entaille initiale et la direction de propagation sont perpendiculaires au plan de foliation. La contrainte de traction à l'infini, perpendiculaire au plan de fissure naturelle est  $\sigma \sin\theta$  (fig. 2.18.d). Nous sommes alors dans une configuration intermédiaire entre les deux cas précédents. Par rapport à la distribution des fissures naturelles proches du plan de foliation, les valeurs de  $K_{1c}$  sont plus largement distribuées (écart type de  $0,4 \text{ daN} \cdot \text{mm}^{-3/2}$  pour plus de 60 essais) et sont situées dans les deux cas précédents :  $3,4 \pm 0,4 \text{ daN} \cdot \text{mm}^{-3/2}$ .

## 2.4.2 INFLUENCE DE LA STRATIFICATION

Les calcaires (micrites et craies) montrent une anisotropie liée au processus de formation. La stratification détermine une anisotropie verticale.

Des essais ont été menés sur les calcaires microcristallins de façon à ce que le plan de fissuration soit perpendiculaire ( $\perp$ ) ou parallèle ( $\parallel$ ) à la stratification. Les résultats sont reportés dans le tableau 2.6 ci-après et montrent que  $K_{1c} (\perp)$  est légèrement supérieur à  $K_{1c} (\parallel)$ , le rapport  $K_{1c} (\perp)/K_{1c} (\parallel)$  étant sensiblement constant et égal à 1,1. Des essais dans le plan de stratification pour deux directions orthogonales de propagation du front de fissure conduisent aux mêmes valeurs de  $K_{1c}$  : l'axe perpendiculaire à la stratification est le seul axe d'anisotropie de ces matériaux.

micrite	$K_{1c} (\perp)$ daN-mm <sup>-3/2</sup>	$K_{1c} (\parallel)$ daN-mm <sup>-3/2</sup>	$K_{1c} (\perp)/K_{1c} (\parallel)$
a	3,45 ± 0,20	2,95 ± 0,15	1,17
b	3,15 ± 0,15	2,92 ± 0,15	1,08
c	3,42 ± 0,20	2,94 ± 0,10	1,16
d	2,90 ± 0,25	2,59 ± 0,13	1,11
e	3,71 ± 0,05	3,32 ± 0,08	1,12
f	3,23 ± 0,24	3,11 ± 0,22	1,04

Tableau 2.6

Valeurs du facteur d'intensité de contrainte critique pour les différentes micrites pour une orientation du plan de fracture perpendiculaire ( $\perp$ ) ou parallèle ( $\parallel$ ) au plan de la stratification

Cette légère anisotropie n'a pu être expliquée par l'étude de la microstructure car elle est vraiment trop faible. Des essais de compressibilité ont également été réalisés : les courbes pression-déformation sont alors parfaitement linéaires et de pente identique. Les micrites sont donc exemptes de fines fissures aplaties. Cependant, les micrites possèdent des défauts (trous, plaquettes argileuses... Annexe 2). Des essais de traction indirecte par flexion 3 points ont été réalisés afin d'essayer de savoir si ces défauts sont préférentiellement orientés. En effet, la résistance à la traction  $\sigma_t$  est donnée lorsque l'on suppose une propagation en mode I pur par :

$$(2.14) \quad K_{1c} = Y \sigma_t \sqrt{a_0}$$

avec  $a_0$  défaut naturel du matériau, supposé non évolutif lors du chargement, et Y le facteur de forme décrit au paragraphe 1.2. S'il y a anisotropie de la distribution des plus grands défauts défavorables  $a_0$ , les valeurs de Y  $a_0$  doivent être différentes selon la direction dont l'essai de traction est effectué.

La résistance à la traction a été calculée à partir d'un essai de flexion 3 points (fig. 2.19) pour lequel ont été adoptées les caractéristiques géométriques suivantes :  $b = h = 7$  mm,  $2L = 40$  mm. Les éprouvettes sont rectifiées puis

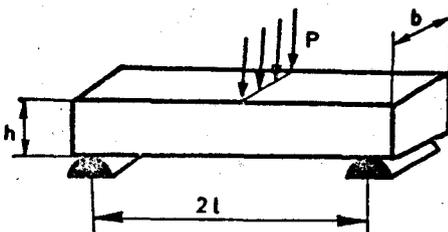


Figure 2.19

Essai de flexion 3 points sur éprouvette pleine.

polies de manière semblable de façon à éviter les perturbations dues aux défauts de surface. La résistance à la traction a été prise sur la fibre la plus chargée :

$$\sigma_t = \frac{3 Pl}{bh^2}$$

Les valeurs de la résistance à la traction ainsi obtenues avec une vitesse de traverse de 0,5 cm/mn pour deux orientations du plan de fracture, une perpendiculaire au plan de stratification ( $\perp$ ), l'autre parallèle ( $\parallel$ ) sont reportées dans le tableau 2.7. ci-dessous :

micrite	$\sigma_t (\perp)$	$\sigma_t (\parallel)$	$K_{1c}(\perp)/\sigma_t(\perp)$	$K_{1c}(\parallel)/\sigma_t(\parallel)$
a	$3,22 \pm 0,30$	$2,85 \pm 0,30$	1,06	1,04
b	$3,60 \pm 0,35$	$3,45 \pm 0,35$	0,87	0,85
c	$3,45 \pm 0,20$	$2,95 \pm 0,10$	0,99	1,00
d	$5,24 \pm 0,30$	$4,60 \pm 0,30$	0,56	0,57
e	$4,35 \pm 0,20$	$3,95 \pm 0,15$	0,85	0,84
f	$2,48 \pm 0,25$	$2,42 \pm 0,25$	1,30	1,29

Tableau 2.7

Résistance à la traction  $\sigma_t$  des micrites étudiées obtenue par flexion trois points selon l'orientation du plan de fracture par rapport au plan de stratification. (Les contraintes  $\sigma_t$  sont exprimées en daN $\cdot$ mm $^{-2}$ ).

Ces résultats appellent un commentaire. Si l'on suppose que les défauts naturels n'évoluent pas avant la rupture, le rapport  $K_{1c}/\sigma_t$  pour chaque direction de fissuration donne une idée de la distribution des défauts responsables de la rupture. Or  $K_{1c}/\sigma_t$  est identique pour les deux directions de fracture considérées : pour une même micrite, les défauts n'ont pas d'orientation statistique préférentielle ni de forme particulière ; ils peuvent être aléatoirement répartis, ou encore à symétrie sphérique. La faible anisotropie des micrites n'a pu être attribuée, comme pour les marbres, à une différence de microstructure (trous, argiles...).

## 2.5. Influence de la granularité et de l'état de fissuration.

La taille croissante de grain devrait avoir pour effet d'augmenter l'énergie de fracture par augmentation du terme d'énergie de déformation plastique  $\gamma_D$  [24, 65]. Il est cependant difficile de faire varier le paramètre granulométrique et de laisser d'autres paramètres microstructuraux (porosité, fissuration, anisotropie) constants, et ceci particulièrement pour les matériaux naturels. Néanmoins, ont été testés de façon comparative les quatre marbres décrits en annexe 1, et la micrite c pour les calcaires à grains fins.

### 2.5.1 RÉSULTATS DES ESSAIS A "SEC"

Les essais ont été effectués à une vitesse de traverse de 0,5 mm/mn. Les résultats comparatifs (granulométrie, module d'Young, énergie d'initiation  $\gamma_i$ , énergie de fracture  $\gamma_F$ ) sont reportés dans le tableau 2.8. Conjointement, la figure 2.20 montre les courbes des essais sur éprouvettes à entaille simple, pour les

	micrite c	marbre A	marbre B	marbre C	marbre D
taille moyenne des grains ( $\mu\text{m}$ )	2 - 3	200 - 300	800 - 1 000 et 80 - 100	150 - 350	150 - 250
plus gros grain ( $\mu\text{m}$ )	10	400	1 500	800	500
$K_{Ic}^R$ ( $\text{daN}\cdot\text{mm}^{-3/2}$ )	$3,42 \pm 0,20$	$3,40 \pm 0,40$	$2,62 \pm 0,32$	$0,85 \pm 0,05$	$2,90 \pm 0,30$
$E$ ( $\text{daN}\cdot\text{mm}^{-2}$ )	7 800	4 200	6 400	2 340	7 750
$\gamma_i$ ( $\text{J}/\text{m}^2$ )	7,5	12,5	4,8	1,4	4,8
$\gamma_F$ ( $\text{J}/\text{m}^2$ )	7,5	67,2	30,4	47,9	41,3

Tableau 2.8

Comparaison des caractéristiques mécaniques pour les différents marbres et la micrite c. Essais sur éprouvettes sèches.

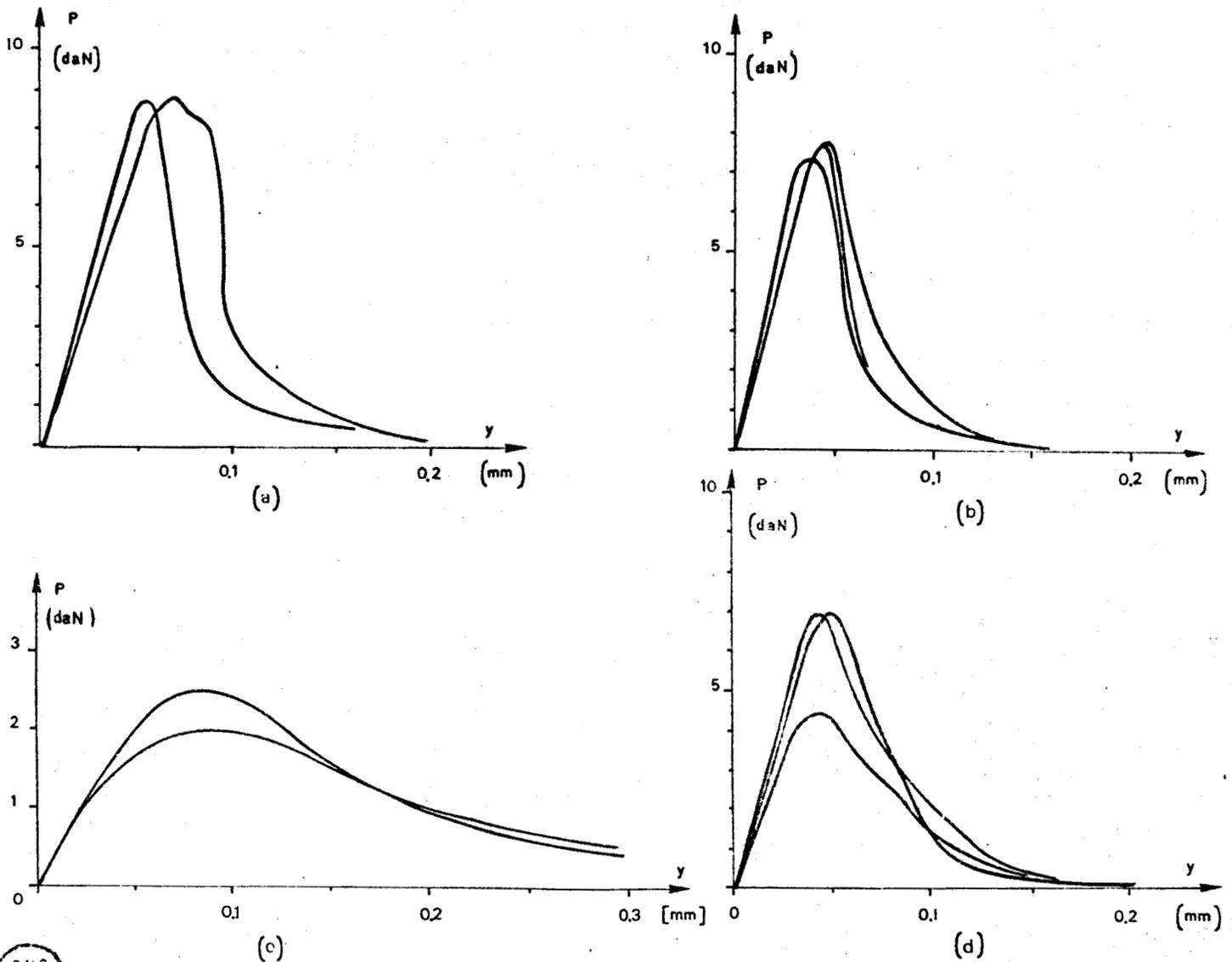


Figure 2.20

Courbes charge-flèche pour les différents marbres. Eprouvettes sèches -  $v = 0,5 \text{ mm}/\text{mm}$  -  $a/W = 0,320$ .

a) marbre A, b) marbre B, c) marbre C, d) marbre D.

différents marbres de porosité inférieure à 5 %. (Annexe 1).

Avec des conditions à peu près semblables de profondeur d'entaille ( $a/W \approx 0,320$ ), les courbes charge - flèche sont très différentes. La courbe correspondant au marbre B qui possède les grains les plus gros, présente le comportement le plus instable pour l'essai pratiqué. Pour une granulométrie très peu différente, de l'ordre de 200 à 300  $\mu\text{m}$ , le marbre C présente la propagation de fissure la plus stable pour ce même essai. Pour les micrites et les craies (diamètre de grains de l'ordre de 1 à 3  $\mu\text{m}$ ) la propagation de la fracture est toujours très instable. A ce niveau, on s'aperçoit donc que la granulométrie n'est pas un paramètre essentiel dans la rupture.

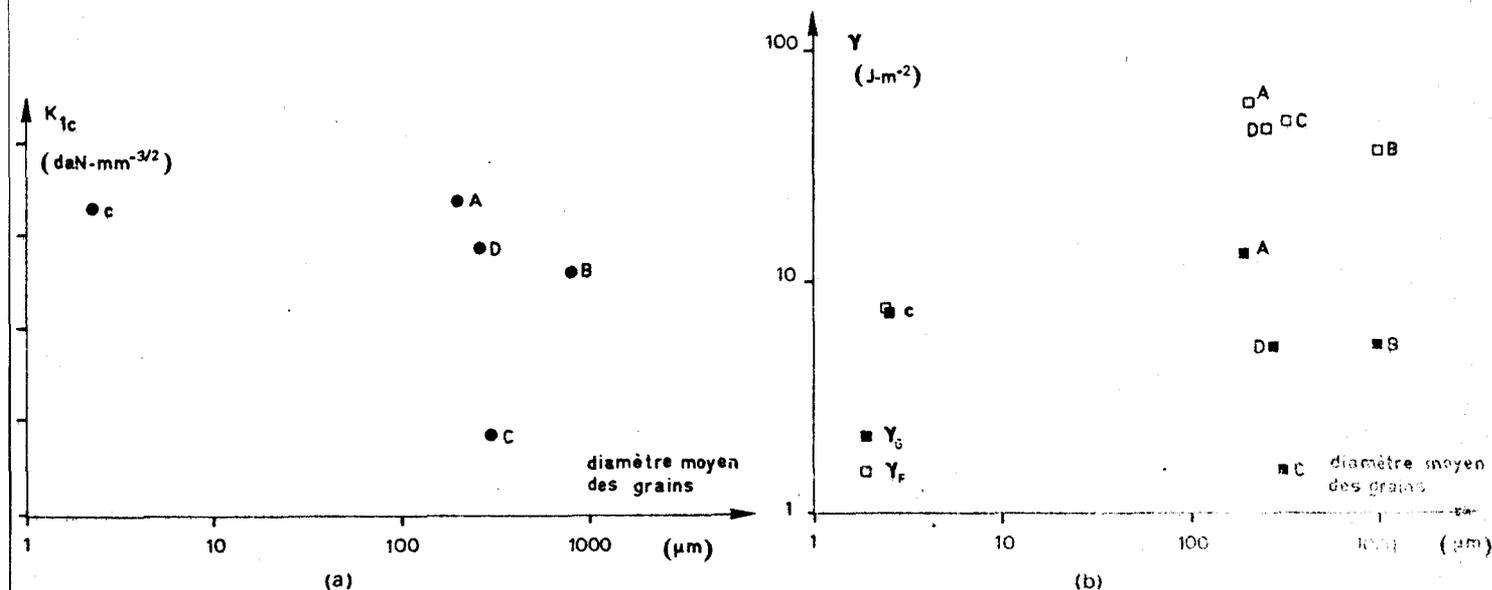


Figure 2.21

Influence de la taille des grains sur :

- les valeurs de  $K_{1c}$
- les énergies  $\gamma_G$  et  $\gamma_F$

Les valeurs du facteur d'intensité de contrainte critique (fig. 2.21.a) pour des valeurs de porosité très voisines indiquent que, sauf pour le marbre C, les valeurs de  $K_{1c}$  sont assez proches les unes des autres. Les valeurs de l'énergie initiale de fracture  $\gamma_G$  (fig. 2.21.b) suivent sensiblement la même évolution que celles de  $K_{1c}$ , alors que l'énergie de fracture  $\gamma_F$  semble être, dans le cas des marbres uniquement, légèrement décroissante avec la porosité.

## 2.5.2 INTERPRÉTATION

L'interprétation n'est pas aisée par le fait que des calcaires dont la granulométrie moyenne serait située entre 10 et 100  $\mu$  n'ont pu être trouvés et testés.

Cependant, dans cette étude élémentaire on remarque le rôle particulier joué par le marbre C. Or ce marbre est "saccharoïde", en présence d'eau, il perd une grande partie de sa cohésion ; cette roche est très microfissurée et ses fissures naturelles sont situées en joints de grains (Annexe 1). Dans ce cas, les microfissures naturelles jouent le rôle essentiel : elles diminuent l'énergie d'initiation  $\gamma_G$ , par concentration plus élevée de contrainte en tête de l'entaille et augmentent l'énergie de fracture  $\gamma_F$  par accroissement de la surface fracturée. Ainsi, dans le cas des roches calcaires, la granularité influence très peu les résultats, car lorsque la granulométrie dépasse 100  $\mu\text{m}$  nous sommes en présence de

marbres, lesquels présentent toujours une fissuration naturelle, dont l'importance et la taille sont variables.

Le marbre B, qui est un marbre très compact et de granulométrie très large, (de petits grains de 50 à 100  $\mu$  entourant des grains de 1 mm et plus), avec des fissures plus larges mais moins nombreuses, possède un  $\gamma_i$  moyen, et un  $\gamma_F$  plus faible que les autres marbres, ce qui confirme les hypothèses émises.

En outre, l'étude des fractographies (paragraphe 2.8) montre que la rupture est plus souvent intergranulaire, qu'intragranulaire, ce qui minimiserait l'influence de la taille de grains au profit des microfissures.

## 2.6. Influence de la température.

L'énergie de surface décroît avec la température ( $d\gamma/dT = -s_\Sigma$ , voir Annexe 4). Si l'on suppose le coefficient de Poisson et le module d'Young indépendants de la température, il s'ensuit que le facteur d'intensité de contrainte critique doit lui aussi décroître avec la température :

$$\alpha \frac{K_{1c}}{E} \frac{dK_{1c}}{dT} = -s_\Sigma \quad (\text{si } dE/dT = 0).$$

Pour vérifier cette loi sur les roches calcaires, des essais en température ont été exécutés. La plage de température oscultée va de -70°C à 580°C. Au-delà de 600°C, il y a début de décomposition thermique de la calcite.

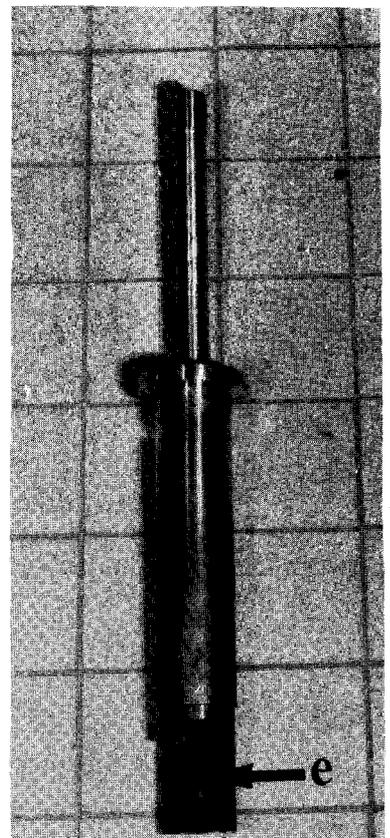
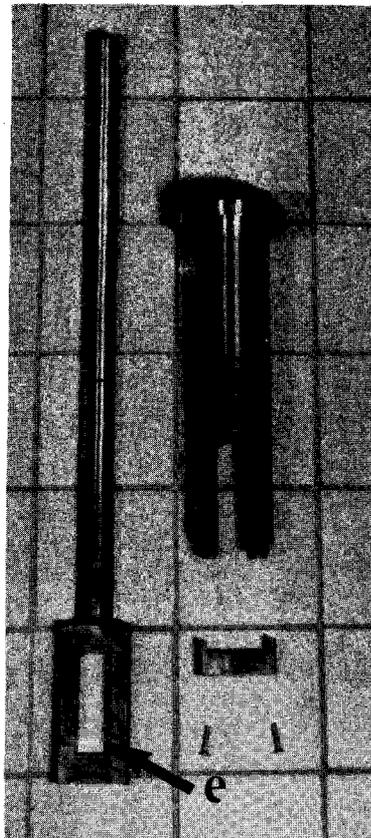


### 2.6.1 RÉSULTATS

Photo 2.2

Montage de compression "inversée"

- a) détail des pièces
- b) montage en position d'essai ;
- e : emplacement de l'échantillon.



Les trois roches calcaires testées sont la micrite d, le marbre de St Pons A et la craie de Barlin 13. Pour les essais en température au-delà de la température ambiante, un montage de *compression inversée* tel que celui-ci puisse entrer dans un four très classique Adamel de 65 mm de diamètre (photo 2.2) a été conçu. Ce montage très compact nécessite l'utilisation de petites éprouvettes de flexion avec une caractéristique entre les appuis de  $4W = 40$  mm. En comparant les essais à température ambiante pour les deux types de distance entre les appuis (40 et 60 mm), on ne note aucune différence sensible dans les valeurs  $K_{Ic}$  obtenues. Pour les essais à 70°C, l'éthanol a été utilisé comme réfrigérant, la régulation étant assurée par un circuit d'azote liquide.

Les résultats des différents essais sont reportés dans les figures 2.22 et 2.23. A la lecture de ces figures, on s'aperçoit que la micrite et le marbre

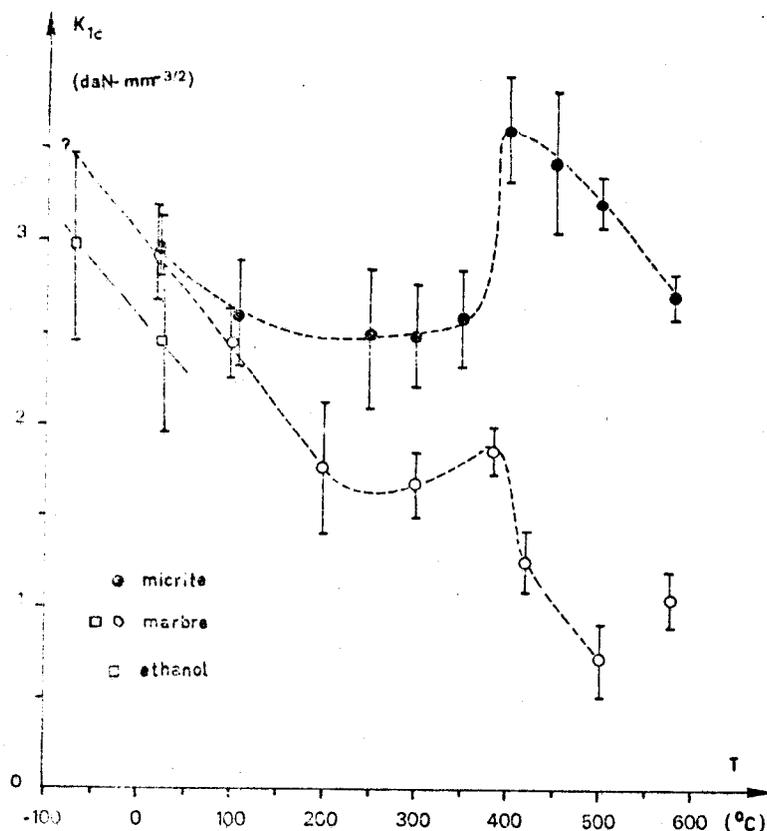


Figure 2.22

Variation de  $K_{Ic}$  avec la température pour le marbre A et la micrite c.

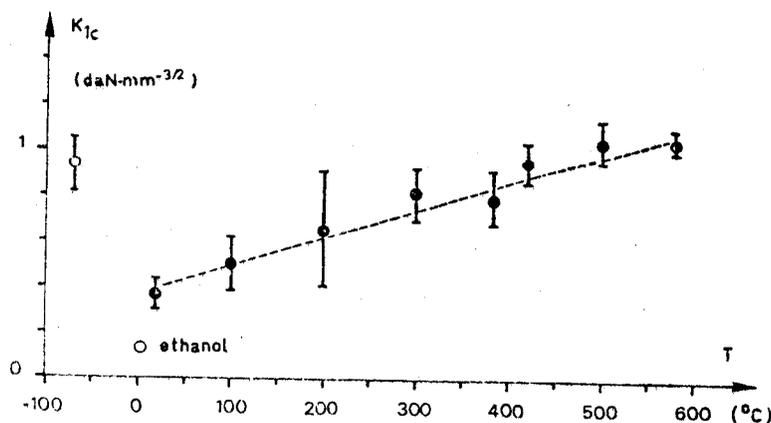


Figure 2.23

Variation de  $K_{Ic}$  avec la température pour la craie 13.

ont un comportement à peu près semblable :  $K_{1c}$  diminue effectivement mais pour des températures inférieures à  $300^{\circ}\text{C}$ , entre  $380$  et  $400^{\circ}\text{C}$  on note une brutale remontée de  $K_{1c}$  puis au-delà de cette température une diminution à peu près constante jusqu'à  $600^{\circ}\text{C}$ . Par contre, le  $K_{1c}$  de la craie varie de façon totalement différente et croît, très légèrement, avec la température.

Notons que sur des frittés d'Alumine [33] des phénomènes semblables à ceux présentés sur la micrite et le marbre ont pu être observés.

## 2.6.2 INTERPRÉTATION DANS LE CAS DE LA MICRITE ET DU MARBRE

La remontée de la tenacité s'effectue vers  $400^{\circ}\text{C}$ , température considérée comme celle de la transition entre comportement fragile et comportement plastique ou pseudo plastique de  $\text{CaCO}_3$  [38, 145]. Pour le monocristal de calcite, à  $400^{\circ}\text{C}$  une remontée de la limite élastique en compression normale à (100) est observée [121].

On pourrait invoquer, pour une telle température, la possibilité de la transformation polymorphique calcite  $\rightarrow$  aragonite, observée expérimentalement sous haut confinement. Bien qu'en tête de fissure les contraintes soient intenses, le volume intéressé est beaucoup trop faible pour qu'une telle transformation soit déterminante dans le saut de  $K_{1c}$ . Il faut plutôt rechercher une explication au niveau de la transition fragile - plastique. Pour le monocristal, la température de  $400^{\circ}\text{C}$  correspond au début de la déformation plastique par glissement, déformation s'accompagnant d'un durcissement [121]. La déformation par mûclage n'est pas impliquée puisque non activée thermiquement. En outre, aucune différence notable n'apparaît, en fractographies, sur le faciès de rupture des échantillons de part et d'autre de  $400^{\circ}\text{C}$ . Seuls des essais de compression ont permis de mettre en évidence une densité de microfissures (de longueur de l'ordre de la taille du grain, Annexe 2) au-delà de  $400^{\circ}\text{C}$ . Ainsi au-delà de cette température, il semble que la rupture soit moins fragile car invoquant alors des mécanismes de déformation plastique : au-delà de  $400^{\circ}\text{C}$  pour propager la fissure il faudrait apporter une énergie  $\gamma_p$  de déformation plastique plus importante (voir relation 2.13). Cette énergie est de l'ordre du saut de  $K_{1c}$  au carré que divise deux fois le module d'Young soit de l'ordre de  $0,8$  à  $1,5 \text{ J/m}^2$ . On peut penser alors à un accroissement de la zone plastique en tête de fissure.

## 2.6.3 CAS DE LA CRAIE

La craie présente un comportement totalement différent : le facteur d'intensité de contrainte croît à peu près uniformément avec la température. Sans pouvoir commenter définitivement cette croissance uniforme, il faut souligner que la structure de la craie est composée de grains ou d'amas de grains, accolés entre eux par des "ponts" c'est à dire par des "coins" de grains, accollement qui est très fragile [26, 34, 40]. Par conséquent, et les fractographies le prouvent [40] la rupture est toujours intergranulaire et ressemble à de la décohéation de "ponts". Les mécanismes de déformation plastique en tête de fissure sont donc très mineurs et selon les hypothèses émises précédemment, il ne faut par conséquent pas s'attendre à une remontée de  $K_{1c}$  vers  $400^{\circ}\text{C}$ , ce qui est vérifié expérimentalement. La croissance de  $K_{1c}$  est par contre plus difficile à interpréter. Il faut pourtant noter que la craie testée contient environ 10 % d'argiles, lesquelles sont situées en joints de grains [108] et participeraient ainsi de façon active aux mécanismes de rupture. Il s'agit alors d'un système pluriphasé contrôlant la rupture et comme il l'a été souligné en annexe 4, l'énergie de surface peut croître, entraînant une croissance de  $K_{1c}$ .

## 2.6.4 ENERGIE DE FRACTURE $\gamma_f$ . CAS DU MARBRE.

Les essais sur la micrite et la craie ont conduit avec les vitesses de traverse utilisées à des ruptures fortement instables quelle que soit la température des échantillons. Le marbre, dont la propagation de la fracture est plus sta-

ble, présente une évolution des courbes charge-flèche de l'éprouvette qui évoluent avec la température (fig. 2.24). Les essais ont été menés à une vitesse de traversée de 5 mm/mn. On remarquera :

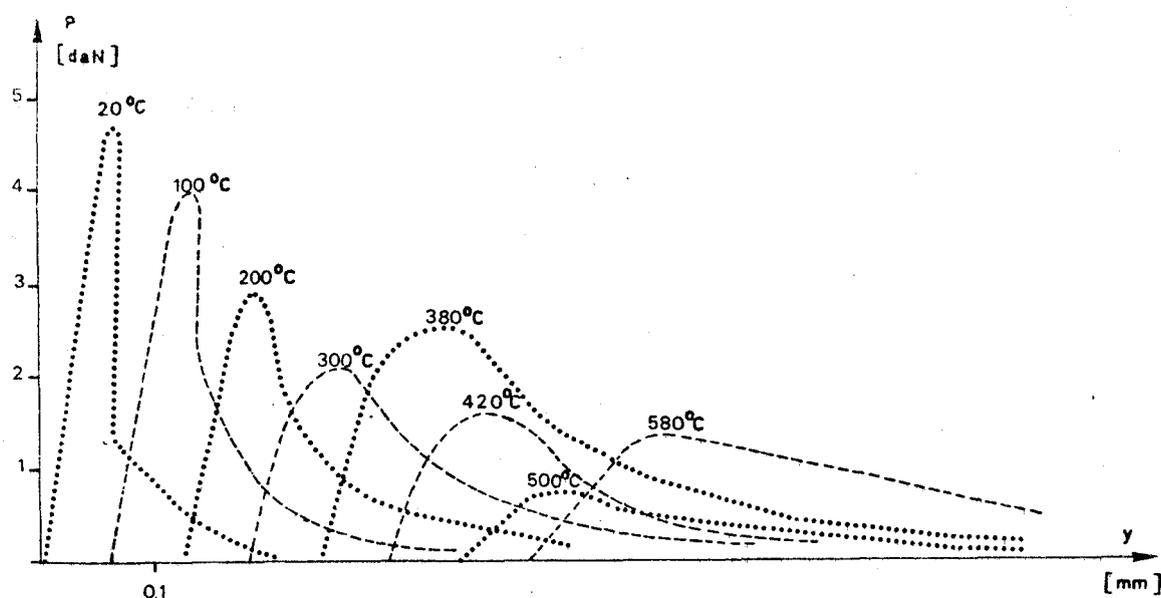


Figure 2.24

Influence de la température sur les courbes charge-flèche pour le marbre - vitesse de traversée : 5 mm/mn -  $a/W = 0,320$ .

(I) une remontée de la charge critique vers 380°C, puis une chute très rapide au-delà, phénomène correspondant à la remontée du  $K_{Ic}$  pour cette plage de température.

(II) une nette augmentation de la stabilité de la fracture avec la température. Au-delà de 400°C, il est nécessaire d'avoir recours à de très grandes flèches pour rompre complètement l'échantillon. Nous avons mesuré l'énergie de fracture à chaque température et les résultats, moyennes d'une dizaine d'essais, sont reportés dans la figure 2.25 : l'énergie de fracture croît à peu près linéairement avec la température jusqu'à 300°C, augmente assez rapidement vers 380° puis chute très rapidement au-delà. Nous laissons de côté le point à 580°C qui semble aberrant car trop près de la température de dissociation de la calcite.

L'énergie de fracture du marbre est nettement plus élevée à la température ambiante (environ 60 J/m<sup>2</sup>) que celle de la micrite ou de la craie (environ 7,5 J/m<sup>2</sup>). La différence provient essentiellement des fissures internes, c'est-à-dire que le terme  $\gamma_b$  de l'équation 2.13, est le plus important, induisant parallèlement un branchement plus important. Donc dans le cas de ce marbre, la somme  $\gamma_{su} + \gamma_b$  est de l'ordre de 50 J/m<sup>2</sup>, c'est-à-dire un ordre de grandeur supérieur à l'énergie de fracture des micrites et craies. Par conséquent, dans le cas du marbre, l'augmentation de  $\gamma$  est surtout due à la présence de fissures naturelles qui "durcisent" le matériau, en permettant un accroissement notable de la surface, effectivement fracturée.

Lorsque la température augmente (jusqu'à 300°C),  $\gamma_F$  croît à peu près linéairement avec la température. Cet accroissement ne peut s'expliquer que par une augmentation du terme correspondant à une microfissuration plus intense, à un branchement plus important, c'est-à-dire à un accroissement de  $\gamma_{su}$ , hypothèse qui n'a pu être vérifiée.

A 380°C l'accroissement d'énergie peut être attribué comme dans le cas des

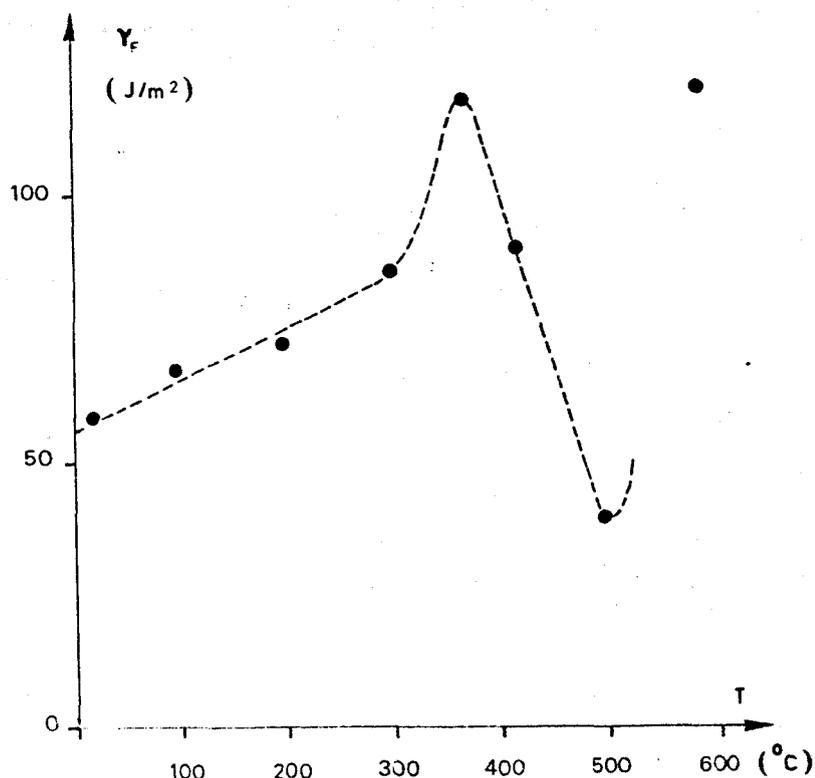


Figure 2.25

Influence de la température sur l'énergie de fracture du marbre A.

micrites à un accroissement de l'énergie de déformation plastique, dont la valeur est d'environ  $20 J/m^2$  c'est-à-dire un ordre de grandeur supérieur au cas des micrites et au cas du marbre si l'on considère l'énergie de l'initiation de la fracture. Avec les hypothèses émises, cet accroissement correspondrait à l'énergie de déformation plastique dépensée par toutes les microfissures.

## 2.7. Influence des liquides.

Les liquides ont des effets notables sur le comportement à la rupture (§ 1. 3). Une telle influence apparaît aussi bien sur les valeurs du facteur d'intensité de contrainte critique, c'est-à-dire les conditions de propagation des défauts critiques, que sur la propagation lente des défauts (ch. 3).

On distinguera les effets de liquides corrosifs vis à vis de la roche calcaire tels que l'eau, et ceux de liquides non aqueux non corrosifs tels que les alcools. Cette analyse a été menée sur les calcaires microcristallins à faible porosité et sur les craies à porosité variable. Les éprouvettes après étuvage à  $105^{\circ}C$  pendant 48 heures ont été imprégnées après un dégazage sous un vide primaire de  $10^{-2}$ Torr.

### 2.7.1 EFFET DE L'EAU

L'eau d'imprégnation riche en  $CaCO_3$  ( $45^{\circ}TH$ ) est représentative des conditions naturelles. Les valeurs de  $K_{1c}$  obtenues par flexion trois points d'éprouvettes préentaillées et du module d'Young obtenues par des essais de compression sont reportées dans le tableau 2.9. Dans le cas des micrites aucune différence importante n'a pu être décelée entre les essais à sec et les essais dans l'eau.

La figure 2.14 représente la relation entre le log de  $K_{1c}$  et la porosité

Craie	1	2	3	4	5	6
$K_{1c}$ (daN-mm <sup>-3/2</sup> )	0,24±0,08	0,52±0,15	0,73±0,10	0,18±0,02	0,20±0,02	0,18±0,02
$E$ (daN-mm <sup>-2</sup> )	100	270	270	70	-	126

Craie	7	8	9	10	11	12
$K_{1c}$ (daN-mm <sup>-3/2</sup> )	0,42±0,08	0,52±0,14	-	2,87	0,39±0,9	0,22
$E$ (daN-mm <sup>-2</sup> )	90	75	47	2 200	220	160

Tableau 2.9

Valeurs du facteur d'intensité de contrainte critique  $K_{1c}$  et du module d'Young pour les différentes craies testées. Essais réalisés dans l'eau.

$\eta$  qui est du même type que les essais à sec :

$$K_{1c\text{sat.H}_2\text{O}} = 4 \exp(-8,05\eta)$$

avec  $K_{1c}$  en daN-mm<sup>-3/2</sup>

Ainsi donc, pour une porosité donnée, le  $K_{1c}$  dans l'eau est inférieur au  $K_{1c}$  dans l'air ; la différence entre ces deux valeurs augmente lorsque la porosité augmente.

Si l'on aborde, comme pour les essais dans l'air, le problème de la propagation brutale de fissure dans l'eau en terme d'énergie critique, (fig. 2.15), on note que  $G_c$  ne diffère quasiment pas dans l'eau et dans l'air. Les énergies de surface d'initiation de fracture ne sont pas sensibles à l'eau imprégnant la roche.

## 2.7.2 INFLUENCE DES ALCOOLS ET AUTRES LIQUIDES SUR $K_{1c}$

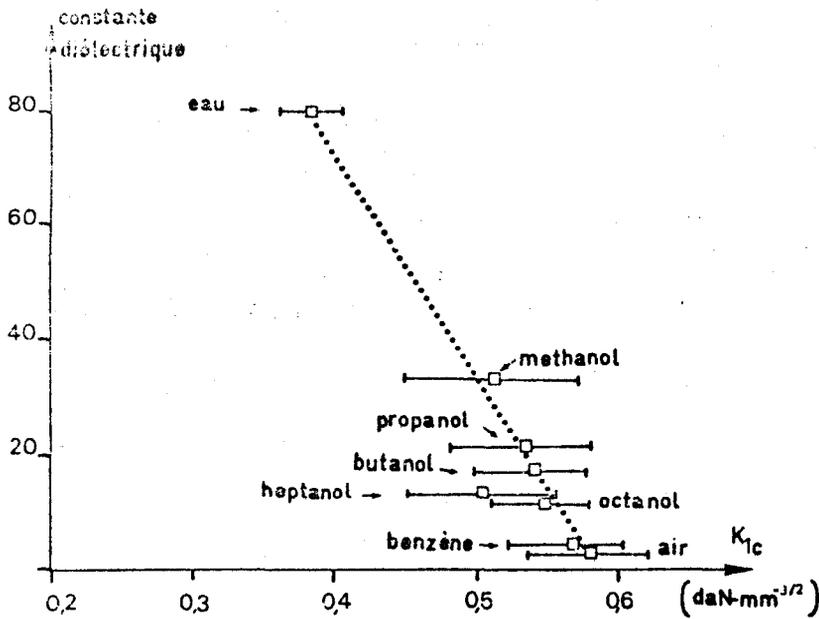
Comme l'effet des liquides est d'autant plus clair sur  $K_{1c}$  que la porosité est élevée, l'expérimentation a porté uniquement sur la craie 11 à 33 % de porosité, dans différents alcools, le toluène et le benzène. Les résultats sont consignés dans le tableau 2.10. Le paramètre physique retenu dans la figure

Liquide	Eau	Méthanol	Propanol-1	Butanol-1	Pentanol-1	Heptanol-1	Octanol-1	Toluène	Benzène
$K_{1c}$ daN.mm <sup>-3/2</sup>	0,390±0,090	0,504±0,064	0,527±0,051	0,529±0,040	0,530±0,076	0,498±0,059	0,540±0,038	0,562±0,085	0,562±0,044

Tableau 2.10

Valeurs du  $K_{1c}$  pour la craie 11 saturée dans différents liquides.

ration des variations de  $K_{1c}$  est la constante diélectrique : il s'agit d'un paramètre simple qui ne rend pas compte des phénomènes complexes de propagation de



**Figure 2.26**  
Influence de la constante diélectrique sur la valeur de  $K_{1c}$   
Craie 11.

fissure. Malgré cette insuffisance, on note (fig. 2.26) une excellente corrélation entre  $K_{1c}$  et la constante diélectrique, corrélation du même type que celle avancée par BERDENNIKOV [ 8 ] entre l'énergie critique  $G_c$  et cette même constante diélectrique.

### 2.7.3 INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS CONCERNANT LES VALEURS DE $K_{1c}$ ET $G_c$ DANS LES LIQUIDES DIVERS

En résumé, l'eau change très peu les valeurs de  $G_c$  (fig. 2.15), mais fait varier de façon importante les valeurs de  $K_{1c}$  : on relève, en effet, l'augmentation de la différence  $K_{1c}$  (sec) -  $K_{1c}$  (saturé) lorsque la porosité croît (fig. 2.12). Par ailleurs, l'eau influe sur le module d'Young (fig. 2.14) qui varie, en milieu complètement saturé, avec la porosité (dans la gamme 0 - 26 %) selon une loi du type :

$$E = 8000 \exp (- 14,8\eta) \quad (E \text{ en daN/mm}^2)$$

On note donc que plus la porosité est forte, au moins entre 0 et 26 %, plus l'influence de l'eau sur E est déterminante. A partir de l'expression précédente du module d'Young en milieu complètement saturé en eau et de la valeur de  $K_{1c}$  dans les mêmes conditions (§ 2.7.1), l'énergie  $G_c$  en milieu saturé est à peu près égale à :

$$G_c \approx 20 \exp (- 1,3\eta) \quad (G \text{ en J/m}^2)$$

expression très semblable à celle trouvée dans le cas des essais à sec (2.13). L'eau agit donc conjointement sur  $K_{1c}$  et E d'autant plus efficacement que la porosité est élevée, de telle façon que l'énergie  $G_c$  reste à peu près indépendante et de la porosité et de la teneur en eau.

On peut avancer que l'eau agit sur le module d'Young par sa tension superficielle [37]. Dans les variations de  $K_{1c}$ , bien qu'il s'agisse d'un facteur où le module d'Young n'intervienne pas, la tension superficielle des liquides pourrait également intervenir. Aucune corrélation claire n'a pu néanmoins être mise en évidence. Les seules corrélations apparentes s'effectuent entre  $K_{1c}$  et soit la porosité  $\eta$  soit la constante diélectrique des différents liquides.

L'influence du liquide est d'autant plus prépondérante que la porosité est forte (fig. 2.12). Dans le cas de roches très poreuses (craies) le liquide

d'imprégnation a un effet, du fait même de la grande porosité, non seulement en tête de fissure mais en avant de celle-ci, les liaisons solides s'effectuant par des "ponts" de surface restreinte. La tenacité du matériau diminue donc très sensiblement. Dans le cas des roches peu poreuses par contre (micrites), l'effet de l'eau (tension superficielle ou effet diélectrique) est cantonné en tête de fissure. Par ailleurs, on peut supposer que la viscosité du liquide et la taille microscopique des fissures sont telles que l'imprégnation du fond de fissure n'est plus assurée pendant la propagation brutale de la rupture. Le liquide influencerait peu dans ce cas.

Pour expliquer l'influence de la constante diélectrique, notons que la liaison Ca-O est environ 80 % ionique et donc clairement polarisée. Le liquide polarisé s'oriente au niveau du fond de fissures et des nombreux vides des calcaires poreux, diminuant alors les charges de  $\text{Ca}^{2+}$  et de  $\text{O}^{2-}$ . Cette neutralisation partielle de charge diminue l'attraction et donc la résistance de la liaison Ca-O. En fait, pour être rigoureux, il faudrait mesurer la constante diélectrique du complexe carbonate-liquide, ce qui n'a pas été effectué.

#### 2.7.4 CAS DES MARBRES - INFLUENCE DE L'EAU

Marbres	A	B	D
$\gamma_F(\text{sec})$ (J/m <sup>2</sup> )	67,2	38,4	41,3
$\gamma_F(\text{saturé})$ (J/m <sup>2</sup> )	62,5	24,9	35,2

Tableau 2.11

Influence de l'eau sur l'énergie de fracture  $\gamma_F$  des marbres A, B et D.

Les marbres A, B, D, saturés à l'eau, ont été testés. Les résultats comparatifs sont donnés dans le tableau 2.11 : ils montrent que l'eau diminue sensiblement l'énergie de fracture  $\gamma_F$ . Le liquide possède donc une influence sur l'énergie d'initiation de la fracture, mais aussi sur la propagation de la fracture, lorsque celle-ci est contrôlée : le chapitre 3 mettra clairement en évidence l'interaction entre la vitesse d'évolution des fissures, les contraintes et le milieu environnant.

## 2.8. Fractographies

L'étude des surfaces de rupture et du mode de propagation de la fracture, va permettre de compléter les différentes hypothèses émises dans ce chapitre. L'étude présentée ci-après restera cependant sommaire : il ne sera souligné que le type de propagation, intra- ou intergranulaire et l'état de fissuration proche de la fissure principale.

### 2.8.1 FRACTOGRAPHIES SUR LES MARBRES

Dans le cas des marbres, pour étudier la morphologie des surfaces de fractures, on procède à :

1. la propagation stable de la fracture,
2. l'arrêt de l'essai avant rupture totale de l'échantillon,
3. l'imprégnation de l'éprouvette avec colorant afin de distinguer les fissures,
4. l'exécution d'une lame mince au coeur de l'éprouvette, lame mince permettant une étude sur microscope optique par transmission.

Les photos 2.3, 2.4, et 2.5 donnent des fractographies représentatives pour trois marbres lorsque les essais sont effectués à sec. L'examen de ces documents peut se résumer en trois points :

(1) La fissure ne démarre pas toujours au fond de l'entaille, où le rayon de courbure est le plus faible. L'amorce peut se situer sur le côté, à partir - ou à cause - de fissures naturelles.

(2) La rupture est essentiellement intergranulaire pour les marbres testés. Ce mode est quasi indépendant de la vitesse de propagation, qui est rapide près de l'entaille et très lente vers le bord de l'éprouvette opposé à l'entaille. La taille de grain ne doit apparemment pas jouer de rôle important dans les énergies de fractures, ce qui confirme l'hypothèse émise au paragraphe 2.5.2.

La rupture peut être intergranulaire par clivage : lorsque la fissure arrive sur un grain dont l'un des plans de clivage est dans le plan moyen de la fracture, le grain se clive car l'énergie de fracture nécessaire est alors faible ( $\approx 0,3 \text{ J/m}^2$ ).

(3) Existence d'une importante microfissuration autour de la fissure principale : cette microfissuration est surtout visible en tête de fissure (photo 2.3) car la relaxation après passage de la fissure principale n'a pas encore eu lieu. La fissure semble donc se propager avec un branchement très important qui est provoqué par la fissuration naturelle. Ce branchement et la microfissuration intergranulaire augmentent considérablement le travail de fracture, par augmentation de la surface réelle fracturée.

Lorsque la fracture est intergranulaire, il faut noter le rôle important joué par le mâclage naturel des grains ; les mâcles créent des "steps" de clivage, lesquels augmentent également l'énergie de fracture.

Au bord de la fissure, aucune trace de déformation plastique n'a pu être observée optiquement sur la lame mince  $30 \mu\text{m}$  d'épaisseur. La microfissuration intergranulaire est rare, exception faite pour les très gros grains.

La photo 2.6 présente le cas d'un essai de fissuration dans l'eau. Les caractéristiques de la fracture à sec se retrouvent ; on peut seulement avancer que la fissuration secondaire semble plus intense.

En conclusion, la microfissuration naturelle facilite le démarrage de la fracture. Comme elle est généralisée à toute la roche elle stabilise son évolution ; en effet, une fissuration secondaire se développe au voisinage de la fissure principale augmentant considérablement l'aire des surfaces créées et par conséquent l'énergie totale dépensée. La fracturation complète de l'échantillon nécessite des énergies plus importantes que celles requises pour faire démarrer cette fracture.

## 2.8.2 FRACTOGRAPHIES SUR LES MICRITES

La surface de fracture est très plate et revêt macroscopiquement l'aspect de rupture de verres. Par contre, en microscopie électronique, l'observation sur réplique au carbone (voir annexe 2) montre que la rupture est essentiellement intergranulaire pour les petits grains et intragranulaire pour les plus gros. Au microscope à balayage, la surface de fracture ne révèle que quelques "écailles" (photo 2.7), signes d'une fissuration secondaire, mais il n'a pas été observé de fissures dont la taille serait de l'ordre du micron et régulièrement réparties. Par conséquent, la surface fracturée réelle est à peu près celle de la surface de la fracture principale, c'est à dire en fait de la surface spécifique des grains contournés par cette fracture. Dans ce cas, il est juste que les conditions d'initiation et de propagation soient à peu près identiques.

b

a

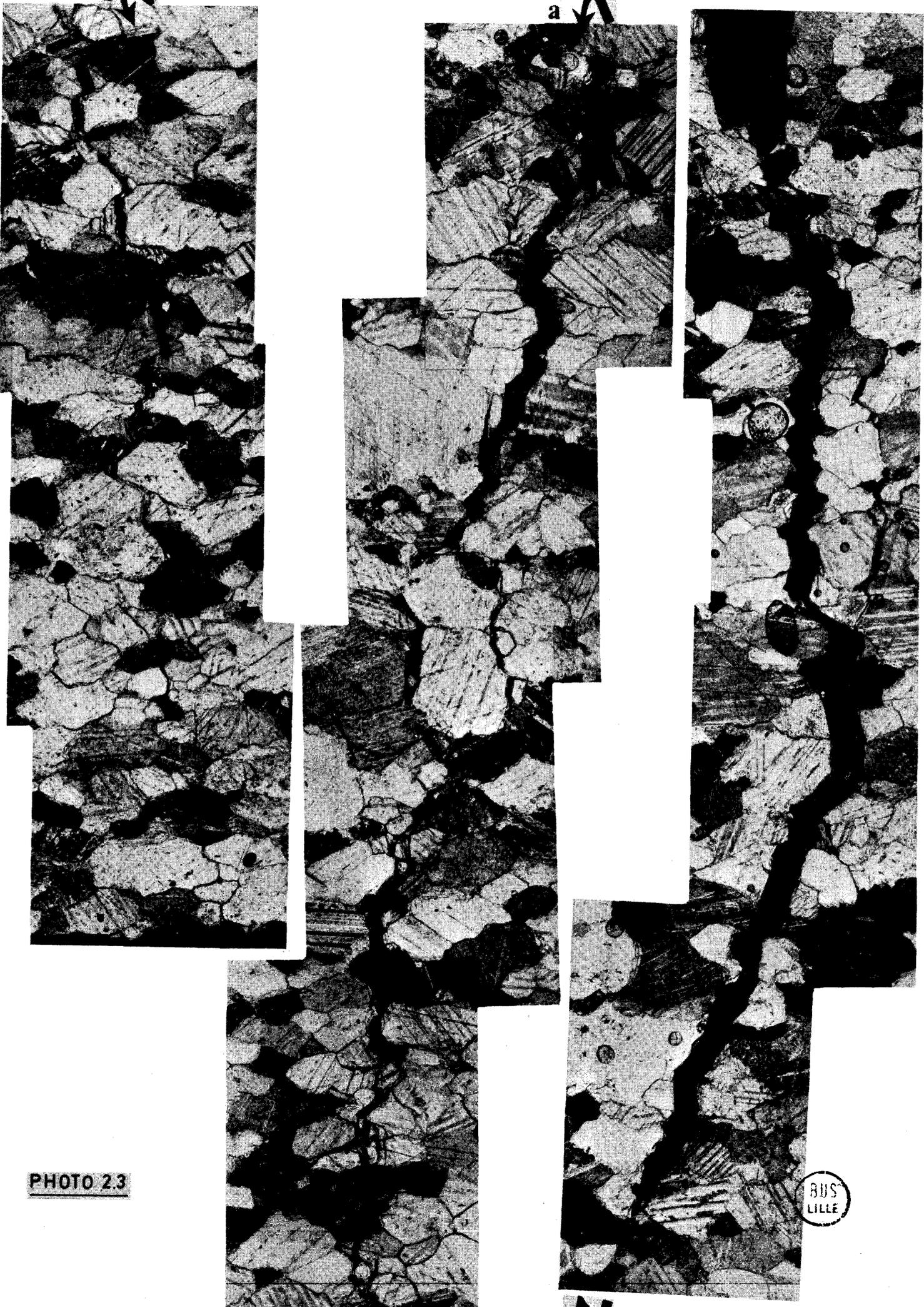


PHOTO 23

BUS  
LILLE



PHOTO 24

BUS  
LILLÉ



PHOTO 25

a

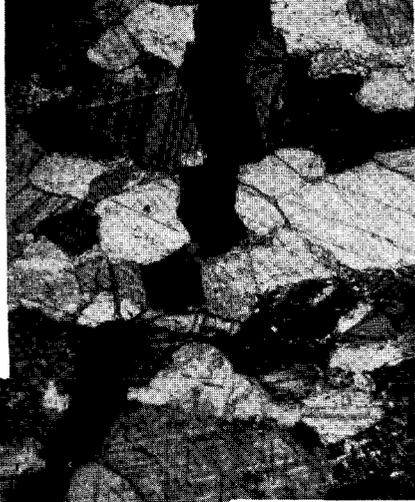
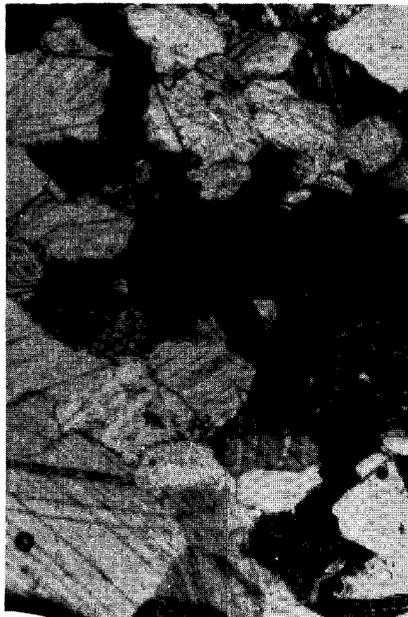
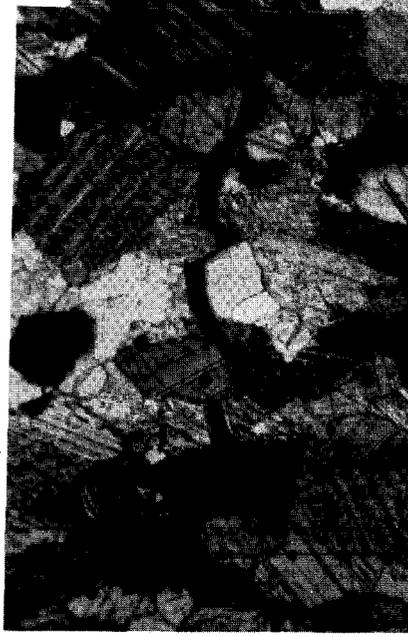


PHOTO 26

b



a

b

RWS  
CYCLE

Photo 2.3 Essai de  $K_{Ic}$  à "sec" sur le marbre de Saint Pons A. (Lame mince, lumière polarisée,  $G = 60$ ).

La fissure principale, qui est tramée, ne démarre pas au fond de l'entaille mais légèrement sur le côté. A quelques rares exceptions près (flèches G), la fissuration principale est intergranulaire. La microfissuration est très intense en tête de fissure ; dans certaines zones (A) la fissure principale crée deux fissures secondaires d'importance sensiblement égale.

Photo 2.4 Essai de  $K_{Ic}$  à "sec" sur le marbre B (lame mince, lumière polarisée.  $G = 24$ ).

Dans ce cas, lorsque la fissure rencontre de gros grains, la rupture est transgranulaire, par clivage ; on notera alors d'importants changements d'orientation.

Photo 2.5 Essai de  $K_{Ic}$  à "sec" sur le marbre C (lame mince, lumière polarisée.  $G = 24$ ).

Photo 2.6 Essai de  $K_{Ic}$  en milieu saturé en eau, sur le marbre A. (Lame mince, lumière polarisée ;  $G = 60$ ).

Dans ce cas, on retrouve les principales caractéristiques des essais "à sec" (photo 2.3).

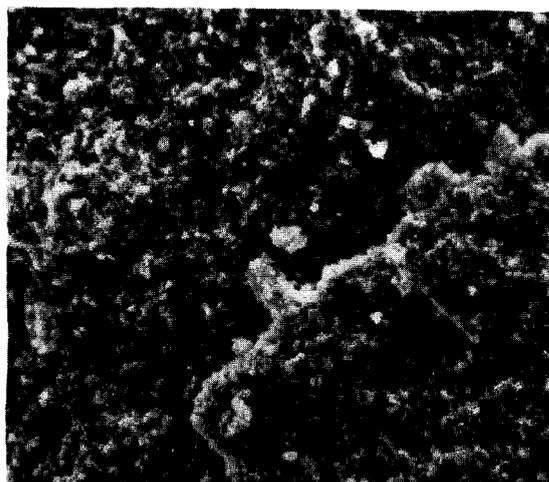
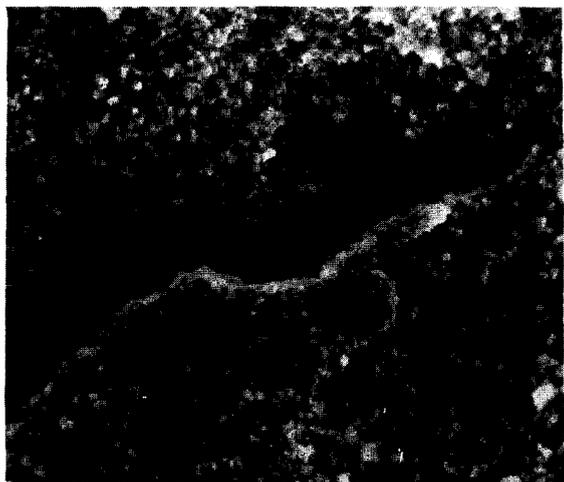


Photo 2.7

Surface de rupture de micrite comportant des écailles témoins d'une légère fissuration secondaire (SEM. Gr = 500).

## 2.9 Conclusion

Les principaux résultats sur la fracturation des roches calcaires peuvent se résumer ainsi :

(1) Pour les craies et les micrites, le facteur d'intensité de contrainte critique décroît exponentiellement avec la porosité pour des essais en ambiance sèche. Pour des essais dans l'eau, on note également une décroissance exponentielle, avec  $K_{1c}$  (saturé) inférieur au  $K_{1c}$  (sec) pour une porosité donnée.

(2) Les énergies d'initiation et de fracture des calcaires fins sont du même ordre et égales à  $7,5 \text{ J/m}^2$ , pour des porosités inférieures à 26 %. Au-delà ces énergies diminuent, révélant certainement un changement de structure des craies à des porosités de 26 %.

(3) Dans le cas des marbres, l'énergie de fracture  $\gamma_F$  est d'un ordre supérieur à l'énergie d'initiation  $\gamma_i$ . La différence  $\gamma_F - \gamma_i$  est d'autant plus grande que l'état de fissuration naturelle de la roche est important. Les fractographies indiquent que la fissuration naturelle crée un branchement très important.

(4) Pour les calcaires poreux (craies) il y a une bonne corrélation entre  $K_{1c}$  et la constante diélectrique du milieu imprégnant : plus la constante diélectrique est élevée, plus  $K_{1c}$  est faible.

(5) Pour les micrites et les marbres,  $K_{1c}$  diminue avec la température avant de remonter brutalement vers  $380 - 400^\circ\text{C}$  : cette remontée est attribuée à une augmentation de la zone plastique en tête de fissure.

(6) La granulométrie n'est pas un paramètre déterminant dans les énergies de fracture : l'état de microfissuration naturelle de la roche semble être le seul paramètre primordial.

## Chapitre 3.

### FISSURATION LENTE.

#### INFLUENCE DE L'ENVIRONNEMENT.

### 3.1 Techniques expérimentales de mesure de la vitesse de fissuration.

#### Essai DT.

##### 3.1.1 MÉTHODES CLASSIQUES

Les caractéristiques à la rupture des matériaux fragiles passent par l'étude expérimentale de l'évolution d'un défaut unique. La vitesse ( $V = da/dt$ ) de croissance de ce défaut de longueur  $a$ , est reliée aux contraintes en tête de défaut. En mode 1 de propagation (§ 1.2), la vitesse  $V$  sera étudiée en fonction du facteur d'intensité de contrainte  $K_1$  (ou à  $G_1$ ). Relier  $V$  et  $K_1$  par des lois expérimentales est actuellement classiquement pratiqué sur les verres et céramiques : les techniques expérimentales sont nombreuses, elle seront brièvement énumérées.

(a) Essai sur poutre cantilever "CT" ou "DCB" (Double Cantilever Beam)  
(fig. 3.1).

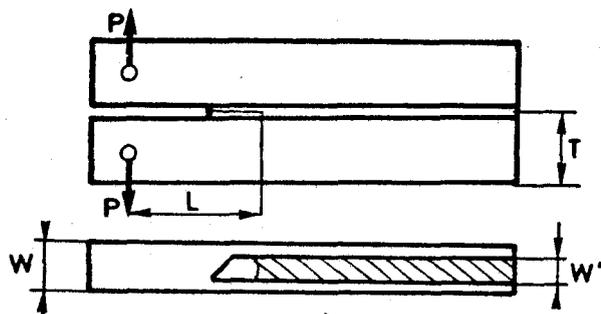


Figure 3.1  
Principe de l'essai DCB.

##### Charge constante

Dans cet essai de *traction*, la charge appliquée, nettement inférieure à la charge critique de rupture, provoque un déplacement de la fissure tout d'abord très lent puis de plus en plus rapide jusqu'à la rupture. L'énergie élastique disponible est alors donnée par [190]:

$$G_1 = \frac{12 \cdot P^2 L^2}{E \cdot W \cdot W' \cdot T^3} \left\{ 1 + 1,32 \left( \frac{T}{L} \right) + 0,542 \left( \frac{T}{L} \right)^2 \right\}$$

avec  $L$  la longueur de fissure,

$P$  la charge appliquée,

$W$ ,  $W'$  et  $T$  les dimensions de l'échantillon.

Dans ce type d'essai, la longueur L de la fissure est mesurée soit optiquement soit par des méthodes interférométriques ou ultrasoniques. Un tel essai est fastidieux et prend beaucoup de temps.

En relaxation

La charge appliquée est la plus proche possible de la charge critique de rupture. La fissure se développe d'abord rapidement puis de plus en plus lentement. Dans cette technique d'essai la longueur de fissure L est directement liée à l'ouverture de l'entaille y (P, L) :

$$y (L/P) = \frac{24 P}{EWT^3} F(L)$$

avec  $F(L) = 0,333 L^3 + 0,66 TL^2 + 0,542 T L^2$  La vitesse de propagation de la fissure peut être déduite de la courbe de relaxation [169]

$$V = - \left\{ C(M) + \frac{24 F(L)}{EWT^3} \right\} \left\{ \frac{dP}{dT} / \frac{24}{EWT^3} F(L) \cdot P \right.$$

avec C (M) la compliance de la presse.

(b) Essai sur éprouvette de flexion à entaille simple.

Cette éprouvette (§ 2.2) est la plus souvent utilisée par les métallurgistes pour les essais de fissuration sous charges cycliques. En essai de relaxation, cette technique est à rejeter du fait de la compliance de la machine elle-même. [169]

(c) Essai en double torsion, ou "DT Test".

Cet essai (annexe 3) consiste en une flexion de plaque préentaillée, laquelle repose sur deux appuis parallèles à l'entaille (fig. 3.2). La charge est appliquée symétriquement de part et d'autre de l'entaille. Pour avoir un dépouil-

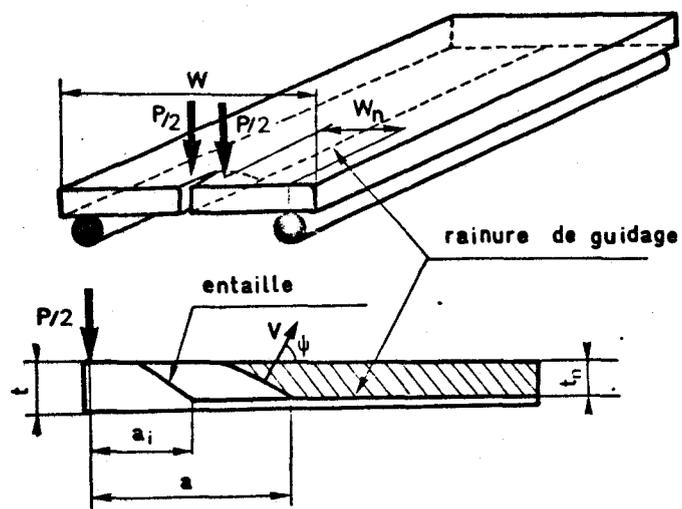


Figure 3.2  
Description schématique de l'essai D.T. Caractéristiques géométriques de l'essai.

lement simple, on procède également par relaxation. Cette technique a été ici largement utilisée.

Les essais DT et DCB conduisent à des relations expérimentales  $V = V(K_1)$  très proches [43, 169].

3.1.2 ESSAI EN DOUBLE TORSION (DOUBLE TORSION TEST OU DTT).

a) Généralités sur l'essai

Cet essai est simple à mettre en oeuvre et conduit aisément aux courbes de vitesse de fissuration à partir d'une courbe de relaxation [43, 101]. Il est

en outre bien adapté aux matériaux opaques ne permettant pas d'observations directes de la fissure. Cet essai peut enfin être utilisé même si la compliance de la machine est élevée.

L'essai consiste en une flexion de plaque préentaillée reposant sur deux appuis parallèles à l'entaille (fig. 3.2). La charge est appliquée symétriquement de part et d'autre de l'entaille. On opère par relaxation de charge après l'application rapide de la charge et l'arrêt de la traverse. La vitesse de fissuration est telle que (annexe 3) :

$$(3.1) \quad V = \beta \frac{1}{P^2} \frac{dP}{dt}$$

avec  $P$  , la charge appliquée à l'instant  $t$ ,  
 $dP/dt$  , la pente de la courbe de relaxation à l'instant  $t$ ,  
 $\beta$  , un coefficient dépendant de la géométrie de la plaque et des conditions expérimentales de charges de l'essai (Annexe 3).

En tout instant le facteur d'intensité de contrainte  $K_1$  peut être calculé. Il est en effet *uniquement proportionnel* à la charge  $P$  (Annexe 3).

$$(3.2) \quad K_1 = A \cdot P$$

avec  $A$  une constante dépendant seulement de la géométrie de l'essai.

#### b) Dispositions particulières de l'essai

##### plaques de roche

Les plaques de roche servant à l'essai DT ont des dimensions variables selon la nature du calcaire étudié : il est en effet nécessaire que ces plaques soient exemptes de fissures naturelles centimétriques. Les dimensions *moyennes* adoptées sont :

largeur des plaques :  $W = 70$  mm,

bras de levier des charges :  $W_n = 22$  mm,

épaisseur de la plaque :  $t = 3$  mm pour les micrites et 5 mm pour les craies et marbres,

hauteur de la fissure propagée :  $t_n = 2$  mm pour les micrites

= 3 mm pour les craies et marbres,

longueur des plaques  $\approx 150$  mm.

Ces plaques sont réalisées par tronçonnage à la scie diamantée, puis polies au disque abrasif. La rainure de guidage de la fissure de profondeur  $t-t_n$  et de largeur 1,5 mm est obtenue par sciage manuel à l'aide de guides et de cales d'épaisseur, de façon à ce que la profondeur  $t-t_n$  soit la plus constante possible. La préentaille est, elle aussi, réalisée par sciage manuel avec une scie d'épaisseur 0,1 mm. Le front de l'entaille est incliné à  $45^\circ$  comme l'indique la figure 3.2.

##### Chambre d'essai

La plaque est posée sur deux rouleaux d'alumine qui permettent son déplacement latéral lors de la mise en charge et lors du déplacement du plateau de la cellule de mesure des charges. Dans l'essai de relaxation, cette cellule est un élément peu rigide (pour la discussion de la rigidité de la presse et du système de mesure, voir annexe 3). L'ensemble plaque et rouleaux est placé dans un bac pouvant recevoir un liquide (fig. 3.3). Afin d'assurer son homogénéité en composition et en température, le liquide est en mouvement dans le bac d'essai et est cyclé : une pompe à débit variable (faible débit) envoie le fluide dans la cellule d'essai en avant de l'entaille ; il en ressort à l'arrière de la plaque et descend par gravité dans le réservoir d'une contenance de 10 litres où

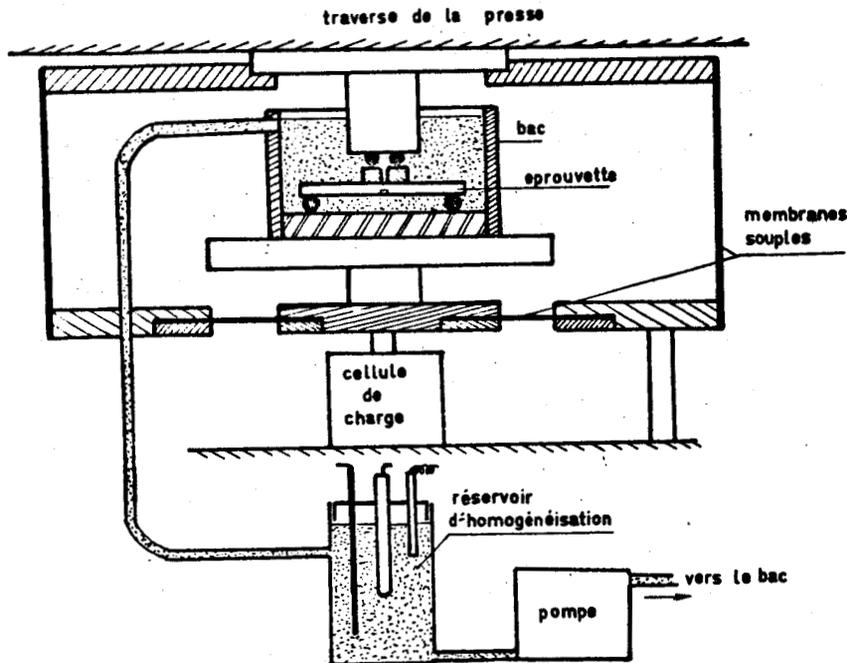


Figure 3.3

Disposition pratique de l'essai D.T. : chambre d'essai et cyclage du liquide imprégnant.

ont lieu la mise en température, son contrôle ainsi que le contrôle du pH. Après quelques minutes de circulation du bain, les fluctuations de charges sont inférieures à 0,1 N.

Une chambre d'essai complètement close peut être réalisée à l'aide de membranes souples (fig. 3.3).

#### Application des charges

Les charges sont appliquées par deux billes en acier inoxydable. Afin d'éviter une indentation des billes dans les plaques de roche, indentation qui serait importante dans le cas des craies qui sont des roches très tendres, deux cales en duraluminium sont placées entre la plaque et les billes ; ces cales permettent en outre de repérer le point d'application de la charge. Une distance de 8 mm a été choisie entre l'extrémité de la plaque et le point d'application des charges.

Les charges sont enregistrées par l'intermédiaire d'une cellule Instron de 500 N de charge maximale. La sensibilité est alors de l'ordre de  $5 \text{ à } 6 \cdot 10^{-2} \text{ N}$ .

#### Influence de la relaxation de la presse.

La relaxation de la presse, elle-même, conditionne la précision des mesures. De nombreux auteurs dont NADEAU [125] retranchent de la relaxation mesurée celle de la machine. Or, cette relaxation-machine est souvent définie pour la charge initiale de l'essai ; celle-ci diminue avec le temps, ce qui revient à accorder une trop grande importance à la relaxation machine dans le cas où l'échantillon relaxe beaucoup.

Pour les essais DT où les charges appliquées sont faibles, on a tenté de diminuer le plus possible la relaxation de la machine : le jeu traverse-vis a été diminué en serrant sous 5 tonnes les bagues\* au niveau des paliers ; toutes les vis intervenant dans les montages ont été serrées sous charge. Enfin, avant de procéder à la relaxation de l'essai DT, la presse est mise en relaxation pendant une heure à une charge environ double de celle de l'essai ; pour procéder à

\* Voir instructions Instron.

l'essai, on décharge rapidement, puis on charge alors l'éprouvette ; le temps mort sans charge est de l'ordre de 15 à 20 secondes : cette technique a permis de contrôler que la deuxième relaxation machine, alors obtenue, était négligeable devant celle de l'échantillon.

### Stabilité thermique

Les essais DT étant de longue durée (de l'ordre de 24 heures), la stabilité de la température de la salle d'essais et du montage doit être assurée.

En essais de relaxation, la flèche imposée restant constante, les fluctuations thermiques agissent principalement sur les flexomètres de la cellule de charge faisant ainsi croître ou décroître artificiellement les charges. Pour y remédier, la cellule de mesure des efforts a été calorifugée et la température de la salle d'essai a été régulée.

Lors d'essais en température, on veillera tout particulièrement à la stabilité thermique du montage. Celle-ci peut être détectée par la technique de pré-relaxation exposée ci-dessus.

### c) Procédure particulière de l'essai

Les différentes procédures de l'essai DT se différencient essentiellement sur la méthode d'obtention de la fissure initiale et de détermination du facteur géométrique A de la relation 3.2.

La procédure utilisée peut être schématiquement résumée ainsi :

(i) détermination de la *charge moyenne de rupture*  $P_c$  des plaques par un chargement rapide (1 cm/mn pour les marbres et les micrites, 2 cm/mn pour la craie (module d'Young plus faible)),

(ii) chargement rapide de la plaque d'essai jusqu'à une *valeur initiale*  $P_i$  égale à 85 - 95 % de la charge critique  $P_c$  (vitesse de chargement : 0,5 cm/mn pour les marbres et les micrites 1 cm/mn pour les craies). Pendant ce chargement, on suppose que l'*entaille initiale* de longueur  $a_i$ , réalisée par sciage, ne se propage pas : en fait, il est raisonnable de penser que si le chargement n'est pas trop rapide, il y a microfissuration en tête de l'entaille, ce qui évite une chute de charge trop brutale lors de l'arrêt de la traverse de la presse.

A partir de la valeur  $P_i$  (fig. 3.4), la fissure s'allonge en suivant la rainure de guidage et la charge diminue. Au bout d'un temps plus ou moins long, la *charge se stabilise* à la valeur  $P_f$ , *charge finale*, la fissure ayant atteint une longueur  $a_f$ , longueur finale.

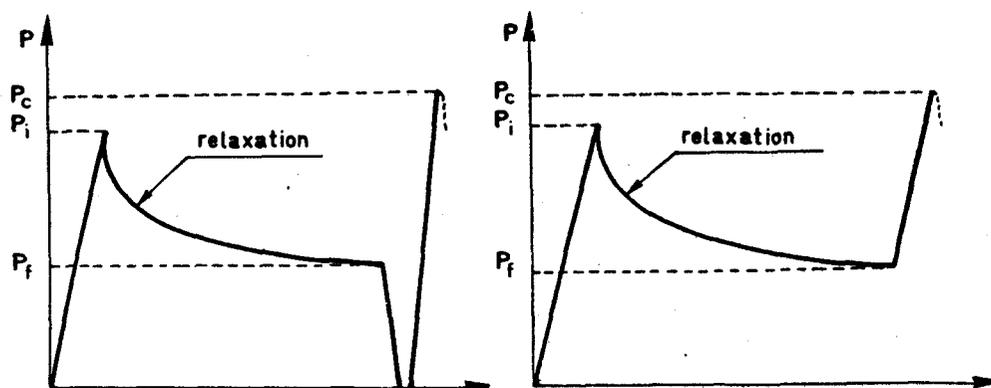


Figure 3.4

Représentation schématique de l'essai de fissuration :

- a) relaxation de charge, déchargement pour mesure de la longueur de fissure en fin d'essai puis fracture de la plaque.
- b) relaxation de charge puis fracture de la plaque.

(iiia) Pour les micrites, matériaux peu poreux, on peut imprégner la fissure d'un colorant, après déchargement de l'éprouvette, de façon à marquer la longueur finale,  $a_f$ , atteinte par la fissure. La plaque est alors replacée dans les mêmes conditions expérimentales et rechargée brutalement (voir (i)) de façon à déterminer la charge critique  $P_c$  de rupture. (fig. 3.4.a).

(iiib) Dans le cas des marbres et des craies, où la porosité ouverte est beaucoup plus importante, l'imprégnation ne permet pas de distinguer clairement le fond de la fissure en condition de fin d'essai DT. Nous n'avons donc pas procédé à une imprégnation lorsque l'essai était terminé. Lorsque la stabilisation des charges était atteinte, la plaque était rechargée rapidement comme en (i) de façon à déterminer la charge critique  $P_c$ . (figure 3.4.b).

Les valeurs de  $P_c$  ainsi obtenues sont, en général, très proches les unes des autres mais permettent de tenir compte des petites variations sur les cotes  $W$ ,  $t$ ,  $t_n$  et sur les valeurs de  $K_{1c}$ .

d) Dépouillement des essais

Valeur de  $K_1$

Les valeurs de  $K_1$  peuvent être théoriquement calculées à partir de la charge  $P$ , à l'instant  $t$ , et des caractéristiques géométriques de l'essai (Annexe 3, équations 2 et 3). Un tel calcul de  $K_1$  donne des résultats dispersés, par le fait que les valeurs du facteur d'intensité de contrainte critique sont elles aussi dispersées. Pour obtenir des résultats plus groupés la valeur de  $A$  est calculée à partir de l'équation :

$$(3.3) \quad K_{1c} = A \cdot P_c \quad \text{ou} \quad A = K_{1c}/P_c$$

dans laquelle la valeur *moyenne* de  $K_{1c}$  déterminée par flexion 3 points a été seule utilisée.

La valeur de  $A$  est donc déterminée purement expérimentalement : et la valeur du  $K_1$  à tout instant est alors connue par l'équation 3.2.

Détermination de la vitesse  $V$

Lorsque la longueur de fissure finale  $a_f$  a pu être déterminée (iii,a), la vitesse a été calculée par (Annexe 3) :

$$(3.4) \quad V = - \phi \frac{P_i P_f (a_f - a_i)}{P_i - P_f} \frac{1}{P^2} \frac{dP}{dt}$$

avec  $\phi$  dépendant du profil du front de fissure, c'est à dire dépendant de l'inclinaison du vecteur-vitesse réel  $V$  sur le plan de la plaque. Il a été choisi (voir annexe 3) une inclinaison de la fissure initiale de  $45^\circ$  sur le plan horizontal, afin de limiter les fluctuations de  $\phi$  en cours d'essais. La valeur de  $\phi$  a été gardée constante dans le dépouillement *complet* de l'essai et prise égale à  $1/\sqrt{2}$ .

Dans le cas où la longueur de fissure finale ne peut être déterminée, (iii,b), la vitesse de fissuration a été calculée par (annexe 3) :

$$(3.5) \quad V = - \phi \frac{W t^3 E y}{6 W_n^2 (1+\nu) \alpha} \frac{1}{P^2} \frac{dP}{dt}$$

avec  $W$ ,  $W_n$ ,  $t$ ,  $t_n$ , les caractéristiques géométriques de l'essai définies par la figure 3.2,

$y$ , la flèche imposée dans l'essai de relaxation.

Remarque : l'imprécision sur le calcul de la vitesse fait que la position de la courbe dans le diagramme  $V-K_1$ , en échelles log-log, n'est pas déter-

minée précisément ; par contre, les pentes des courbes sont, elles, obtenues avec une bonne précision.

### 3.2 Courbes $V = V(K_1)$ . Description de l'influence de l'environnement.

Le dépouillement des essais de relaxation DT a permis selon le principe précédemment décrit, d'établir les diagrammes  $K_1$ - $V$  pour les roches calcaires dans différentes conditions expérimentales (milieu environnant, température, pH.). Afin d'observer l'influence de la porosité et de la taille des grains, trois roches calcaires ont été principalement utilisées : la micrite c (granulométrie fine, faible porosité), la craie 11 (granulométrie fine, porosité importante) et le marbre A (porosité faible, taille de grains de l'ordre de 250  $\mu\text{m}$ ). Pour le marbre A, les trois directions principales de fissuration établies au paragraphe 2.4 ont été choisies. Les diagrammes  $K_1$ - $V$  sont présentés en échelles log-log. Les résultats de dépouillement d'un essai de relaxation sont représentés dans les figures par une suite de symboles identiques.

#### 3.2.1 RÉSULTATS DANS L'AIR ET L'EAU - À TEMPÉRATURE AMBIANTE (20°C)

Les essais réalisés dans l'air ambiant (environ 75 % d'humidité) sur la micrite montrent que la vitesse de fissuration croît très rapidement avec le facteur d'intensité de contrainte (fig. 3.5) : la relation  $V$ - $K_1$  est de la forme :

$$V = bK_1^n$$

avec une valeur de l'exposant  $n$  de l'ordre de 130 ; dans le diagramme log-log, la courbe  $V = V(K_1)$  est une droite de pente élevée.

Les essais dans l'eau, réalisés sur les trois roches calcaires précédemment citées, et pour les trois directions de fissuration principales pour le marbre, montrent des allures de courbes  $V = V(K_1)$  totalement différentes de celle obtenue dans l'air (fig. 3.5, 3.6 et 3.7). Les essais ont été nombreux afin

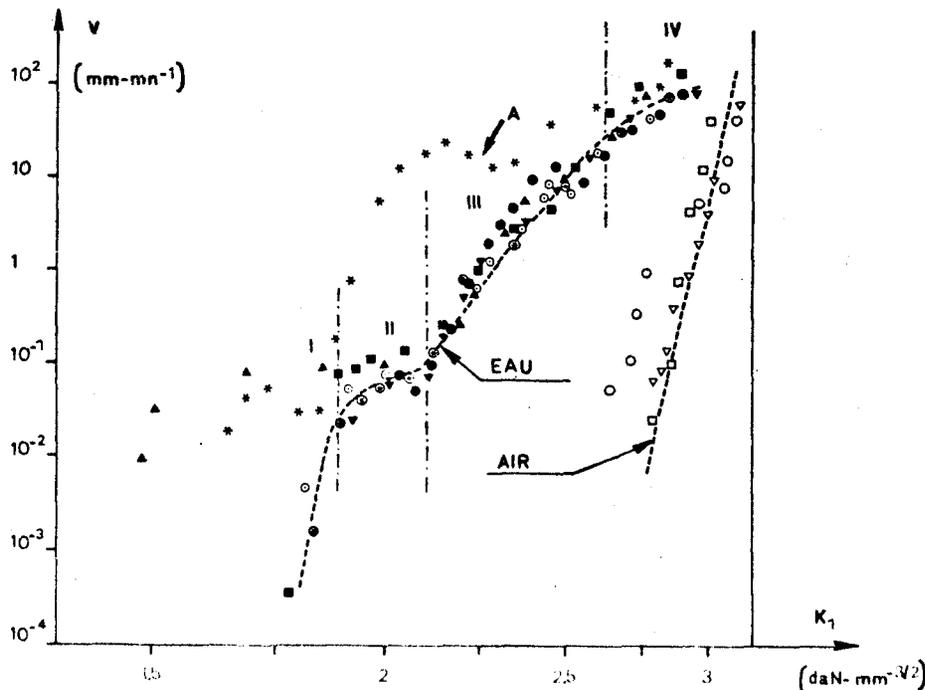


Figure 3.5

Diagramme  $V = V(K_1)$  pour la micrite c, pour deux environnements : eau et air.

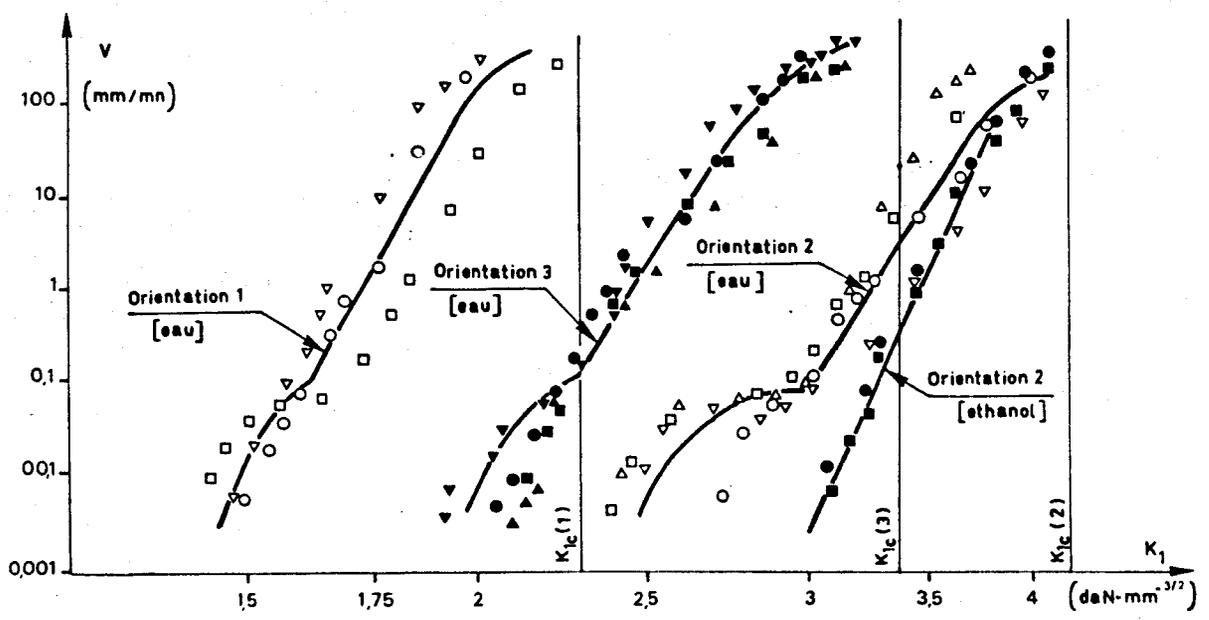


Figure 3.6

Diagramme  $V = V(K_1)$  pour le marbre A pour 3 orientations dans l'eau, et pour le méthanol, orientation 2.

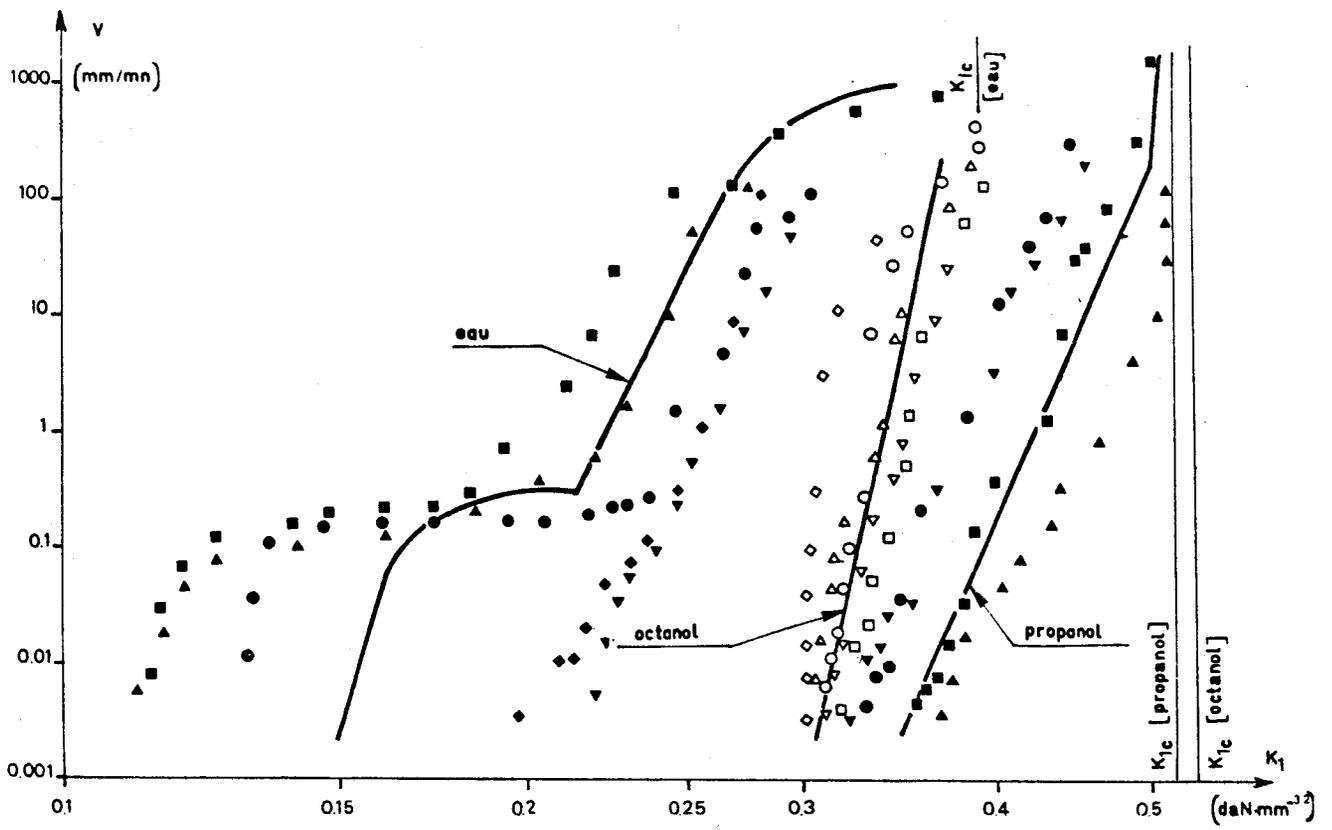


Figure 3.7

Diagramme  $V = V(K_1)$  pour la craie 11 pour 3 liquides imprégnants : eau, octanol, propanol.



de tenter de préciser une courbe moyenne de vitesse de fissuration dans l'eau. Une courbe moyenne peut être dégagée pour chacune des trois roches calcaires : ces courbes ont la même allure et peuvent être décomposées en 4 parties [77] (fig. 3.5).

Partie I : les vitesses de fissuration,  $V$ , sont très faibles, inférieures à 10  $\mu\text{m}/\text{mn}$ . Cette partie est très délicate à bien définir expérimentalement car les essais doivent nécessairement être menés pendant plusieurs jours du fait de la très faible vitesse de propagation de la fissure.

Partie II : d'étendue limitée, elle correspond à la partie de la courbe expérimentale où la vitesse de fissuration tend à être constante à une valeur de l'ordre de 100  $\mu\text{m}/\text{mn}$ .

Partie III : la vitesse de fissuration  $V$  est approximativement de la forme  $V = bK_1^n$ .

Partie IV : la vitesse est supérieure à 100  $\text{mm}/\text{mn}$  ; cette partie est difficile à établir : en effet, si l'on place la charge initiale  $P_i$  trop près de la charge critique de rupture  $P_c$ , la relaxation est trop brutale et l'enregistreur de la presse n'est pas assez rapide pour donner des valeurs de charges et de pentes  $dP/dt$  correctes. Par ailleurs, si l'on place la charge  $P_i$  trop loin de la charge critique  $P_c$ , cette zone n'apparaît pas dans la relaxation.

Lorsque  $K_1$  se rapproche de  $K_{1c}$  la vitesse d'évolution de la fissure augmente très rapidement et conduit à une propagation très instable.

Plusieurs remarques s'imposent :

a) les courbes moyennes obtenues sont identiques *en forme* pour les trois roches calcaires ; la porosité et la granulométrie n'auraient donc pas d'influence majeure sur la cinétique de fissuration ; la structure de ces roches n'agit que sur la valeur de  $K_{1c}$ , c'est à dire sur la position de la courbe  $V = V(K_1)$  en fonction de  $K_1$  : *toutes les courbes peuvent se déduire par translation les unes des autres*, en diagramme log-log.

b) la dispersion par rapport aux courbes moyennes est assez importante, notamment pour les calcaires micritiques et les craies. Cette dispersion peut s'expliquer par la structure non parfaitement homogène de ces roches. Dans le cas où la fissure arrive dans une zone plus poreuse, la valeur du  $K_1$  (c'est à dire des charges appliquées) est trop importante pour la valeur réelle du  $K_{1c}$  local qui a tendance à diminuer avec la porosité (ch. 2 p. 28). Dans ce cas, la vitesse a tendance à croître (flèche A, fig. 3.5). Dans le cas contraire où la tête de fissure arrive dans une zone moins poreuse, la vitesse aura tendance à chuter plus rapidement. Par ailleurs, lorsque le front de fissure arrive sur une plaquette argileuse, minéral très ductile, la fissure se bloque momentanément, le temps de franchir cet obstacle : la vitesse décroît alors rapidement pour remonter ensuite. Ces faits ont pu être remarqués dans de très nombreux essais et la courbe  $V = V(K_1)$  a une allure très irrégulière. Dans le cas du marbre, où la structure est beaucoup plus homogène, les variations par rapport à la courbe moyenne sont nettement plus faibles.

c) pour distinguer d'une part les fluctuations locales de vitesse décrites précédemment et d'autre part la partie II, il a été nécessaire de procéder à un très grand nombre d'essais.

d) les courbes obtenues dans l'air et l'eau pour les roches calcaires sont très semblables à celles obtenues sur les verres, les céramiques et autre matériaux fragiles [1, 43, 53 à 55, 88, 101, 112, 124, 125, 141, 181, 184, 185, 187 à 190]. Dans le cas des verres (fig. 3.8) on notera que la cinétique de fissuration est très largement influencée par le degré d'humidité de l'air ambiant ; selon WIEDERHORN [183] la propagation de la fissure est alors contrôlée par la diffusion du sodium lequel fragilise les liaisons Si-O : cette diffusion est plus intense où le gradient de contrainte est le plus élevé, c'est à dire en tête de fissure. Cette corrosion sous contrainte peut rentrer dans le cadre de la théorie de CHARLES et HILLIG [81].

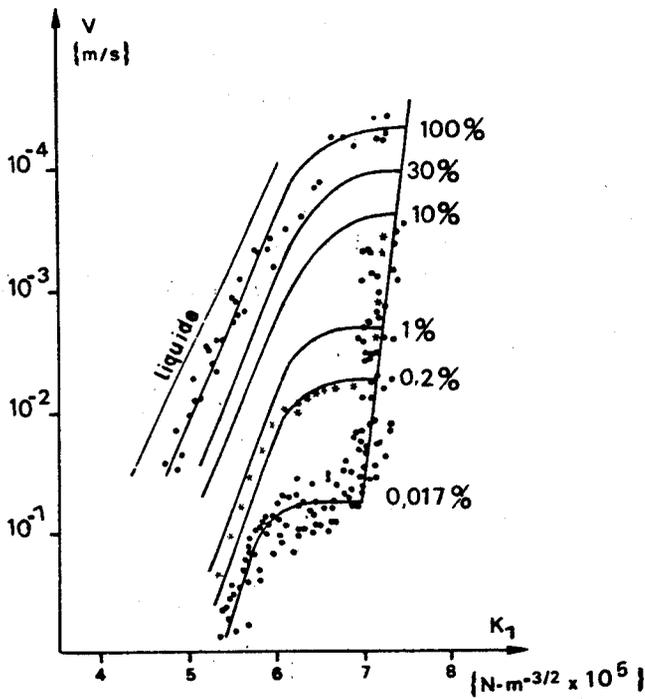


Figure 3.8

Diagramme  $V = V(K_1)$  pour le verre selon le degré d'humidité de l'air. D'après WIEDERHORN [194].

En conclusion, dans le cas des roches calcaires on note un effet très important de l'eau sur la cinétique de fissuration.

Afin de préciser le rôle de la corrosion sous contraintes en présence d'eau au niveau du fond de fissure, des essais de fissuration ont été réalisés en faisant varier le milieu environnant.

### 3.2.2 ESSAIS DANS LES ALCOOLS

Une série d'essais DT a donc été exécutée dans des alcools, environnements que l'on peut qualifier de "chimiquement neutres" pour le carbonate de calcium, lorsqu'ils sont purs et exempts d'eau : éthanol et méthanol pour le calcaire micritique (fig. 3.9), éthanol direction 2 pour le marbre (fig. 3.6) et octanol-1 et propanol-1 pour la craie (fig. 3.7).

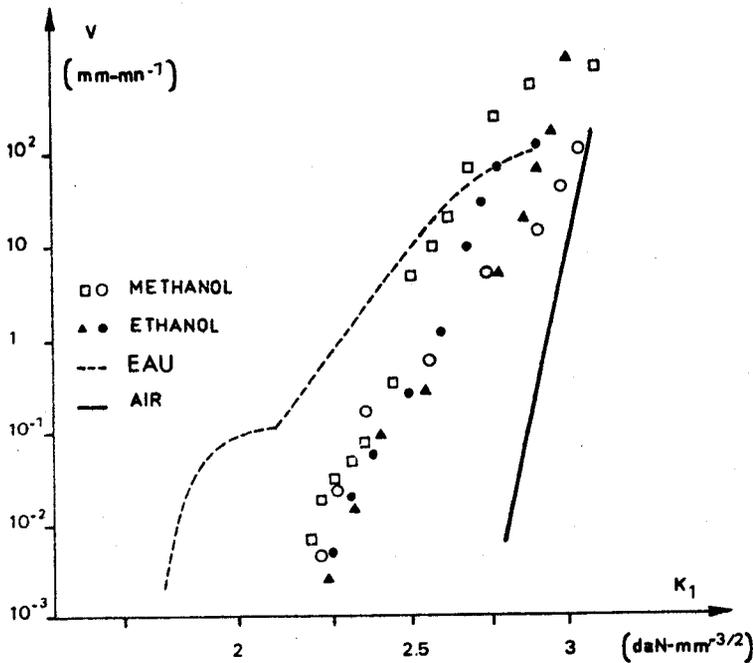


Figure 3.9

Diagramme  $V = V(K_1)$  pour la micrite c pour deux liquides imprégnants : méthanol et éthanol.

Les courbes obtenues sont alors totalement différentes de celles obtenues dans l'eau :

a) Les parties I et II ont disparu.

b) Les courbes  $V = V(K_1)$  sont de la forme  $V = bK_1^n$  avec l'exposant  $n$  variable selon la nature de l'alcool. Les valeurs de l'exposant  $n$  pour les différents essais et liquides sont reportées dans le tableau (3.1).

FLUIDES	AIR	EAU					ETHANOL		PROPANOL	OCTANOL
	MICRITE c	Orient. 1	MARBRE Orient.2	Orient. 3	MICRITE c	CRAIE n°11	MICRITE c	MARBRE Orient.2	CRAIE n°11	CRAIE n°11
EXPOSANT n	130.	29	26	29	26	29	34	41	35	65

Tableau 3.1

Valeur de l'exposant  $n$  de la loi  $V = b K_1^n$  en fonction du milieu imprégnant pour les 3 roches calcaires testées.

Néanmoins il faut remarquer qu'une exposition à l'air de 90 minutes augmente le pourcentage d'humidité relative dans de très grandes proportions pour des alcools dont le nombre de carbone est inférieur ou égal à 6. [55]. Partant d'alcools très purs, la teneur en eau va donc varier en cours d'essais. Cependant, d'après les diagrammes K-V obtenus, l'eau contenue en faible quantité ne semble pas jouer un rôle primordial : le palier II n'a quasiment jamais pu être observé ou s'il l'a été, on le note à des valeurs très basses de vitesses, à la limite de sensibilité de cette technique expérimentale.

### 3.2.3 ESSAIS À PH VARIABLE

#### Essais à pH acide

Des essais DT ont été exécutés en milieu acide tamponné, à pH limité entre 6,2 et 7, afin de mettre en évidence un possible effet de dissolution du calcaire.

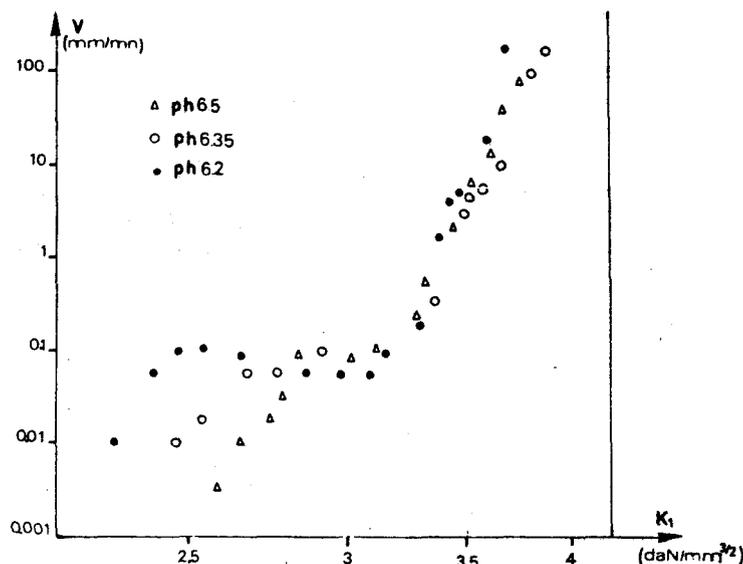


Figure 3.10

Influence du pH acide sur la vitesse de fissuration pour la direction 2 du marbre A.

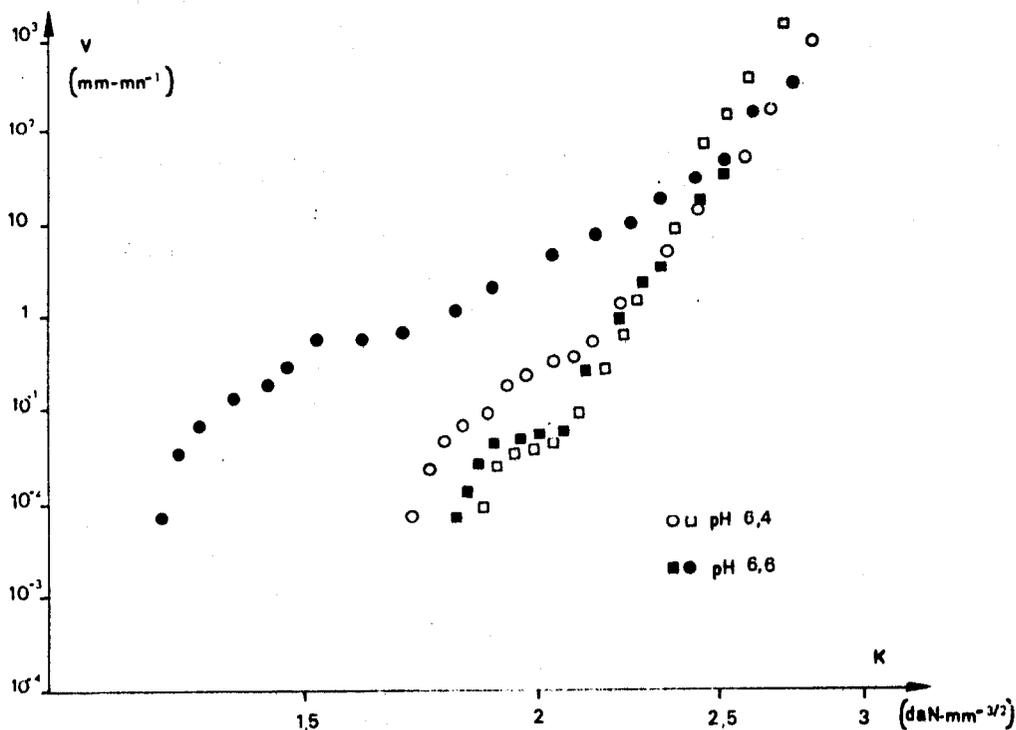


Figure 3.11

Influence du pH acide sur la vitesse de fissuration pour la micrite c.

Il n'a pas été possible de descendre en dessous d'un pH de 6,2. Une précaution expérimentale a été en outre prise : la plaque a été enduite, sauf dans la rainure de guidage, d'un vernis inattaquable de façon à ce que d'une part les dimensions de la plaque ne soient pas trop variables et que d'autre part, localement la solution ne se sature pas en produits de réaction.

Les essais ont été effectués sur la micrite et le marbre et sont reportés dans les figures 3.10 et 3.11. Les courbes  $V = V(K_1)$  sont assez dispersées par le fait du petit nombre d'essais. L'on note néanmoins que la solution acide a pour effet d'accentuer la zone II et de faire varier légèrement la pente de la zone III.

#### Essais en pH basique

Les essais pour des pH basiques (de 9,8 à 12) ont été réalisés sur la micrite et sont reportés dans la figure 3.12. Dans ce cas, bien que le nombre d'essais soit très limité, on note que la solution basique à pH variable a plusieurs effets sur les courbes  $V = V(K_1)$  :

- le palier de la zone II a complètement disparu,
- les pentes des courbes  $V = V(K_1)$  varient en fonction du pH,

Une telle influence a déjà été remarquée sur les verres [187],

c) la position des courbes est très différente selon la valeur du pH, cependant le nombre limité d'essais interdit de tirer des conclusions définitives.

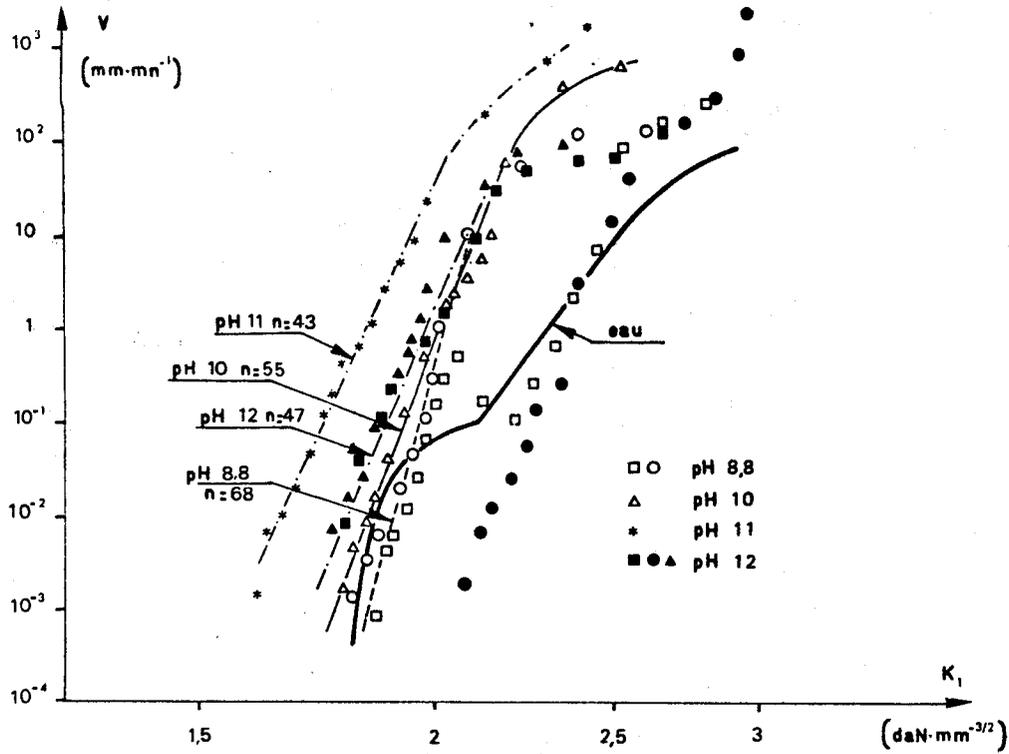


Figure 3.12

Influence du pH basique sur la vitesse de fissuration pour la micrite c.

### 3.2.4 INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE - ESSAIS DANS L'EAU

Les essais ont été effectués dans la même eau, riche en carbonate, que les essais à température ambiante et à température comprise entre 40 et 85°C. Ils concernent la micrite et la craie. Dans le cas de la micrite (fig. 3.13), la dispersion n'est pas trop importante et on peut tracer une courbe moyenne pour chaque température. Par contre dans le cas de la craie, la dispersion est nettement plus importante (fig. 3.14) et étant donné le nombre limité d'essais, chaque essai a été figuré séparément.

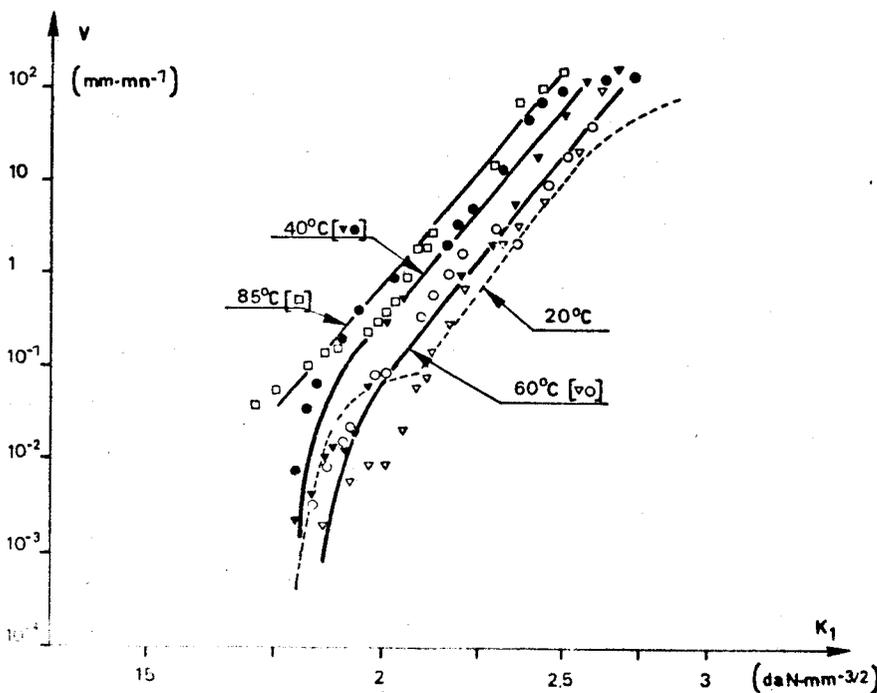


Figure 3.13

Influence de la température de l'eau sur la vitesse de fissuration pour la micrite c

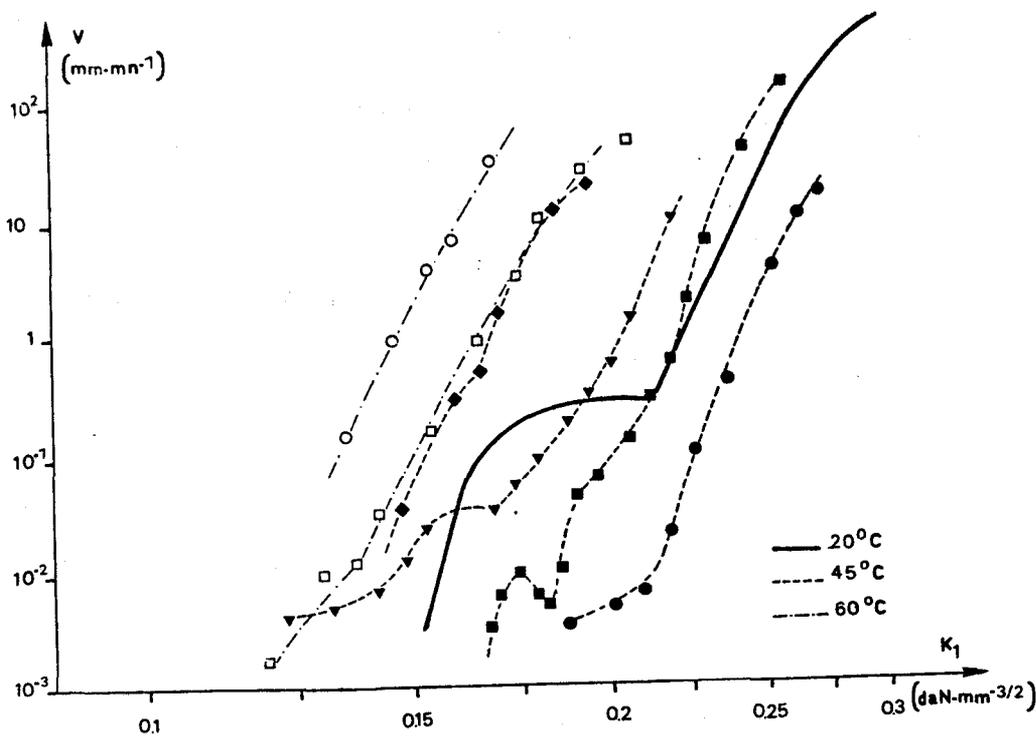


Figure 3.14  
Influence de la température de l'eau sur la vitesse de fissuration pour la craie II.

Deux constatations principales peuvent être tirées de ces essais :

(a) la température a tendance à effacer le palier II ; à 40°C on notera cependant que ce palier n'a pas tout-à-fait disparu pour la craie mais qu'il se situe à un niveau de vitesse beaucoup plus faible qu'à 20°C, vitesse inférieure à 10 µm/mn.

b) il semble exister une légère activation thermique de la cinétique de fissuration, c'est à dire que pour une même valeur du facteur d'intensité de contrainte, la vitesse de fissuration augmente avec la température. La température ne semble cependant pas changer la pente des courbes  $V = V(K_1)$  en diagramme log-log : les courbes sont du type  $V = bK_1^n$  avec  $n$  à peu près constant dans la gamme de température étudiée (20 - 85°C).

### 3.3 Interpretation.

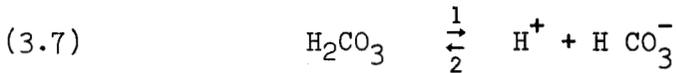
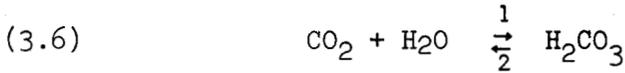
La cinétique de fissuration dépend donc essentiellement de la nature du milieu environnant. Si l'on choisit d'examiner le devenir des 4 parties des courbes  $V(K_1)$  définies dans l'eau, on note que les différents liquides utilisés modifient soit les parties I et II, soit la partie III, soit les trois à la fois. On tentera de distinguer chacune de ces parties caractéristiques de courbe dans les différents essais en y associant, à titre d'hypothèse, les paramètres physico-chimiques et mécaniques.

#### 3.3.1 LES ROCHES CALCAIRES ET LES RÉACTIONS DE DISSOLUTION ET CRISTALLISATION

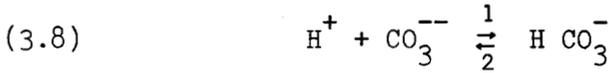
Le phénomène majeur intervenant dans le processus de genèse ou de diagénèse des roches calcaires est celui de dissolution-cristallisation. Ce phénomène de dissolution-cristallisation des carbonates étudié par les géochimistes et sédimentologues, est très complexe dans son contexte naturel, notamment par la présence d'ions  $Mg^{2+}$  et la possible transformation polymorphique aragonite → calcite.

Dans le milieu naturel, l'apport ou le départ de  $CO_2$  (carboxylation ou décarboxylation) régit la dissolution ou la précipitation de  $CaCO_3$  |156|. Quatre

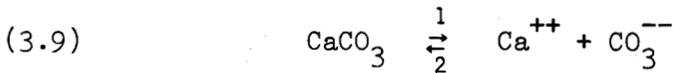
équilibres principaux décrivent le système le plus simple  $\text{CO}_2 - \text{H}_2\text{O} - \text{CaCO}_3$  :



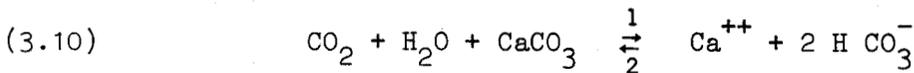
Si la solution contient des ions  $\text{CO}_3^{--}$ , alors l'ion  $\text{H}^+$  libéré par la relation précédente réagit :



A l'interface solide-liquide, l'équilibre est :



La somme des quatre réactions peut alors s'écrire :



Ces équilibres dépendent essentiellement du pH de l'eau, de la pression de  $\text{CO}_2$ , de la température et de la pression. La solubilité de  $\text{CaCO}_3$  dans l'eau, à pression partielle de  $\text{CO}_2$  constante, augmente avec la pression et diminue avec la température (fig. 3.15) et à pression et température constantes augmente avec la pression partielle de  $\text{CO}_2$ , car l'équilibre donné par (3.10) est alors déplacé vers la droite.

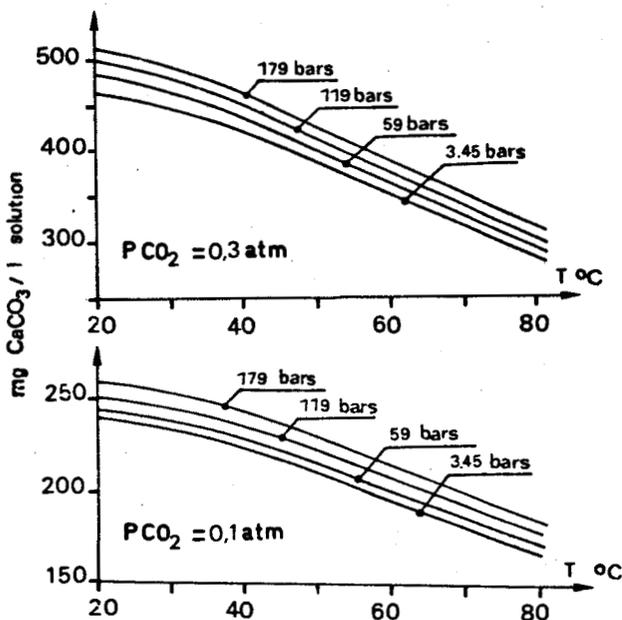


Figure 3.15

Variation de la solubilité en fonction de la pression de la température et de la pression partielle de  $\text{CO}_2$ . D'après SIPPÉL et GLOVER | |.

Enfin, un des paramètres principaux permettant de déplacer l'équilibre vers la dissolution est l'état de déformation du réseau cristallin ; plus le réseau est déformé sous contrainte de compression, plus la solubilité de  $\text{CaCO}_3$  augmente (voir théorie de CORRENS | 30 |). Ce phénomène, très connu des géologues, permet la dissolution préférentielle (pressure-solution) et conduit à la naissance par exemple des stylolites. Cependant les données de vitesses de dissolution

en fonction de l'état de tension ou de compression du réseau cristallin, indépendamment de la pression de liquide et de la pression partielle de  $\text{CO}_2$ , n'existent pas, excepté lorsque le milieu est à pH acide | 59 |.

### 3.3.2 ETUDE DU PALIER II DES COURBES $V = V(K_1)$

Les essais décrits au paragraphe précédent permettent d'associer le palier II et un phénomène important de dissolution. On note en effet :

1° l'existence du palier II dans l'eau et son inexistence dans les alcools (milieux neutres), et dans l'air.

2° l'existence ou l'amplification de ce palier lorsque l'on active la réaction de dissolution par attaque chimique.

3° l'inexistence du palier pour des températures de l'ordre de 60 - 80°C, ce qui, d'après la figure 3.15, serait en accord avec la nette diminution de la solubilité de  $\text{CaCO}_3$ .

L'interprétation des courbes  $V(K_1)$  dans l'eau doit s'appuyer sur les relations possibles entre le processus de dissolution et l'environnement de contraintes tant au niveau du solide que du liquide. On se trouve en outre en conditions évolutives : les contraintes, les longueurs de fissures et leurs rayons de courbure (éq. 1.11 et 12), les pressions partielles de  $\text{CO}_2$  évoluent simultanément. La complexité du problème est grande. Il paraît néanmoins, du point de vue expérimental, que le palier II est essentiellement lié au mécanisme de dissolution. On ne peut préciser, dans l'état actuel des choses, ce qui contrôle ce processus de dissolution. Quelques expérimentations d'ordre physico-chimique | 180 | semblent indiquer que la vitesse de dissolution de la calcite est essentiellement à relier à la vitesse de diffusion des ions dans la phase *liquide*.

Dans le cas d'une fissure très fine, à très faible ouverture, le mouvement du fluide est quasi-nul. Les produits de la dissolution sont donc évacués par diffusion qui contrôle donc la teneur en  $\text{Ca}^{2+}$  en tête de fissure. Dans cette optique, il y aurait équilibre entre la vitesse de diffusion des ions  $\text{Ca}^{2+}$  et la vitesse de propagation de la fissure. Cette dernière vitesse se situe de manière assez constante autour de  $0,1 \text{ mm.mn}^{-1}$ .

En reliant donc la vitesse très lente de fissuration et la vitesse de diffusion de  $\text{Ca}^{2+}$  au sein du liquide imprégnant la fissure, on peut s'attendre à des précipitations locales de  $\text{CaCO}_3$  en des points de la fissure éloignés de la tête. Il s'agirait d'un effet JOFFÉ | 98 |. Dans cette optique, pour des valeurs de  $K_1$  correspondant aux paliers I et II les calcaires peuvent se déformer progressivement par microfissuration généralisée tout en gardant une cohésion à peu près constante étant donné que les microfissures se trouvent colmatées au fur et à mesure qu'elles se développent.

### 3.3.3 ETUDE DE LA ZONE III DES COURBES $V = V(K_1)$

La partie III des courbes  $V = V(K_1)$  en diagramme Log-Log est une droite du type  $V = bK_1^n$ . Pour un liquide donné, la propagation relève de l'état combiné des contraintes en fond de fissure plus ou moins perturbées par la tension superficielle du liquide imprégnant et d'une cinétique de réaction de corrosion si le liquide est corrosif. Un tel effet des liquides, quelle que soit son origine, est caractérisé par la valeur de l'exposant  $n$  de  $K_1^n$  (voir tableau 3.1). Bien que les mécanismes de propagation d'une fissure soient complexes, il existe, de manière univoque une relation entre la valeur de  $n$  et la constante diélectrique des liquides utilisés :  $n$  varie à peu près linéairement avec le logarithme de la constante diélectrique du liquide par rapport à l'air. On ne possède pas en effet à ce jour les valeurs de la constante diélectrique du complexe roche-liquide. Néanmoins avec les seules valeurs des constantes diélectriques par rapport à l'air on note que plus elles sont fortes, plus l'exposant  $n$  des courbes  $V = bK_1^n$  est faible.

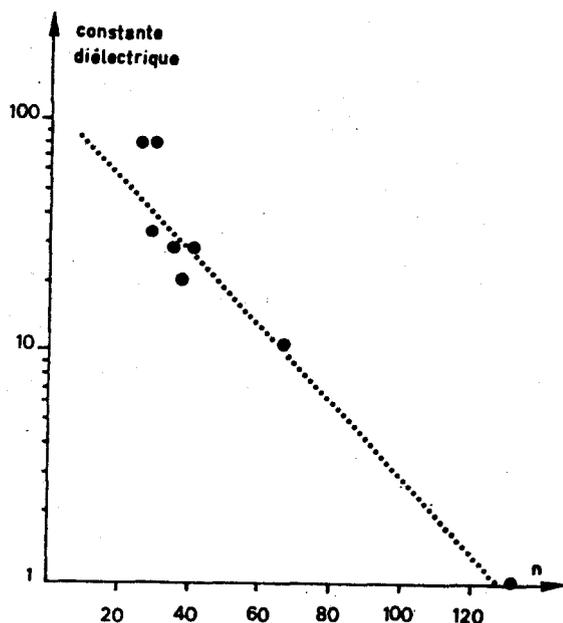


Figure 3.16

Variation de l'exposante  $n$  de la loi  $V = b K_1^n$  en fonction de la constante diélectrique.

Dans la réalité, la fissure serait imprégnée de liquide polarisé qui diminuerait les forces des liaisons Ca-O, liaisons à caractère ionique à 80 %.

Cette interprétation ne peut être qu'une première approche. En effet, de nombreuses études expérimentales [64, 176, 177, 178 et 188] ont permis de montrer que la mobilité de dislocations est liée au potentiel de surface  $\zeta$ , mobilité qui peut, elle aussi, contrôler le processus de propagation lente de fissure.

Les essais en pH basique montrent, en outre, que l'indice  $n$  est variable avec le pH ; bien que la constante diélectrique ne soit pas connue, l'on remarquera (fig. 3.12) que la pente est alors sensible au pH. Il faut noter que lorsque l'on déplace le pH vers 9 l'on accentue la précipitation : pour un pH de l'ordre de 9 la pente des courbes  $V = V(K_1)$  est la plus forte ( $n \approx 67$ ), ceci revient à dire que la fissuration est moins contrôlée par la dissolution.

La propagation lente de défauts procède de causes complexes rarement indépendantes. Il s'agit d'une somme d'effets physiques, chimiques et mécaniques.

A défaut de pouvoir séparer chaque effet, ce qui demande de très nombreux essais, l'on peut attribuer l'influence de l'environnement, sur la zone III, principalement à la constante diélectrique du liquide saturant la roche calcaire.

### 3.3.4 ACTIVATION THERMIQUE

Au travers des essais de fissuration lente en température, il a été montré une activation thermique.

L'action de la température sur la vitesse de fissuration peut être décrite par l'une des relations qui se déduisent de celles données au paragraphe 1.3.1 [169] :

$$V = V_0' \exp\left(-\frac{\Delta H}{RT}\right) K_1^n$$

avec  $\Delta H$  enthalpie d'activation.

Dans l'eau, l'enthalpie d'activation peut être alors déterminée à partir des essais en température, décrits précédemment. Cependant, les essais étant assez dispersés, les valeurs de  $\Delta H$  le sont aussi : les enthalpies calculées sont alors comprises entre 15 et 35 Kcal/Mole, ce qui montre une influence non négligeable.

geable de la température. Il faut cependant noter que, dans le cas où le milieu est de l'eau, se surimposent des phénomènes de dissolution qui sont eux-mêmes inversement proportionnels à la température et qui perturbent les mesures.

### 3.4 $K_{1csc}$

Un des problèmes fondamentaux pour le praticien constructeur d'ouvrages, est la connaissance de la limite en dessous de laquelle il peut prévoir une durée de vie de la construction très *grande*. Ceci revient à connaître pour le matériau donné la valeur du  $K_1$  en-dessous de laquelle les fissures n'évolueront plus. Ce seuil sera appelé  $K_{1csc}$  ( $K_1$  critique sous corrosion), et présente donc un intérêt considérable. Il faut donc admettre que dans les lois expérimentales  $V = V(K_1)$  les vitesses de fissuration tendent vers 0 à partir d'une certaine valeur,  $K_{1csc}$ . Ainsi le rapport important est le rapport  $K_{1c}/K_{1csc}$  qui est, en quelque sorte, un facteur de sécurité à adopter comme nous le verrons au chapitre 6. Malheureusement au travers des essais présentés nous n'avons jamais pu mettre en évidence des vitesses de fissuration nulles : si l'on continue les essais DTT pendant plusieurs jours, aucun arrêt de fissure n'a pu être mis en évidence.

## Chapitre 4.

# RESISTANCES A LA TRACTION ET A LA COMPRESSION . RELATIONS AVEC LA MICROSTRUCTURE ET LA TEMPERATURE.

Dans l'équation

$$(4.1) \quad K_{1c} = Y \sigma_t \sqrt{a_c}$$

qui traduit les conditions de rupture en traction deux paramètres structuraux interviennent : ce sont Y un facteur de forme dépendant de l'éprouvette et de la géométrie du défaut critique et de la demi-longueur du défaut critique. Dans des états de traction les longueurs critiques  $1c$  sont généralement très petites, de l'ordre des défauts du matériau. Il se pose alors le problème fondamental de la représentativité de  $K_{1c}$  caractérisé à partir d'essai avec des fissures de grande longueur ; en d'autres termes, lors de la détermination expérimentale de  $K_{1c}$  le matériau avec tous ses défauts naturels apparaît comme un milieu *équivalent homogène* : l'on peut en effet, dans une région proche de la tête de fissure, découper le matériau en petits volumes contenant le même type de défauts naturels ; ces volumes élémentaires étant de petite taille par rapport à la fissure, (fig. 4.1a) le matériau peut apparaître homogène et la valeur de  $K_{1c}$  obtenue est celle d'un milieu équivalent continu élastique. Si maintenant l'on diminue la taille de la fissure (fig. 4.1 b et c), les volumes élémentaires atteignent une taille non négligeable par rapport à la fissure et

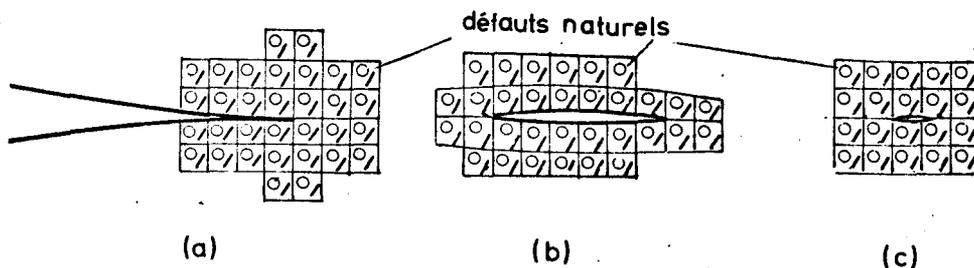


Figure 4.1

Importance de l'hypothèse d'homogénéité du matériau dans la détermination des paramètres de propagation selon la taille relative des défauts naturels et de la fissure.

l'hypothèse d'homogénéité disparaît). les défauts naturels individualisés agissent fortement sur la fissure et les distributions de contraintes sont profondément modifiées. Ainsi, il est possible de mettre en doute la représentativité de

la valeur de  $K_{Ic}$  dans le cas (c) alors qu'elle a été déterminée dans le cas (a). Le passage de (a) à (e) ou inversement n'a pas été résolu en terme de  $K_{Ic}$ , la seule possibilité de préciser ce problème serait de le traiter en terme d'énergie.

Supposons que la valeur de  $K_{Ic}$  utilisée localement est la même que celle du milieu continu équivalent. Si l'on émet l'hypothèse qu'une étude microstructurale permet de préciser les paramètres  $Y$  et  $a_c$  de l'équation 4.1, la valeur de la résistance à la traction  $\sigma_t$  est elle alors déterminée avec une bonne précision ? En d'autres termes, le critère de GRIFFITH exprimé en terme de  $K_{Ic}$  est-il un critère de rupture valable s'il est utilisé localement ? Peut-on également de la même façon préciser la valeur  $\sigma_c$  de la résistance à la compression bien que dans ce cas la rupture soit rarement uniquement de mode 1 ?

## 4.1 Relation entre la résistance à la traction et la microstructure.

### Cas des micrites.

L'équation (4.1) fait intervenir la demi-longueur  $a_c$  d'un défaut critique. Ce dernier peut correspondre à un des multiples défauts initiaux du matériau dans la mesure où sa taille n'a pas évoluée de façon stable de manière notable lors de l'essai. Si l'on se fixe comme objectif la détermination expérimentale de  $a_c$  à partir de l'équation (4.1) et sa comparaison aux défauts naturels, il est nécessaire de procéder à des essais conduisant à une instabilité de la propagation afin que le défaut considéré, c'est à dire le plus défavorable en taille et en position, ne puisse évoluer. On mènera donc les essais à la vitesse maximale de la machine ( $\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$ ). Le défaut naturel critique le plus défavorable en forme et en position peut être considéré comme un défaut initial  $a_c$ . En toute rigueur, le défaut naturel évolue toujours quelque peu de façon stable car les phénomènes physico-chimiques en tête de fissure ne peuvent être totalement rendus inefficaces (voir chapitre 6).

	$\sigma_t(\Delta)$	$K_{Ic}(\Delta)/\sigma_t(\Delta)$	$a_c$ (mm)
a	3,22 ± 0,30	1,06	0,360
b	3,60 ± 0,35	0,87	0,240
c	3,45 ± 0,20	0,99	0,310
d	5,20 ± 0,30	0,56	0,100
e	4,35 ± 0,20	0,85	0,230
f	2,48 ± 0,25	1,30	0,540

Tableau 4.1  
Caractéristiques de rupture en traction des micrites.

La taille supposée des défauts critiques peut être calculée à partir de l'équation (4.1) en connaissant  $K_{Ic}$ ,  $Y$  et  $\sigma_t$

Une première approximation a consisté à déterminer la résistance à la traction par flexion trois points, en calculant cette dernière à partir de la contrainte sur la fibre la plus chargée au moment de la rupture (tableau 4.1). Pour que les valeurs obtenues soient comparables à celles déterminées par des essais de traction directe, il est nécessaire que le défaut critique (en l'occurrence le défaut naturel) soit de très petite taille par rapport aux dimensions de la poutre, ce qui sera vérifié à postériori.

Une seconde approximation consiste à prendre un défaut naturel elliptique aplati et plan ( $Y = \pi$ ).

Avec ces deux hypothèses et les valeurs de  $K_{Ic}$  du matériau continu équivalent, les valeurs des défauts critiques  $a_c$  sont calculées et reportées dans le tableau 4.1.

Le problème est donc de confronter ces valeurs  $a_c$  calculées expérimentalement avec celles données par la microstructure réelle du matériau.

. Relation entre résistance à la traction et porosité.

Les céramistes | 4, 21, 69, 102, 146 | , ont l'habitude de relier la résistance à la traction à la microstructure exprimée éventuellement par la porosité. En termes probabilistes, cela revient à rechercher la probabilité de trouver un défaut de taille donnée dans un volume donné. Cette première approche est représentée dans la figure 4.2 : il apparaît, au moins pour les faibles porosi-

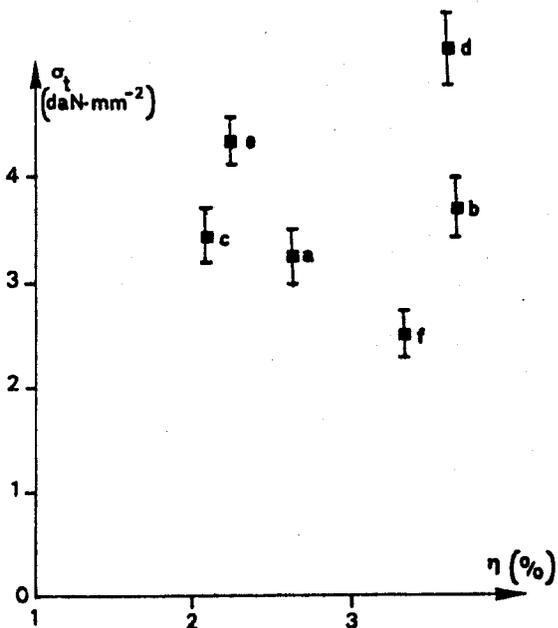


Figure 4.2  
Relation entre la résistance à la traction des micrites et la porosité totale.

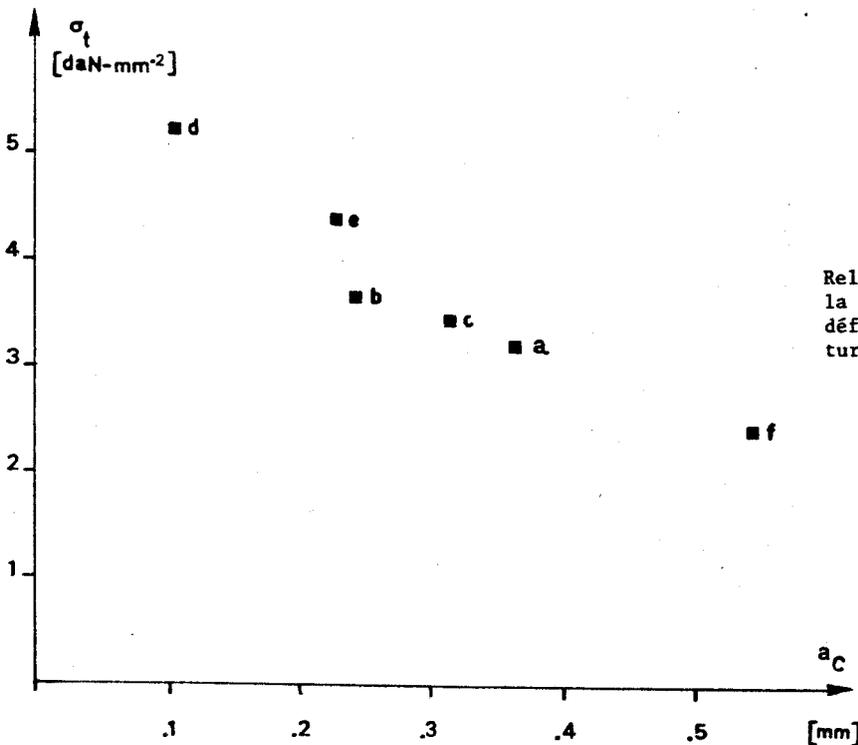


Figure 4.3  
Relation entre la résistance à la traction et la longueur du défaut  $a_c$  conduisant à la rupture.

tés que l'effet de groupe des défauts ne joue pas le rôle déterminant. Les analyses sont donc en défaut : les calcaires fins concernés sont en effet des matériaux naturels non homogènes du fait de leurs origines très diverses. La répartition des défauts ne joue pas de rôle particulier ; par contre si l'on compare la résistance à la traction  $\sigma_t$  avec la longueur  $a_c$  calculée à partir de 4.1, (fig. 4.3) il apparaît clairement une relation :  $\sigma_t$  diminue lorsque  $a_c$  augmente. Dans cette relation, il ne faut pas oublier qu'est intervenu  $K_{1c}$  qui lui aussi dépend des défauts du matériau ; cependant, comme le montre la figure 2.11,  $K_{1c}$  est à peu près constant pour les six micrites étudiées, le rapport de la plus forte valeur sur la plus faible ne dépasse pas 1,30. La figure 4.3 traduit donc une relation entre la taille du plus grand défaut et la résistance à la traction. Le paramètre important est donc la taille du *plus grand* défaut dans le matériau. Il reste donc à confronter la forme et la taille de ces défauts *supposés*  $a_c$  et celles des défauts *réels* des micrites  $a_o$ . Ces derniers ont été observés en microscopie électronique à balayage sur des surfaces de fracture métallisées. Ce sont (annexe 2) :

1. des vides de forme subsphérique, aléatoirement répartis (fig. 4.3). Leur taille varie respectivement de 20 à 50  $\mu\text{m}$  de rayon pour les micrites a, b, c et f. Elle est inférieure à 10  $\mu\text{m}$  pour d et e. (tableau 4.2).

micrites	a	b	c	d	e	f
rayon du plus gros trou ( $\mu\text{m}$ )	80	50	50	5	10	100

**Tableau 4.2**

Valeurs des rayons des plus grands trous observés en microscopie électronique à balayage pour les micrites.

2. des plaquettes argileuses pouvant être considérées comme des défauts aplatis jouant le rôle de fissure car la cohésion est faible entre argiles et calcite d'une part et entre les feuillets argileux eux-mêmes d'autre part. Elles sont situées en joints de grain et sont alors de l'ordre du micron ou constituent un défaut plus grand, de 10 à 50  $\mu\text{m}$  noyé dans la matrice calcitique.

De tels défauts sont aléatoirement répartis ou sphériques, ce que confirme la valeur constante de  $K_{1c}/\sigma_t$  selon différentes directions de propagation de la fracture (§ 2.3), et la validité du calcul en mode 1 uniquement.

*On note une différence notable entre les demi-longueurs de défauts calculées  $a_c$  et les rayons  $a_o$  des trous observés, bien que les variations de ces longueurs soient dans le même sens.*

Le rapport  $a_c/a_o$  est de l'ordre de 10. On notera que la résistance à la traction est en corrélation avec la demi-longueur de défaut qu'il soit calculé ( $a_c$ ) ou observé ( $a_o$ ).

La différence de taille entre  $a_c$  et  $a_o$  peut s'expliquer par le fait que les défauts  $a_o$  (petits donc par rapport à  $a_c$ ) ne sont pas des défauts de morphologie simple mais des vides tapissés de cristaux non jointifs. Les dièdres ainsi formés sont des pseudo-microfissures. Le défaut acquiert donc une morphologie complexe qui conduit à des facteurs de forme Y plus élevés (14, 22, 105, 167, 168) pour des calculs sur des modèles plus complexes) ce qui diminue d'autant la longueur de fissure nécessaire pour obtenir la rupture. Si par exemple on associait une plaquette argileuse et deux trous tapissés de "microfissures", (fig. 4.4), le facteur de forme Y augmenterait, ce qui diminuerait encore la taille du défaut critique.

Le problème n'est pas de trouver exactement le modèle supposé de défaut

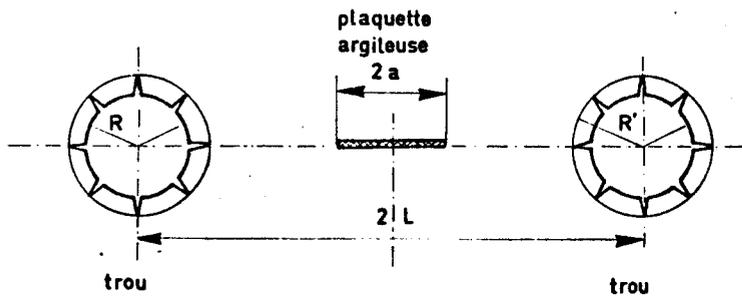


Figure 4.4

- a) surfaces de fracture montrant des trous (flèches) et une plaquette argileuse A. (micrite c),
- b) modélisation des défauts pouvant conduire à la rupture.

dans les calcaires. Le matériau est trop hétérogène pour l'espérer ! Une démarche cohérente consiste à préciser dans un premier temps, les longueurs calculées de défauts critiques. Dans un second temps, on confronte ces données avec les défauts réels et l'on précise leur compatibilité. Dans le cas des micrites les défauts calculés sont de l'ordre de 2 à 5 fois supérieurs à ceux observés. Ce décalage entre défauts calculés et réels se retrouve également pour les céramiques [182]. Ceci permettrait de mettre donc en doute la validité de l'équation 4.1 utilisée localement, c'est à dire l'utilisation du paramètre  $K_{1c}$  dans une telle démarche.

## 2 Resistance à la compression.

Les mécanismes microscopiques intimes de la rupture en compression ne sont pas encore clairement explicités. On trouvera dans la thèse de INGREFEA [93] une étude mécanique récente de la propagation de fissure en compression. Dans ce qui suit nous n'envisagerons que les seules influences de la microstructure et de la différence  $\gamma_F - \gamma_i$  sur les résultats en compression.

### 4.2.1 INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LA RÉSISTANCE À LA COMPRESSION

micrites	a	b	c	d	e	f
résistance à la compression	34,1 ± 1,5	29,3 ± 1,5	41,5 ± 1,5	40,5 ± 1,5	41,5 ± 1,5	33 ± 2,5

Tableau 4.3

Valeurs des résistances à la compression pour les différentes micrites.

Les valeurs de la résistance à la compression des micrites et des craies sont reportées dans le tableau 4.3. Elles ont été obtenues sur des éprouvettes parallélépipédiques de  $7 \times 7 \times 25 \text{ mm}^3$  pour une vitesse de déformation  $\epsilon$  de l'ordre de  $5 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  ; les éprouvettes ont été préalablement séchées.

Cas des micrites

Si l'on compare les résistances en compression et les tailles des défauts critiques (qu'il s'agisse de  $a_c$  ou de  $a_0$ ), on note que contrairement au cas de la traction, il n'y a pas de corrélation entre  $\sigma_c$  et la taille du défaut critique le plus défavorable pour la traction

En compression, au niveau des vides et dans la direction de l'axe de compression (fig. 4.5.a), il existe une contrainte locale  $\sigma_l$  de traction d'intensité maximale  $|110|$  :

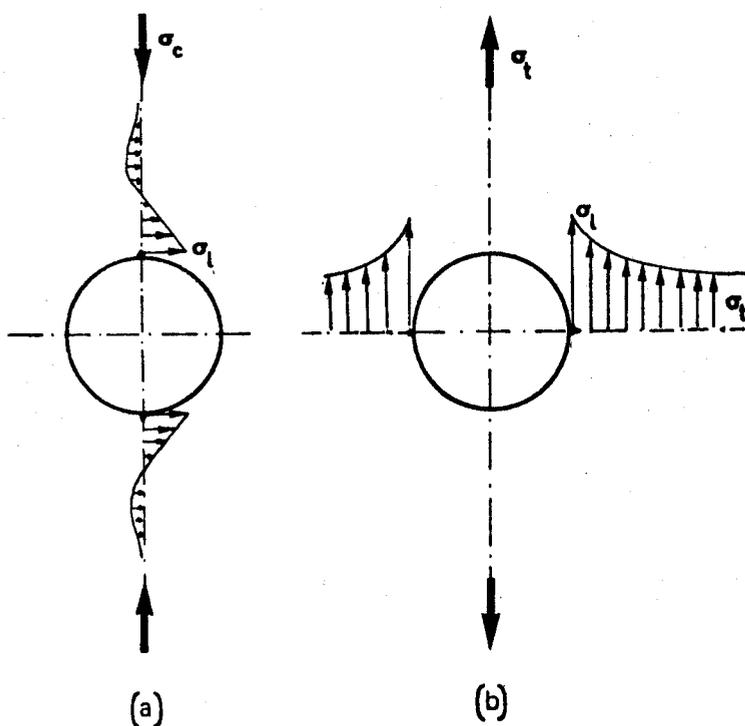


Figure 4.5

Distribution de contrainte de traction dans une plaque percée d'un trou et soumise :

- a) à une compression  $\sigma_c$
- b) à une traction  $\sigma_t$

$$(4.2) \quad \sigma_l = \frac{3 + 15 \nu}{2(7 - 5\nu)} \quad \sigma_c \approx 0,68 \sigma_c \text{ avec } \sigma_c \text{ la contrainte de compression appliquée au matériau. Cette contrainte de traction décroît rapidement en s'éloignant du trou.}$$

En traction, la contrainte locale vaut le long de la circonférence du trou  $|110|$  :

$$(4.3) \quad \sigma_l = \frac{27 - 15 \nu}{2(7 - 5\nu)} \quad \sigma_t \approx 2,05 \sigma_t \text{ avec } \sigma_t \text{ la contrainte de traction appliquée au matériau. La contrainte locale décroît lentement en s'éloignant du trou pour atteindre la valeur } \sigma_t.$$

Ainsi, pour initier une fissure en bord de trou en compression, il faut une contrainte théorique environ 3 fois supérieure à la contrainte appliquée en

essai de traction. En outre, la contrainte  $\sigma_1$  donnée par (4.2) est très locale alors qu'en essai de traction la zone d'application de la contrainte  $\sigma_1$  donnée par (4.3) est très importante, il s'ensuit que l'initiation sera plus difficile en compression qu'en traction. En outre, la tête de fissure étant soumise à un champ de traction plus faible, la zone microfissurée n'aura pas une étendue identique à celle provoquée par des états de traction ; il s'ensuit que le critère de propagation peut prendre une forme différente, c'est à dire que  $\gamma_F(a)$  en traction peut être différent de  $\gamma_F$  en compression pour le modèle présenté.

Supposons que  $\gamma_i = \gamma_F$  soit indépendant de  $a$ . En compression, dès que la fissure démarre et est légèrement "propagée" son champ de traction diminue très rapidement pour tendre vers 0. L'allure des courbes  $G(a, P)$  ( $P$  charge appliquée à l'éprouvette) est donnée par la figure 4.6. On remarque donc que si la propagation peut être initialement instable (point A) elle devient après un accroissement de longueur de fissure parfaitement stable (point B). La propagation ne peut alors se poursuivre que par l'action indépendante ou simultanée des facteurs suivants :

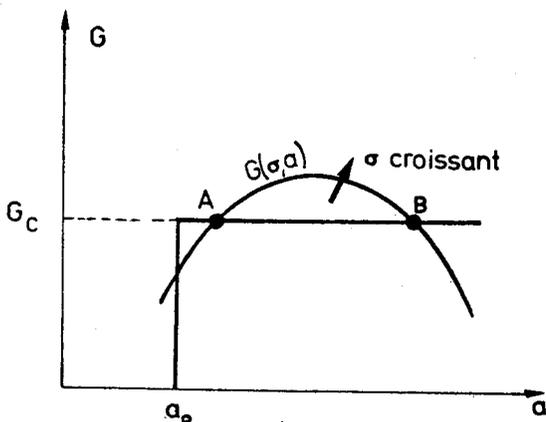


Figure 4.6

Conditions énergétique de propagation de la "fissure de traction" dans une plaque infinie percée d'un trou et soumise en compression

- . augmentation de la contrainte appliquée,
- . interaction de fissures voisines en mode 1,
- . naissance de fissures de cisaillement plus instables (fig. 4.7) | 80 , 106 | ,
- . interaction de fissures de cisaillement et de traction.

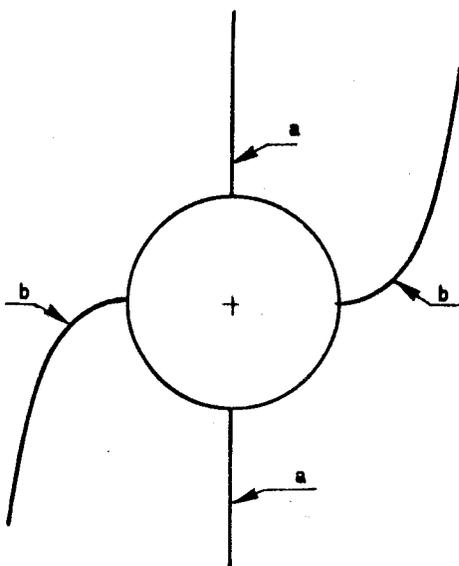


Figure 4.7

Fissuration à partir d'un trou d'une plaque soumise en compression :

- a) fissure de traction
- b) fissure de cisaillement.

Ily a donc une connection étroite entre la résistance à la rupture en compression et la *géométrie* de répartition des pores, et par conséquent de la porosité. Les résultats expérimentaux le confirment.

Pour des porosités faibles (quelques %) (fig. 4.8) les résistances diminuent lorsque la porosité croît (exception faite pour la micrite d quasi exempte de trous).

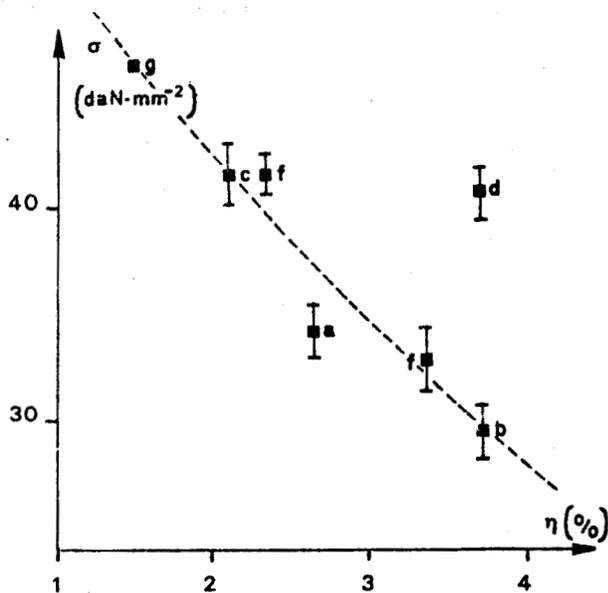


Figure 4.8

Relation entre la résistance à la compression  $\sigma_c$  et la porosité totale pour les micrites. (Un essai complémentaire a été réalisé sur une micrite g très peu poreuse).

Cas des craies (essais à sec) (fig. 4.9)

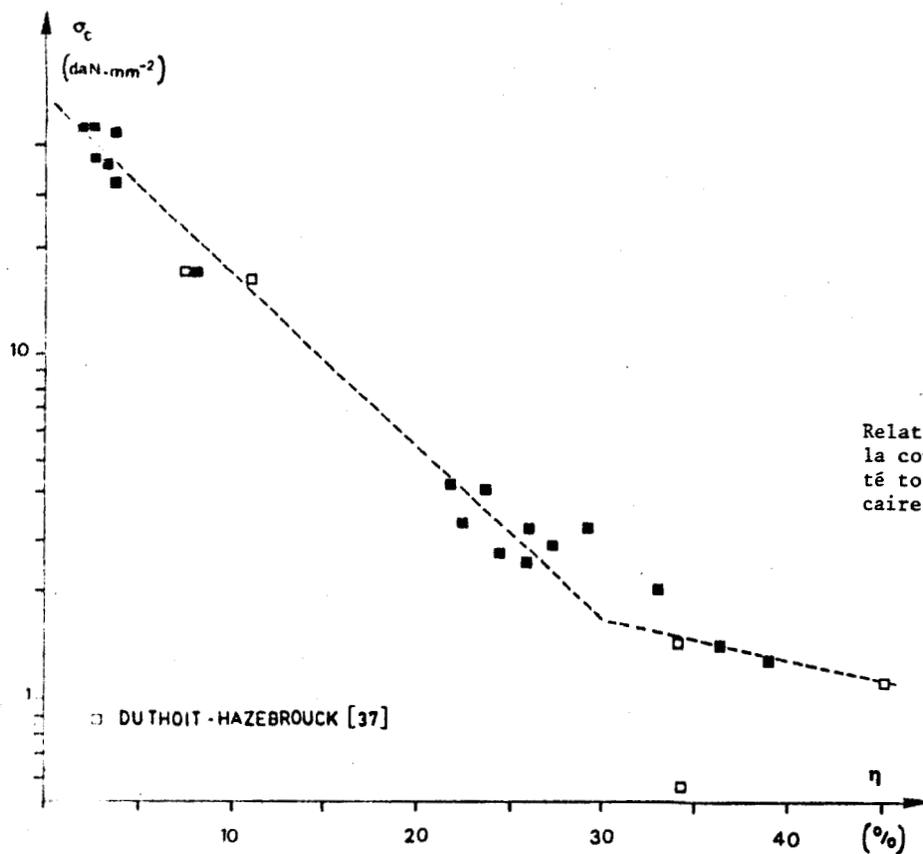


Figure 4.9

Relation entre la résistance à la compression  $\sigma_c$  et la porosité totale pour les roches calcaires à grains fins.



□ DUTHOIT-HAZEBROUCK [37]

La relation établie pour la gamme très large de porosité des craies est du type de celle de RYSHKEVITCH - KNUDSEN | 102 - 146 |, relation empirique établie pour des matériaux frittés :

$$(4.4) \quad \sigma_c = \sigma_0 \exp(-b\eta)$$

avec  $\sigma_0$  et  $b$ , des paramètres expérimentaux valant dans le cas des calcaires fins micritiques  $\sigma_0 = 53 \text{ daN.mm}^{-2}$  et  $b \approx 11,7$ . Cette dernière valeur de  $b$  paraît élevée par rapport à celles obtenues sur les céramiques | 102 | : les plaquettes argileuses en joints de grains interviennent vraisemblablement dans le mécanisme conduisant à la rupture.

Remarque : la figure 4. montre qu'autour de 26 % de porosité, il y a divergence par rapport à la relation (4.4). En utilisant des modèles différents pour la rupture | 21, 69, 87 | on note qu'autour de 26 % se produit toujours une anomalie par rapport au type de relation utilisée : il semble que le seuil de 26 % de porosité corresponde à un changement notable de structure des calcaires (craies) à grains fins.

## 4.2.2 ÉNERGIE DE PROPAGATION DE FRACTURE EN COMPRESSION

BIENAWSKI | 11, 12 | fut le premier à présenter le problème de la rupture en compression en termes d'énergie. Selon cet auteur, la fissuration serait caractérisée par (fig. 4.10) :

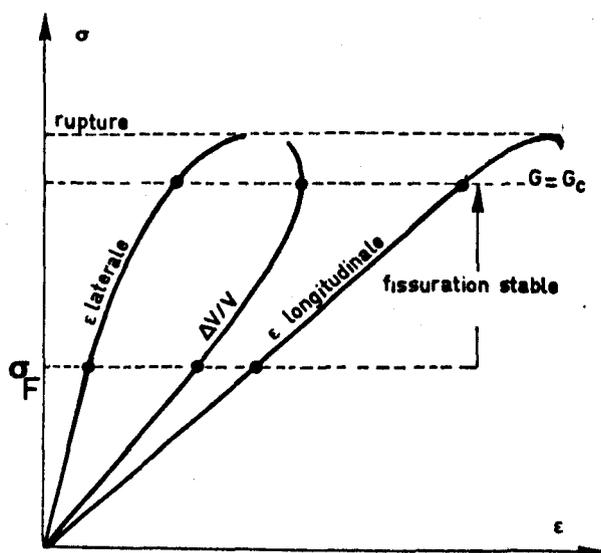


Figure 4.10  
Courbes contraintes déformations caractéristiques en compression.

1. un stade où les défauts n'évoluent pas,
2. un seuil d'initiation  $\sigma_F$  de la fissuration marqué par la perte de linéarité des déformations latérales (ou décelée par émission acoustique) | 135 |
3. un stade de fissuration stable,
4. un niveau de contrainte correspondant au début de la propagation instable et qui définit l'énergie critique d'avancement de fissure  $G_c$ . Cette contrainte correspond au début de décroissance de la variation de volume,  $-\frac{\Delta V}{V}$ , lors de la croissance des contraintes,
5. une propagation instable au-delà de  $G_c$ .

Les deux dernières étapes correspondraient à une propagation instable. Comme l'a d'ailleurs clairement exprimé BIENAWSKI | 12 | on peut dire qu'il y a *propagation instable* de la fracture lorsque celle-ci n'est plus contrôlable par la contrainte. Le seuil d'instabilité a été placé arbitrairement par BIENAWSKI au moment où la variation de  $-V/V$  change de signe. Or, l'avènement de presses raides et à asservissements rapides a permis de tracer des courbes contraintes-déformation complètes | 16, 19, 90, 175 | (fig. 11). La fracture peut être contrô-

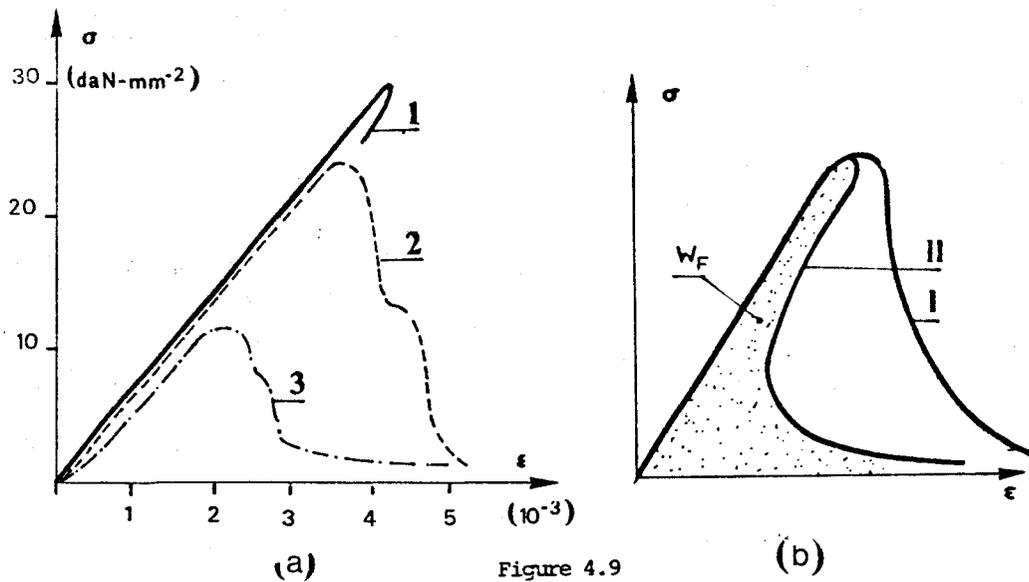


Figure 4.9  
 Courbes complètes contraintes déformations en compression.  
 a) exemple pour trois roches calcaires : Solenhofen limestone (1), Indiana Limestone (2), Tennessee marble (3).  
 b) Schématisation des deux comportements types possibles en compression.  
 (D'après WASWERSIK [1]).

lée d'un bout à l'autre du processus de rupture en compression. A défaut donc de pouvoir parler de seuil d'instabilité, il vaut mieux se limiter à la notion de travail de fracture par unité de volume  $W_F$ , ce travail correspondant à l'aire sous la courbe complète contrainte-déformation (fig. 4.11) est le travail total dépensé pour fracturer complètement l'échantillon en compression. Pour rapporter cette énergie à l'unité d'aire de surface créée, il est nécessaire de mesurer cette aire, ce qui est délicat dans un échantillon rompu en compression. La surface de rupture n'est pas simple et est en outre très influencée par les conditions mêmes de l'essai. De ce point de vue, le critère de  $K_{Ic}$  pour la propagation de fissure en compression n'a aucune signification, d'autant plus que le mode II intervient et qu'il serait alors nécessaire, même si l'inclinaison des défauts initiaux est connue, de partager l'énergie en  $K_1$  et  $K_2$  dans un rapport non éclairci | 93 |.

### Cas des micrites

Pour les micrites, les conditions d'initiation et de fracturation complètes en traction sont proches ( $\gamma_i \approx \gamma_F$ ), il n'en n'est pas de même en compression. Si l'initiation est liée à la présence de trous sollicités en mode I, la rupture ne peut intervenir immédiatement après cette initiation car le champ de traction reste toujours très localisé et relativement faible aux environs des trous. La fracture ne se développe qu'à la faveur d'un travail supplémentaire, nécessaire d'une part au raccordement des fissures qui se sont développées en mode I et d'autre part au développement de fissures en mode II. Cet apport d'énergie élastique nécessaire au développement de la fracture n'est pas considérable car le niveau d'initiation se situe, lui-même à environ 80 - 85 % de la contrainte de rupture. La courbe complète contrainte-déformation (courbe 1, fig. 4.11 (a) correspond à une fracture de type très fragile : l'énergie de fracture  $W_F$  est alors inférieure à l'énergie élastique disponible au début de la propagation de la fracture (courbe II, fig. 4.11 b).

### Cas des marbres

La rupture en compression des marbres apparaît plus progressivement. La machine étant molle et non asservie il n'a pas été possible de tracer les courbes complètes contrainte-déformation (fig. 4.12). Cependant, l'allure est identique à la courbe 3 de la figure 4.11a : le travail de fracture  $W_F$  est très important, plus important que l'énergie élastique emmagasinée au début de la propagation. Il faut aussi remarquer que le début de la propagation des microfissures se fait à des niveaux de contrainte faibles, de l'ordre de 50 % de la contrainte de rupture. Si l'on suppose qu'en propagation contrôlée la rupture a lieu un *seul* plan axial, l'énergie ainsi nécessaire pour créer cette rupture par unité d'aire créée serait pour le marbre A de l'ordre de  $\gamma = 1300 \text{ J/m}^2$  c'est à dire de l'ordre de 5 fois plus qu'en traction. Il faut donc admettre que la surface de rupture en compression n'est pas aussi simple qu'en traction et qu'une partie non négligeable de l'énergie a été utilisée à propager des défauts et fissures de la roche. Cette création de microfissures pendant la compression a été vérifiée de nombreuses fois expérimentalement de façon directe ou indirecte.

L'on retrouve alors en compression le rôle des microfissures naturelles, rôle déjà exprimé en traction, c'est à dire :

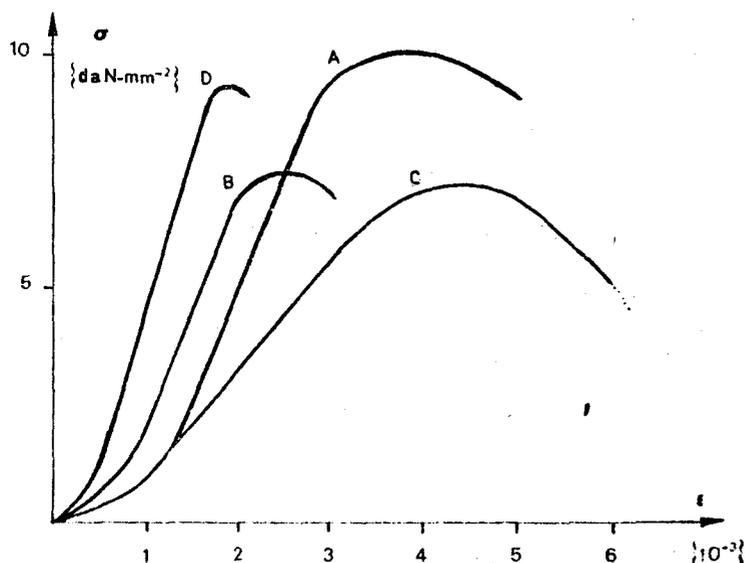


Figure 4.12

Courbes contraintes-déformations en compression pour les quatre marbres A, B, C et D. (Les courbes n'ont pu être définies entièrement à cause de la mollesse de la machine d'essai).

- les microfissures naturelles déclenchent plus tôt la propagation des microfissures placées en condition de contrainte les plus défavorables.

- les microfissures naturelles *stabilisent* la propagation de la fracture selon le processus décrit pour la traction (p. 20).

En traction, ce phénomène s'est traduit par une différence entre  $\gamma_p$  et  $\gamma_i$  très importante. En compression la fracture apparaîtra d'autant moins de type fragile que  $W_p$  sera élevé.

En conclusion, il y a une corrélation entre le comportement en traction et le comportement en compression :

(a) lorsqu'en traction l'on a  $\gamma_i = \gamma_F$  (comportement très fragile) en compression, le comportement sera également de type très fragile et  $W_F$  sera faible, de l'ordre de  $2 \gamma_F A$ . La courbe contrainte déformation sera alors du type II (vig. 4.11.b).

(b) lorsqu'en traction l'on a  $\gamma_F \gg \gamma_i$  (propagation de fissure plus stable), en compression, la fracture pourra se propager également (momentanément

ou non) de façon stable quelle que soit la façon d'appliquer les charges. La courbe contrainte déformation sera alors du type I (fig. 4.11.b).

Ainsi la différence  $\gamma_F - \gamma_i$  est étroitement liée à la valeur de  $W_F$  (fig. 4.13). Pour un même matériau, roche calcaire par exemple, la différence de comportement exprimé par  $\gamma_i$  et  $\gamma_F$  est uniquement liée à la structure et à l'avancement de fissure. Il en sera de même en compression. En conséquence, l'écriture de la propagation de la fracture en compression en terme de  $K_{1c}$  n'est pas du tout adaptée au cas de la compression.

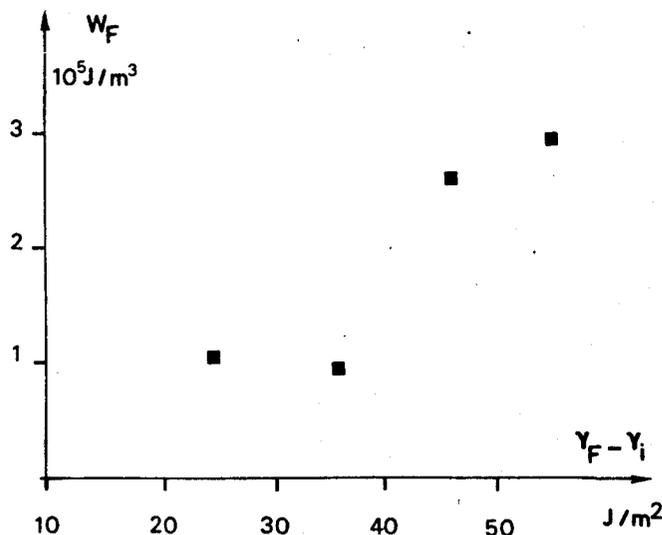


Figure 4.13

Relation expérimentale entre le travail de fracture en compression et la différence  $\gamma_F - \gamma_i$ .

### 4.3 Influence de la température.

Quand la température augmente  $K_{1c}$ , dans le cas des marbres et des micrites, diminue (§ 2.6) puis vers  $400^\circ\text{C}$  subit une remontée assez brutale : pour les craies par contre, il y a augmentation quasi continue de  $K_{1c}$  avec la température. Ces effets de la température sur  $K_{1c}$  se retrouvent-ils pour les résistances à la traction à des vitesses élevées ? En d'autres termes la résistance à la traction est-elle réellement et uniquement dépendante du facteur d'intensité de contrainte ?

#### 4.3.1 RÉSISTANCE A LA TRACTION

Dans l'équation 4.1, si l'on suppose que les défauts naturels n'ont pas le temps d'évoluer lors d'essais à vitesses rapides, la résistance à la traction doit suivre les évolutions de  $K_{1c}$  avec la température. Cette vérification a été menée sur la micrite d, la craie 13 et le marbre A. Les résultats sont reportés

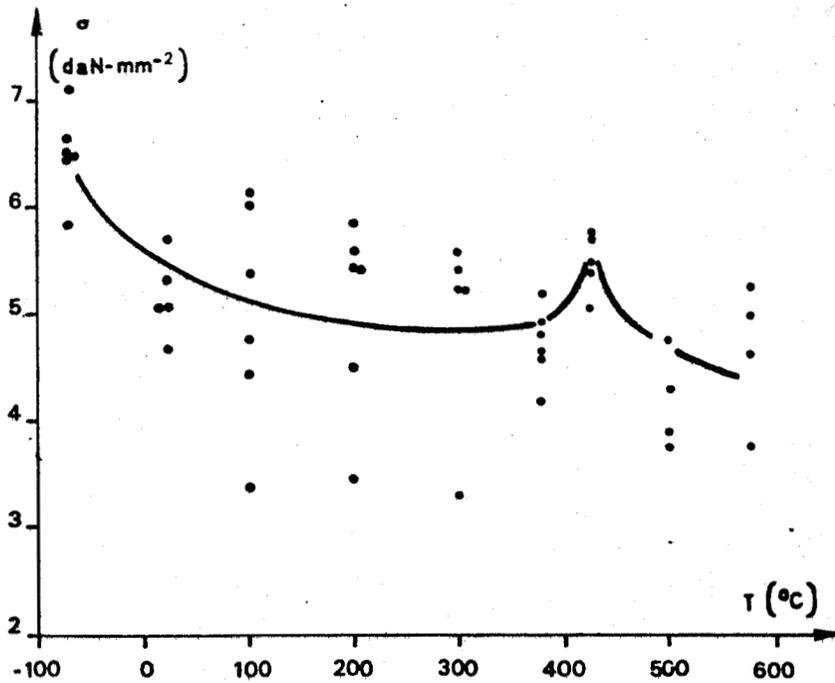


Figure 4.14

Influence de la température sur la résistance à la traction de la micrite d.

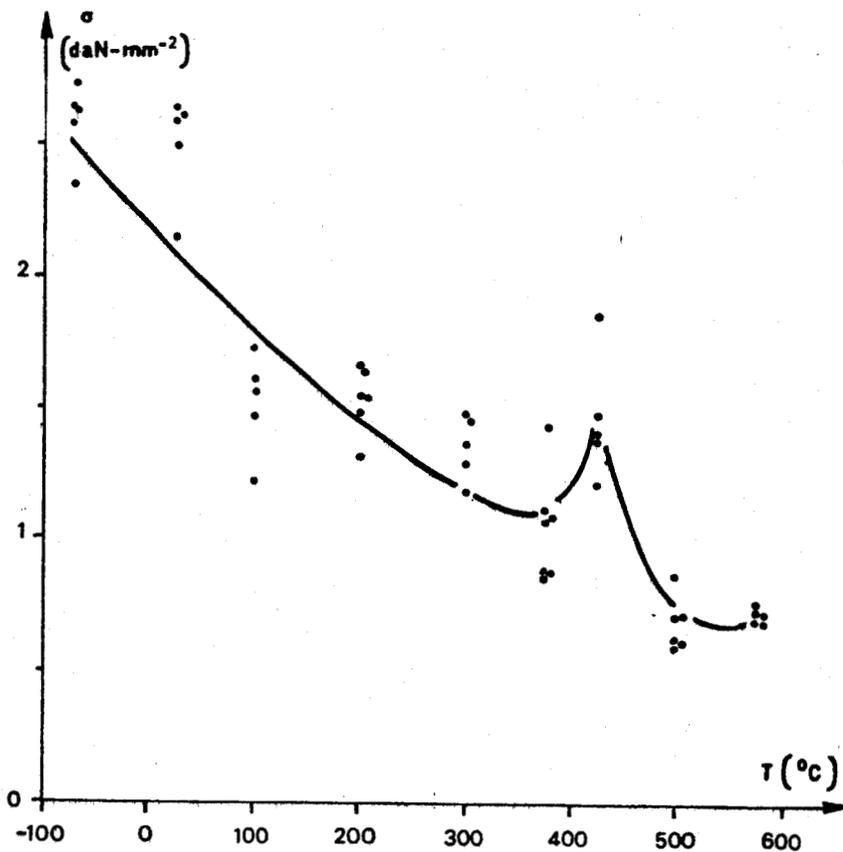


Figure 4.15

Influence de la température sur la résistance à la traction du marbre A.

dans les figures 4.14, 4.15 et 4.16, ceux-ci ont été obtenus à partir d'essais de flexion 3 points pour des vitesses de déformation de l'ordre de  $10^{-2} \text{s}^{-1}$ .

Les corrélations entre la résistance à la traction et  $K_{1c}$  en fonction de la température apparaissent très étroites. On trouve en effet :

(a) une diminution conjointe de la résistance à la traction et de  $K_{1c}$  pour la micrite et le marbre jusqu'à  $350^\circ\text{C}$ ,

(b) une augmentation de la résistance à la traction pour la micrite et le marbre vers  $400^\circ\text{C}$  puis ensuite diminution, remarques déjà faites sur  $K_{1c}$ ,

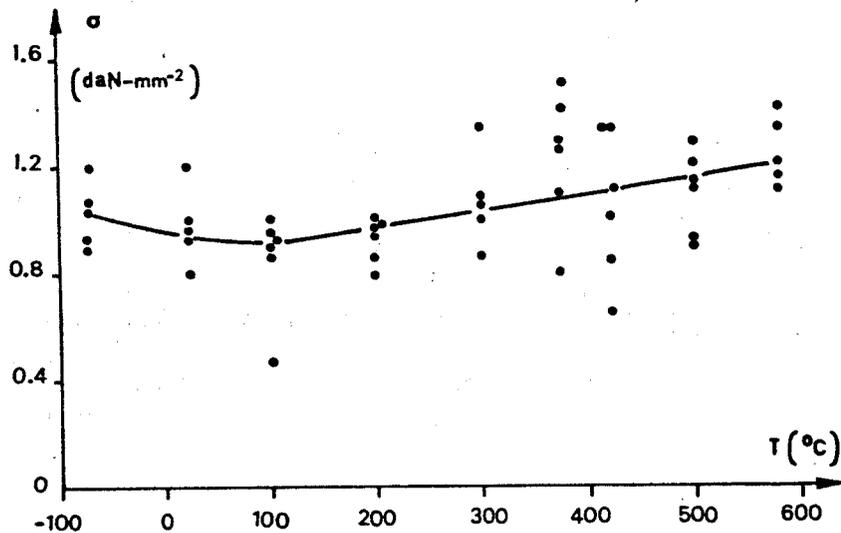


Figure 4.16

Influence de la température sur la résistance à la traction de la craie 13.

(c) pour la craie, une augmentation régulière de la résistance à la traction avec la température, croissance observée également pour  $K_{1c}$ .

En conclusion, les variations de la résistance à la traction des roches calcaires, en fonction de la température, suivent très étroitement celles de  $K_{1c}$ . Le facteur d'intensité de contrainte critique semble être le paramètre qui contrôle la rupture instable en traction.

### 4.3.2 RÉSISTANCE A LA COMPRESSION

Des essais de compression en fonction de la température ont été réalisés sur la micrite c et le marbre A. Ils sont présentés dans les figures 4.17 et 4.18.

Figure 4.17

Influence de la température sur le comportement en compression de la micrite c.

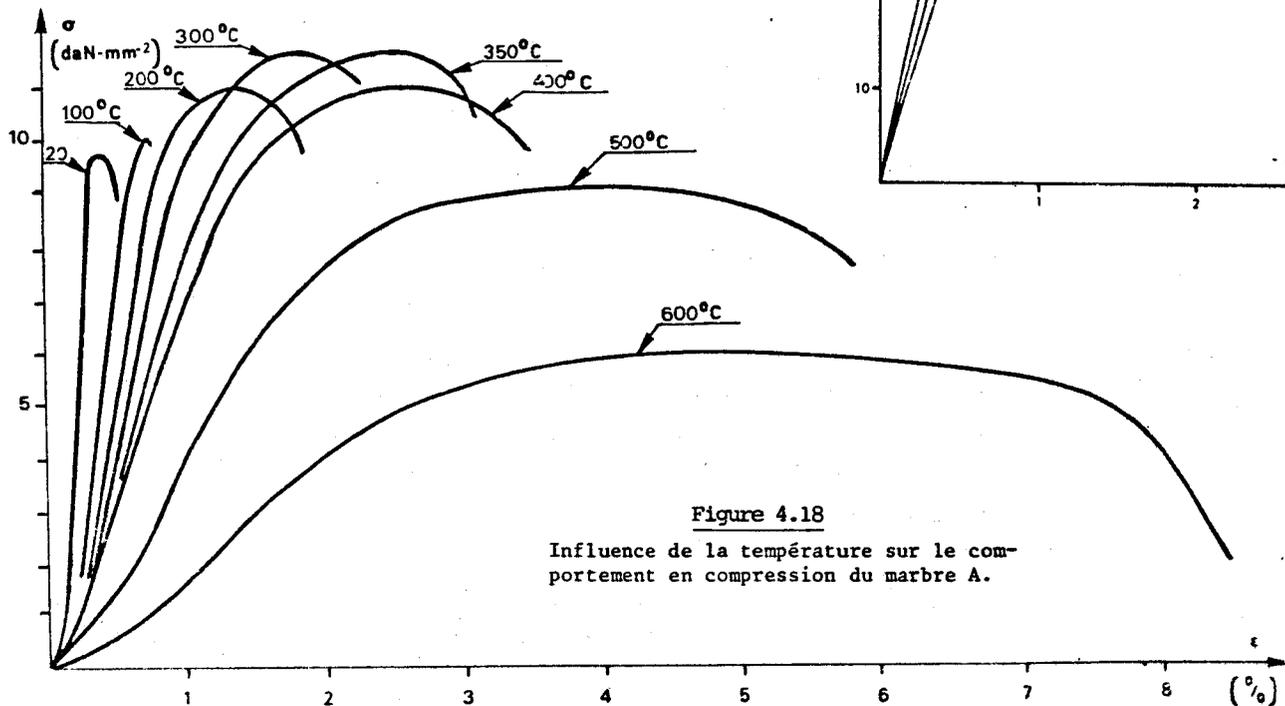
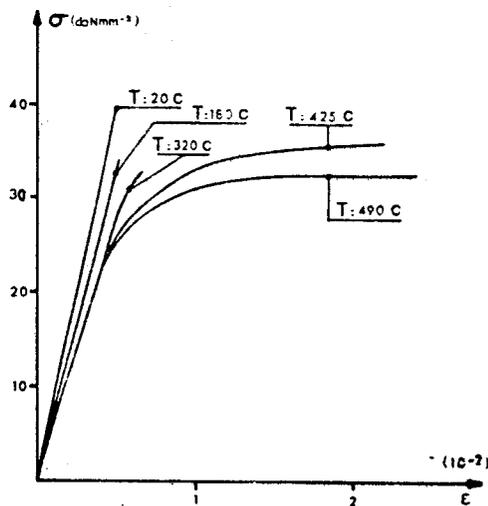


Figure 4.18

Influence de la température sur le comportement en compression du marbre A.

Pour la micrite, on relève :

- une décroissance de la limite élastique avec la température,
- une diminution de la contrainte de rupture jusque 400°C puis légère remontée vers 400°C,
- l'augmentation importante à partir de 400°C des déformations de la roche. Ces déformations importantes sont liées au développement d'une microfissuration intense de la roche (photo 4.1).
- que la rupture à partir de 400°C passe de brutale à très progressive.

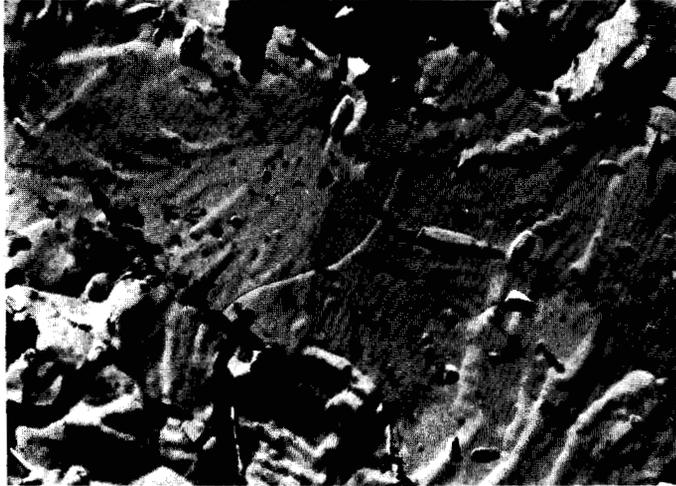


Photo 4.1

Microfissures intragranulaires (flèches) obtenues en essai de compression à 500°C - Micrite c. (Réplique au carbone ; TEM ; Gr = 9 700).

La température de 400°C joue donc un rôle très important sur la résistance en compression comme  $K_{1c}$ ; au-delà de 400°C, la fracture devient plus stable, ce qui entraîne une rupture plus progressive et conjointement des déformations plus importantes par augmentation de la microfissuration.

Dans le cas du marbre, les résultats sont très peu différents :

- limite élastique à peu près constante jusqu'à 400°C puis diminution nettement,
- à partir de 400°C, il y a nette augmentation des déformations acceptées par le matériau ainsi que de l'état de microfissuration de la roche (photo 4.2).
- la rupture reste très progressive pour le marbre.

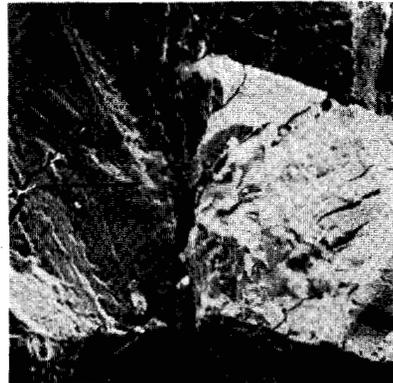


Photo 4.2

Microfissuration intense en essai de compression à 590°C pour le marbre A (SEM, Gr = 200).

- a) fissuration intergranulaire,
- b) fissuration intragranulaire rectiligne et en échelons.

Dans le cas du marbre, il est possible de mesurer avec une assez bonne précision l'énergie de fracture  $\gamma_F$  en fonction de la température (fig. 2.23) celle-ci est croissante jusqu'à  $400^\circ\text{C}$ . Dans le cas de la compression du marbre, il est également possible de mesurer  $W_F$  en fonction de la température car la rupture est très progressive : l'on note alors (fig. 4.18) que  $W_F$  est croissant comme  $\gamma_F$ , avec la température. Cette croissance est cependant plus marquée, car la surface totale fracturée en compression doit croître de façon importante avec la température, d'après l'état de microfissuration croissant enregistré par les fractographies.

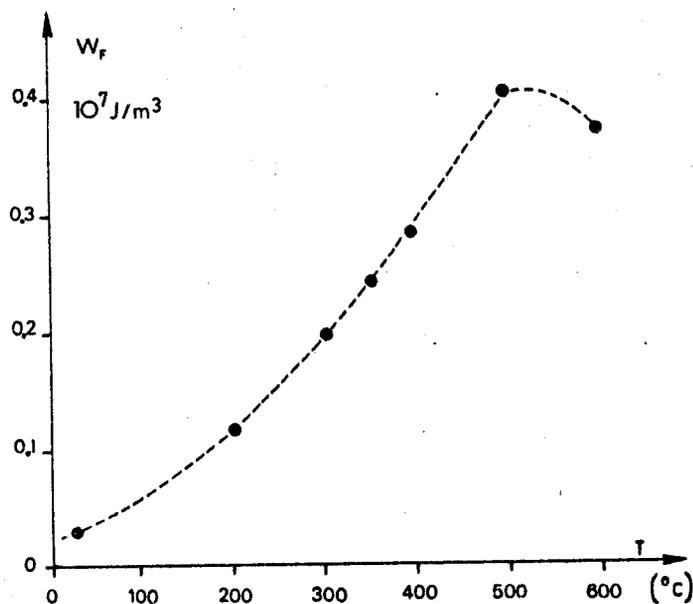


Figure 4.18  
Influence de la température sur le travail de fracture  $W_F$ .

En conclusion, la liaison entre les énergies  $\gamma$  obtenues en mode 1 et les caractéristiques en compression n'est pas très nette, le seul point important est l'augmentation à partir de  $400^\circ\text{C}$  des déformations acceptées par le matériau. Cette augmentation peut être imputable à une stabilisation de la fissuration par accroissement de la zone plastique en tête de fissure, phénomène discuté sur  $K_{1c}$ , et une augmentation de la surface créée par microfissuration.

## Chapitre 5.

# INTERPRETATION DES ESSAIS BRÉSILIENS SUR DISQUES ET ANNEAUX.

Les essais Brésiliens |173| sur disques et sur anneaux, par compression diamétrale, sont des essais de traction indirecte. Leur mise en oeuvre est simple et ne nécessite que le tronçonnage de carottes de sondages et leur percement dans le cas des anneaux.

L'essai sur anneau a été introduit pour tenter d'améliorer les essais sur disques. Il permet en effet de provoquer une fissuration parfaitement diamétrale, induite par la concentration de contrainte en bord de trou, parallèle à l'axe de compression et donc d'améliorer le nombre d'essais exploitables. A partir de ces deux types d'essais Brésiliens, le calcul de la résistance à la traction |82|, valeur recherchée et importante à connaître entre toutes les caractéristiques mécaniques des roches, se fait par la théorie de l'élasticité linéaire appliquée à un matériau fragile en utilisant le critère de GRIFFITH en contrainte (§1.1). Le calcul est mené sur un disque (ou sur un anneau) d'un milieu continu exempt de fissures intervenant dans la rupture. Sur une telle base théorique, on devrait, dans le cas de l'essai sur anneau, retrouver les caractéristiques obtenues par l'essai sur disque plein : *ainsi, dans le cas où le rayon intérieur de l'anneau tend vers zéro, la force nécessaire pour obtenir la rupture devrait être six fois plus faible que celle conduisant à la rupture sur disque plein : or ces données théoriques sont en contradiction avec celles de l'expérience.* |116|. Une telle contradiction conduit à penser que le modèle théorique utilisé n'est pas adapté.

On peut, à ce niveau, penser que la roche est toujours poreuse et que même pour l'essai sur disque plein, la roche possède un petit trou. Dans ce cas, alors, il faudrait utiliser les formules de l'anneau avec trou de rayon nul pour calculer la résistance à la traction, formules qui conduisent à des résultats tout-à-fait erronés s'ils sont comparés à la valeur de la résistance à la traction directe.

L'interprétation des deux types d'essais a été reprise en supposant donc que le matériau possède des fissures qui évoluent et qui atteignent une taille critique conduisant de manière irréversible à la rupture. Le critère utilisé est alors celui de l'énergie de surface de GRIFFITH, critère exprimé sous la forme  $K_{1c}$ , car plus facilement exploitable.

Une telle approche a également été faite par HARDY |67| ; il propose de comparer par la mécanique de la rupture les forces théoriques et expérimentales pour obtenir la rupture. Son étude a porté sur des granites. Dans ce qui suit, nous proposons d'autres formules approchées qui permettraient de calculer les forces à la rupture mais également une méthode de calcul de la résistance à la traction à partir des essais Brésiliens. La comparaison expérimentale a été menée sur deux roches calcaires dont  $\gamma_i$  est proche de  $\gamma_F$  de façon à ce que les états différents de contraintes dans les essais de traction directe et les essais Brésiliens n'aient pas trop d'influence sur le volume de la zone microfissurée en tête de fissure.

## 5.1. Mise en œuvre des essais.

Les matériaux ayant servi de support à cette étude sont deux roches carbonatées du Nord de la France, (non inventoriées en annexe 1). Il s'agit de :

1. une craie blanche sénonienne provenant de la carrière de la Loisine des Ciments Français à Barlin (Pas-de-Calais),
2. un calcaire fin micritique viséen de la carrière Napoléon à Hydrequent (Pas-de-Calais).

La craie a une porosité élevée de l'ordre de 26 % alors que le calcaire viséen a une porosité de l'ordre de 2 %/ Les essais ont été menés sur échantillons secs (étuvés 48 h à 105°C) et provenant respectivement d'un même bloc. Le plan de fissuration des éprouvettes a été choisi perpendiculaire à la stratification.

Les valeurs figurées dans les tableaux (5.1 - 2 et 3) sont la moyenne des résultats de 10 essais sur disques pleins et de 5 essais sur anneaux. La géométrie des éprouvettes est celle préconisée par HAWKES et MELLOR [116] soit  $b = R_e$  avec  $b$ , l'épaisseur du disque et  $R_e$  leur rayon extérieur.

Les essais ont été réalisés sur presse INSTRON 1115 avec une vitesse de traverse de  $20 \mu\text{m}.\text{mn}^{-1}$ .

## 5.2. Depouillement classique et comparaison des résultats.

### 5.2.1 ESSAIS SUR DISQUES PLEINS.

Les résultats figurés dans le tableau 5.1 indiquent les valeurs de la résistance à la rupture  $\sigma_{tD}$  obtenues par la formule classique de dépouillement

	$R_e$ (mm)	CHARGE MOYENNE DE RUPTURE (daN)	RESISTANCE A LA TRACTION $\sigma_{tD}$ (daN/mm <sup>2</sup> )
CRAIE	18,9	165	0,147
CALCAIRE VISEEN	21,9	1 285	0,85

Tableau 5.1

Résultats des essais sur disques : approche classique

des essais Brésiliens.

$$(5.1) \quad \sigma_{tD} = \frac{P_c}{\pi b R_e}$$

avec  $P_c$ , la charge de rupture.

### 5.2.2 ESSAIS SUR ANNEAUX

Les résultats sont reportés respectivement dans les tableaux 5.2 et 5.3 pour le calcaire viséen et pour la craie. La résistance à la rupture  $\sigma_{tA}$  est

$R_e$ (mm)	$R_i$ (mm)	$\rho = R_i/R_e$	P (daN)	$\sigma_{tA}$ (daN/mm <sup>2</sup> )
28,20	6,55	0,232	835	2,73
28,20	5,05	0,178	1 028	3,02
28,20	3,55	0,126	1 082	2,96
28,20	2,05	0,073	1 575	3,84
28,20	0,5	0,018	2 012	4,68

**Tableau 5.2**

Résultats des essais sur anneaux pour le calcaire viséen : approche classique.

$R_e$ (mm)	$R_i$ (mm)	$\rho = R_i/R_e$	P (daN)	$\sigma_{tA}$ (daN/mm <sup>2</sup> )
18,90	5,55	0,294	32	0,480
18,90	3,80	0,201	69,3	0,477
18,90	2,05	0,108	113	0,685
18,90	1,1	0,057	114,3	0,630

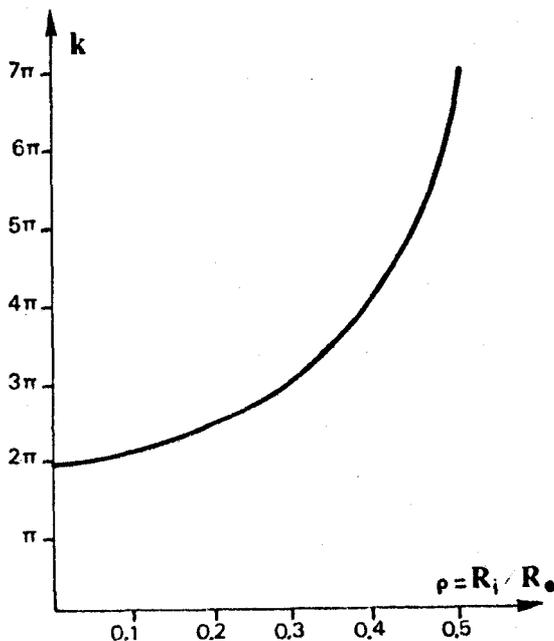
**Tableau 5.3**

Résultats des essais sur anneaux pour la craie : approche classique.

celle obtenue par la formule :

$$(5.2) \quad \sigma_{tA} = \frac{k P_c}{\pi b R_e}$$

Le facteur  $k$ , équivalent à un facteur de concentration de contrainte, dépend du rapport  $\rho = R_i/R_e$  avec  $R_i$ , le rayon intérieur de l'anneau et  $R_e$ , son rayon extérieur. La figure 5.1 donne une représentation graphique des valeurs  $k = k(\rho)$ . Pour les faibles valeurs de  $\rho$  il est possible d'utiliser la formule  $k = 6 + 38 \rho^2$  [84]



**Figure 5.1**

Relations entre le facteur de concentration de contrainte  $k$  et le rapport  $\rho = R_i/R_e$ , d'après HIRAMATSU et OKA [84].

### 5.2.3 COMPARAISON DES RÉSULTATS AVEC CEUX D'ESSAIS DE TRACTION DIRECTE

Les essais de traction *directe* ont été réalisés sur carottes de 12 mm de diamètre et de 30 mm de hauteur. L'amarrage aux mors de la presse a été effectué par le collage à l'araldite des embouts des échantillons. Pour cinq essais, les valeurs moyennes de la résistance à la traction directe  $\sigma_t$  sont :

$\sigma_t = 0,98 \text{ daN.mm}^{-2}$  pour le calcaire fin viséen,

$\sigma_t = 0,16 \text{ daN.mm}^{-2}$  pour la craie blanche.

L'ensemble des résultats mesurés ( $\sigma_t$ ) ou déduits ( $\sigma_{tD}$  et  $\sigma_{tA}$ ) ont été reportés sur les figures 5.2 et 5.3. On note :

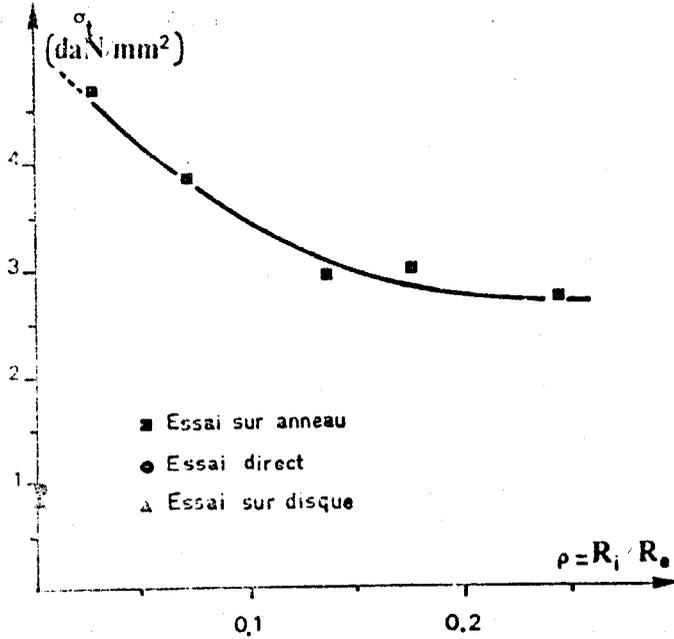


Figure 5.2

Comparaisons pour le calcaire fin viséen des résistances à la traction obtenues par le calcul classique.

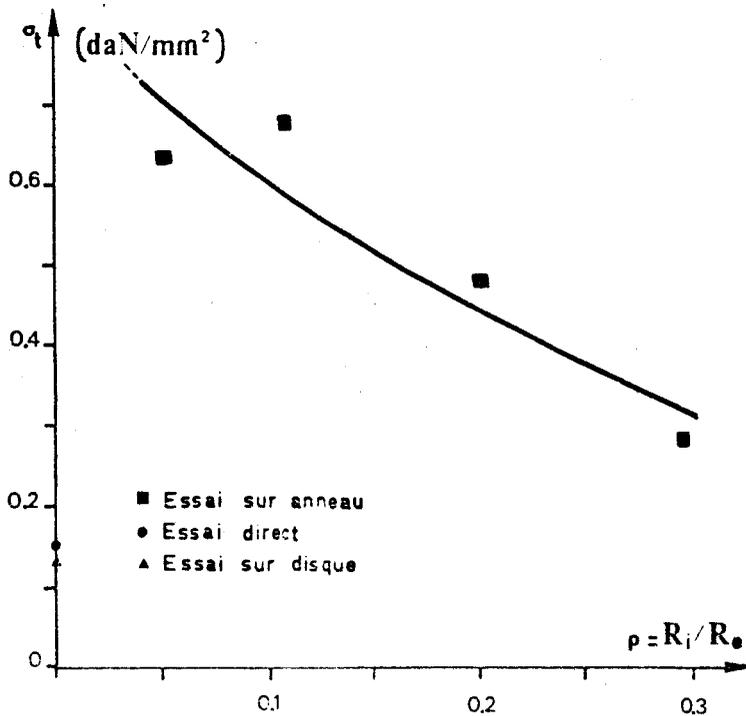


Figure 5.3

Comparaisons pour la craie des résistances à la traction obtenues par le calcul classique.



1. La bonne corrélation entre les valeurs des résistances à la traction directe et celles calculées à partir des essais sur disques pleins, bien que le volume testé soit différent dans l'un et l'autre cas.

2. Les valeurs de résistance à la traction obtenues par les essais sur anneaux en utilisant la formule 5.2 sont, par contre, *très supérieures* à la résistance à la traction directe. On note qu'elles diminuent lorsque  $R_i$  augmente, pour la craie comme pour le calcaire fin.

3. Lorsqu'on fait tendre  $R_i$  vers 0, la résistance à la traction obtenue par la formule 5.2 est *6 fois supérieure* à celle obtenue à partir de l'essai sur disque. On retrouve la contradiction soulignée précédemment.

### 5.3. Interpretation par la mécanique de la rupture.

L'interprétation de l'essai sur anneau n'est pas satisfaisante. La distorsion des résultats calculés par la formule 5.2 par rapport aux valeurs de la résistance à la traction directe, au moins pour les valeurs petites de rayon intérieur  $R_i$ , est trop forte pour que le modèle proposé classiquement soit bon. Nous examinerons donc les deux types d'essais Brésiliens qui seront donc réinterprétés en utilisant un modèle qui prend en compte les défauts du matériau.

#### 5.3.1 MODÈLES UTILISÉS ET VALEURS DE $K_{Ic}$

Dans le cas des essais Brésiliens, le mode de rupture est le mode 1 : les fissures se propagent dans le plan des charges appliquées sous l'effet des contraintes de traction perpendiculaire à ce plan.

Un modèle est proposé pour chacun des deux types d'essais Brésiliens (fig. 5.4) :

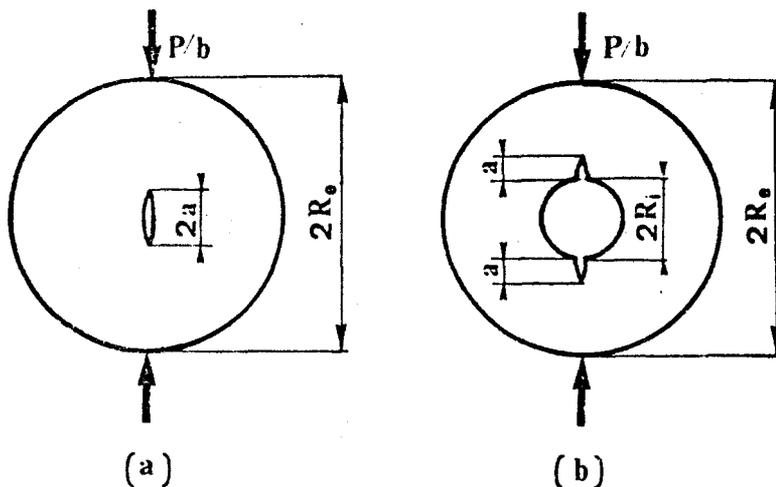


Figure 5.4  
Modèles utilisés en mécanique de la rupture pour l'essai Brésilien

- a. disque plein  
b. anneau.

- le disque plein comporte une fissure plane, centrée, de longueur  $2a$  dont le plan d'aplatissement concorde avec le plan des charges. La propagation s'effectue en mode 1.

- l'anneau comporte 2 fissures diamétralement opposées, au niveau du trou, de longueur  $a$  et dont le plan d'aplatissement concorde également avec le plan des charges.

L'avantage de ces deux modèles est double :

1. Si l'on fait tendre le rayon intérieur  $R_i$  de l'anneau vers zéro, on retrouve, par continuité de la distribution des contraintes, le modèle proposé pour le disque, les conditions aux limites étant alors identiques.

2. Les modèles choisis sont simples. Les configurations plus complexes n'ont pas reçu, à ce jour, d'approches théoriques de la répartition des contraintes.

La détermination expérimentale du facteur d'intensité critique de contrainte  $K_{1c}$  a été réalisée par des essais normalisés de flexion 3 points sur éprouvettes parallélépipédiques préentaillées, à entaille simple (voir paragraphe 2.2).

Les valeurs obtenues à partir de ces essais sont :

$$K_{1c} = 0,78 \text{ daN.mm}^{-3/2} \text{ pour la craie et}$$

$$K_{1c} = 3,75 \text{ daN.mm}^{-3/2} \text{ pour le calcaire fin.}$$

### 5.3.2 INTERPRÉTATION DE L'ESSAI SUR DISQUE PLEIN.

ISIDA | 95 | par des méthodes numériques, à partir de la méthode des potentiels complexes de KOLOSOV - MUKHELISHVILI, a calculé le facteur d'intensité de contrainte  $K_1$  pour le disque chargé diamétralement avec une fissure dans le plan des charges correspondant à la figure 5.4.a. Ses résultats permettent à la limite de relier  $K_{1c}$  à la longueur de fissure critique,  $2a_c$ , conduisant à la rupture brutale :

$$(5.3) \quad K_{1c} = \frac{t}{\sqrt{\pi}} \cdot \frac{P_c}{bR_e} \sqrt{a_c}$$

avec  $t$ , un facteur de concentration de contrainte donné par la figure 5.5, également d'après ISIDA | 95 |.

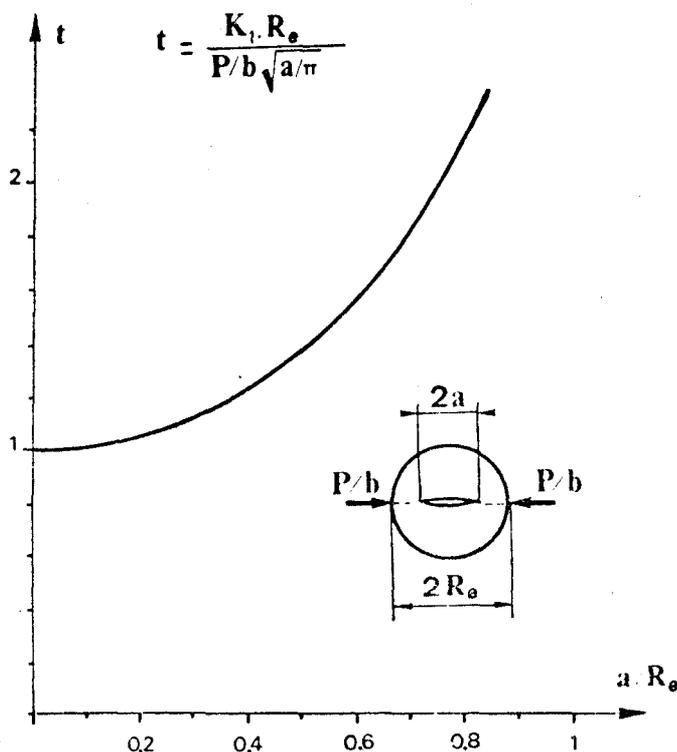


Figure 5.5  
Facteur de concentration de contrainte  $t$ . D'après ISIDA | 95 |.

On rapprochera cette expression 5.3, de  $K_{Ic}$ , de celle obtenue en problème plan avec un état de contrainte uniaxiale à l'infini [129] :  $K_{Ic} = \pi\sigma_c \sqrt{a_c}$ . Si la fissure est supposée ne pas se propager pendant l'essai, sa taille naturelle est la taille critique. On peut alors de façon probabiliste faire l'hypothèse que le défaut critique de l'essai de traction direct est identique à celui de l'essai Brésilien. Ainsi, dans le disque, la fissure serait soumise à un état de traction uniforme perpendiculairement à son plan. La contrainte de traction conduisant à la rupture serait :

$$(5.4) \quad \sigma'_{tD} = \frac{P}{\pi b R_e} \cdot t$$

La résistance à la traction  $\sigma'_{tD}$  donnée par l'expression 5.4 est proche de celle  $\sigma_{tD}$  donnée par l'expression 5.1 car le facteur  $t$  intervenant dans  $\sigma'_{tD}$  est voisin de 1 pour  $a_c/R_e < 0,3$  (fig. 5.5). Malgré cette similitude de résultats, il faut noter la différence fondamentale entre les théories conduisant aux deux valeurs  $\sigma_{tD}$  (5.1) et  $\sigma'_{tD}$  (5.4). La première,  $\sigma_{tD}$ , est obtenue en appliquant un critère en contrainte sur un défaut non évolutif, la seconde  $\sigma'_{tD}$  l'est en appliquant un critère donné par un bilan énergétique lié à la propagation d'une fissure.

### 5.3.3 INTERPRÉTATION DE L'ESSAI SUR ANNEAU

Il n'existe pas actuellement pour les essais Brésiliens sur anneaux de solution théorique au problème liant  $K_I$  à la longueur de fissure, à la géométrie de l'anneau et à la charge. JONES [99] a néanmoins proposé quelques résultats par une méthode inverse et comparative à partir d'essais classiques de  $K_{Ic}$  sur poutres et d'essais sur anneaux mais uniquement dans le cas où  $R_e/R_i$  est proche de 1, ce qui ne correspond pas à l'étude envisagée ici.

HARDY [67] propose une "solution analytique" du problème qui est en fait un calcul approché à partir des résultats de COTTERELL [178] et de BOWIE [14]. Sa solution n'est valable que pour des trous de petits diamètres.

Dans ce qui suit, nous construirons deux solutions approchées par des méthodes et résultats bibliographiques différents.

Pour ce problème, la solution doit être telle que, lorsque  $R_i$  tend vers 0 et lorsque  $a/R_i$  est grand (c'est à dire dans le cas d'un effet de trou minimal), on retrouve la solution de ISIDA [95]

Deux types de solutions peuvent être proposés :

#### Solution 1

Cette solution 1 est basée sur une similitude entre essais de plaques d'une part et essais sur disques et anneaux d'autre part. En effet, pour ce qui est des essais de plaques supposées infinies et soumises à une traction uniforme, l'expression du facteur d'intensité de contrainte  $K_I$  du modèle troué avec fissure (fig. 5.6.b : modèle de BOWIE [14]) est celui du modèle avec fissure unique (fig. 5.6.a) à une fonction  $F$  multiplicative près. Cette fonction  $F$  dépend seulement du rapport  $a/R_i$  (fig. 5.7). Dans le cas des essais Brésiliens, on passera de la même manière du modèle sur disque avec fissure (fig. 5.6.c : problème d'ISIDA [95]) au modèle de l'anneau avec une fissure (fig. 5.6.d) en multipliant le facteur  $K_I$  défini par ISIDA (formule 5.3) par la même fonction  $F(a/R_i)$ .

Cette approche permet donc d'écrire [76] :

$$(5.5) \quad K_{Ic} = t \cdot F\left(\frac{a_c}{R_i}\right) \cdot \frac{P_c}{\pi b R_e} \cdot \sqrt{a_c} \cdot \sqrt{\pi}$$

où  $t$  est le facteur de concentration de contrainte défini par ISIDA [95] (fig. 5.5) et  $F(a_c/R_i)$  la fonction de BOWIE [14] représentée dans la figure 5.7. Dans

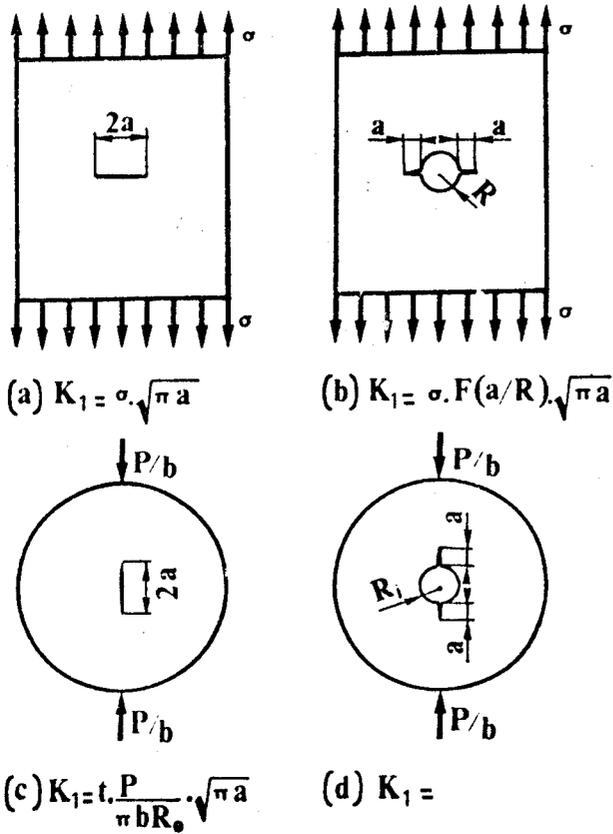


Figure 5.6

Analogie entre le problème des plaques infinies et le problème des disques et anneaux.

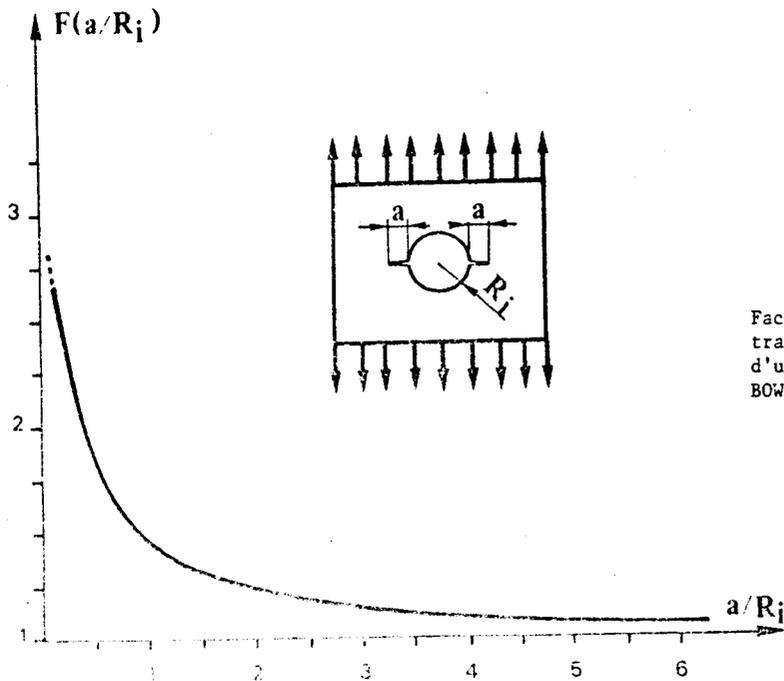


Figure 5.7

Facteur de concentration de contrainte F pour une plaque percée d'un trou avec fissure, d'après BOWIE [14].

cette formulation, on définira  $t$  pour une longueur de fissure égale à  $2(a_c + R_i)$ . La résistance à la traction, avec les mêmes hypothèses que pour l'essai sur disque plein, s'exprime par :

$$(5.6) \quad \sigma'_{tA} = t \cdot F \left\{ \frac{a_c}{R_i} \right\} \cdot \frac{P_c}{\pi b R_e}$$

Remarque : Cette approche va conduire nécessairement à des valeurs par défaut de la résistance à la traction. En effet, dans le cas de fissures de petites tailles la contrainte de traction n'est pas  $3\sigma_t$  comme dans le modèle de BOWIE mais  $6\sigma_t$ . Les valeurs obtenues dans de telles conditions seront donc d'autant plus faibles que le trou sera plus grand. Rappelons que la contrainte en bord de trou est  $k\sigma_t$  avec  $k = k(\rho) = k(R_i/R_e)$ , fonction croissante de  $R_i/R_e$ .

#### Solution 2

Cette solution prend en compte la remarque ci-dessus : la fonction  $F(a_c/R_i)$  est remplacée par la fonction  $G$  qui possèdera les propriétés suivantes :

- lorsque  $a_c/R_i$  tend vers 0,  $G$  tend vers  $k$ ,
- lorsque  $a_c/R_i$  tend vers l'infini,  $G$  tend vers 1, ce qui permet de retrouver la solution d'ISIDA.

$G$  sera obtenue en effectuant une affinité sur la courbe représentative de la fonction  $F$  de BOWIE soit :

$$(5.7) \quad G \left\{ \frac{a}{R_i}, \frac{R_i}{R_e} \right\} = 1 + \frac{k-1}{2} (F - 1)$$

La fonction  $\frac{P}{\pi b R_e} \frac{K_1}{\sqrt{a} \pi}$  est représentée dans la figure 5.8, pour les

solutions 1 et 2. On remarque que les solutions 1 et 2 sont proches dans le cas de petits trous ( $R_i/R_e < 0,2$ ) et pour des longueurs de fissures  $a/R_i$  supérieures à 2. Dans le cas où les fissures sont courtes  $a/R_i < 2$  ces deux solutions s'écartent d'autant plus que le rayon du trou intérieur augmente. Ceci provient de la concentration de contrainte  $K$  en bord de trou qui croît rapidement avec le rayon intérieur et qui est prise en compte dans la solution 2 et pas dans la solution 1.

#### Comparaison avec la solution de HARDY

A partir de la distribution de contraintes dans une plaque infinie soumise en traction et en compression et percée d'un trou avec fissure radiale, HARDY a construit une "solution analytique" approchée et présente ces résultats sous la forme

$$\frac{P}{\pi b R_e} \frac{K_1}{\sqrt{R_i} \pi} \text{ en fonction de } a/R_i \text{ (fig. 5.9) pour } R_i/R_e = 0,1. \text{ Il donne}$$

également les résultats d'un calcul par éléments finis.

Les deux solutions 1 et 2 proposées pour  $R_i/R_e = 0,1$  sont également reportées dans cette figure 5.9.

On remarque que :

(1) la solution 1 pour des petites longueurs de fissures passe de la même allure et les mêmes faiblesses que la solution approchée de HARDY : ceci provient du fait que le facteur de concentration de contrainte en bord de trou en l'absence de fissure est pris égal à 3. Pour des longueurs de fissure  $a/R_i$  supérieures à 2, la solution 1 semble plus réaliste que celle de HARDY.

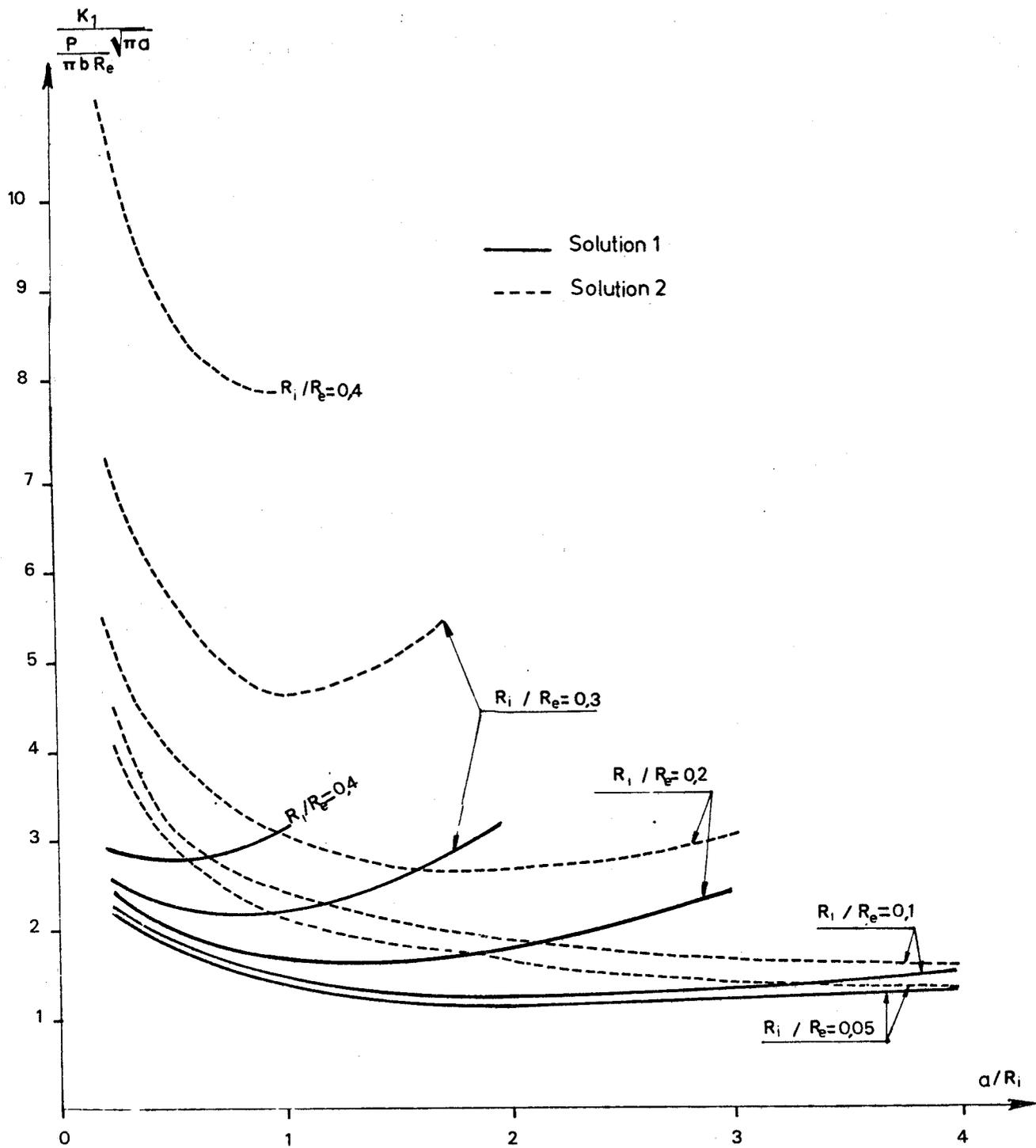


Figure 5.8

Valeur du facteur de forme  $\frac{K_1}{\frac{P}{\pi b R_e} \sqrt{\pi a}}$  en fonction de  $a/r_i$



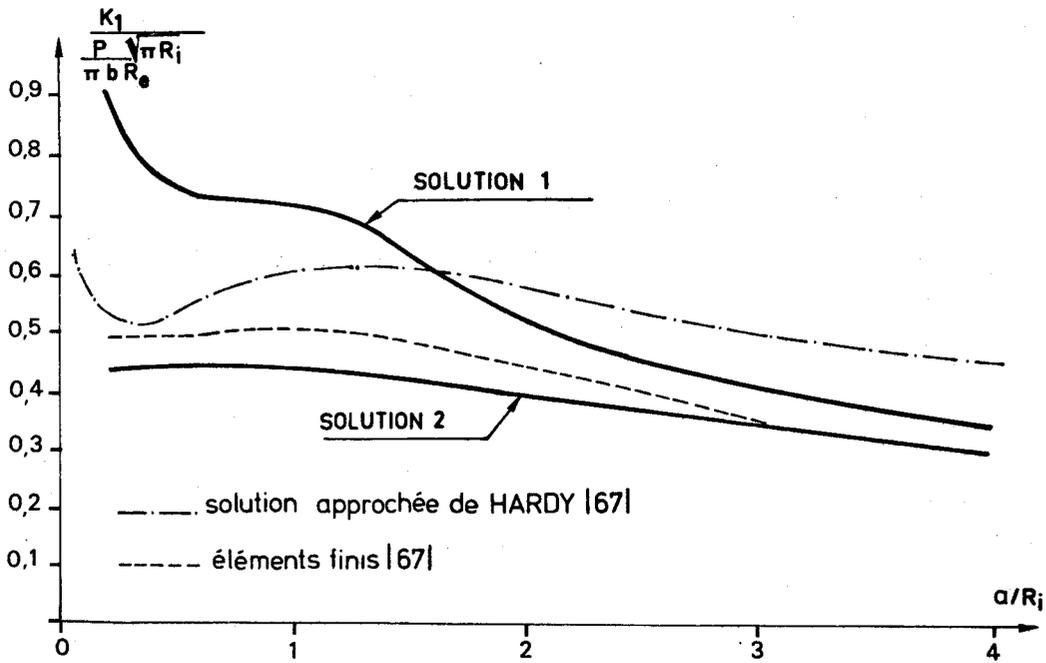


Figure 5.9  
 Comparaison des différentes solutions pour le facteur de forme  $K_1$  en fonction de  $a/R_i$  ( $R_i/R_e=0,1$ )  $\frac{K_1}{\frac{P \sqrt{\pi R_i}}{\pi b R_e}}$

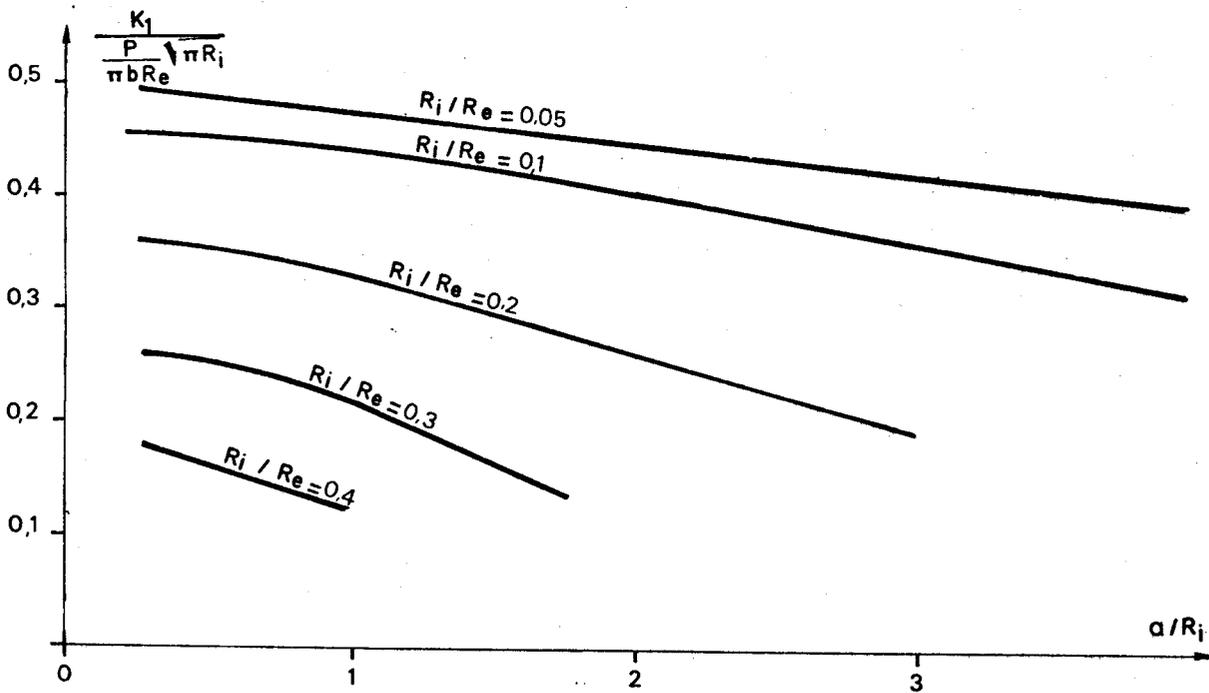


Figure 5.10  
 Valeur du facteur de forme  $K_1$  en fonction de  $a/R_i$  (Solution 2).  $\frac{K_1}{\frac{P \sqrt{\pi R_i}}{\pi b R_e}}$



(2) la solution 2 est très proche de celle calculée par éléments finis et par conséquent rend mieux compte des états de contrainte en tête de fissure pour toute longueur de fissure.

La figure 5.10 représente les variations de  $\frac{K_1}{\frac{P}{\pi b R_e} \sqrt{R_i \pi}}$  en fonction de  $a/R_i$  pour différents rapports  $R_i/R_e$ .

### 5.3.4 EXPLOITATION DES RÉSULTATS - INTERPRÉTATION PAR LA MÉCANIQUE DE LA RUPTURE

L'interprétation par la mécanique de la rupture des deux types d'essais conduit à utiliser :

. la formule 5.4  $\sigma'_{tD} = \frac{P_c}{\pi b R_e} \cdot t$  pour le disque plein,

. la formule 5.6  $\sigma'_{tD} = \frac{P_c}{\pi b R_e} \cdot t \cdot F\left(\frac{a_c}{R_i}\right)$  pour l'anneau dans le cas de la solution (1),

. la formule 5.6  $\sigma'_{tA} = \frac{P_c}{\pi b R_e} \cdot t \cdot G\left(\frac{a_c}{R_i}, \frac{R_i}{R_e}\right)$  pour l'anneau dans le cas de la solution (2).

Les termes  $t$ ,  $t \cdot F(a_c/R_i)$  et  $t \cdot G(a_c/R_i, R_i/R_e)$  sont déterminés par itérations successives à partir des figures 5.1, 5.5 et 5.7 et des formules de  $K_{1c}$  :

(5.3)  $K_{1c} = t \cdot \frac{P_c}{b R_e} \sqrt{\frac{a_c}{\pi}}$  pour l'essai sur disque plein,

(5.5)  $K_{1c} = t \cdot F\left(\frac{a_c}{R_i}\right) \frac{P_c}{\pi b R_e} \sqrt{a_c} \sqrt{\pi}$  pour l'essai sur anneau (solution 1),

$K_{1c} = t \cdot G\left(\frac{a_c}{R_i}, \frac{R_i}{R_e}\right) \cdot \frac{P_c}{\pi b R_e} \sqrt{a_c} \sqrt{\pi}$  pour l'essai sur anneau (solution 2).

Les valeurs de  $K_{1c}$  sont obtenues par l'essai normalisé de flexion. Les calculs conduisent à la détermination de la longueur théorique de la fissure critique conduisant à la rupture brutale. Les résultats pour les deux types de roches calcaires sont donnés dans les tableaux 5.4 et 5.5.

On peut noter que la solution 1 conduit à des longueurs de fissures sensiblement croissantes avec le rapport  $\rho = R_i/R_e$  alors que la solution 2 montre des longueurs de fissures indépendantes de  $\rho$ .

	DISQUE PLEIN	ANNEAU									
		SOLUTION 1					SOLUTION 2				
$\rho$		0,018	0,073	0,126	0,178	0,232	0,018	0,073	0,126	0,178	0,232
$\frac{a_c}{(mm)}$	5,2	5,4	7	10,2	8,7	10,8	5,3	5,5	5,2	calcul	
$\frac{P_c}{(kg/cm^2)}$	0,92	0,91	0,81	0,67	0,71	0,66	0,91	0,91	0,91	impossible.	

Tableau 5.4

Résultats des essais Brésiliens (disques et anneaux) pour le calcaire viséen : approche par la mécanique de la rupture.

	DISQUE PLEIN	ANNEAU							
		SOLUTION 1				SOLUTION 2			
		0,057	0,108	0,201	0,294	0,057	0,108	0,201	0,294
$\sigma_t$ (MPa)	7,2	8,4	7,9	10,1	calcul	6,9	6,8	5,7	calcul
$\sigma_t$ (daN/mm <sup>2</sup> )	0,164	0,152	0,156	0,135	impossible.	0,167	0,168	0,18	impossible.

Tableau 5.5

Résultats des essais Brésiliens (disques et anneaux) pour la craie : approche par la mécanique de la rupture.

En calculant les longueurs critiques dans le cas de l'anneau, on s'aperçoit que les très petites fissures en bord de trou et parallèles au plan des charges ne sont pas stables : les contraintes de traction élevées en bord de trou ont tendance à les faire se propager, puis comme ces contraintes diminuent fortement en s'éloignant du trou, les fissures, instables, acquièrent en s'allongeant une stabilité. Lorsque les longueurs de fissures critiques sont déterminées, les résistances à la traction données par les formules 5.4, 5.6 et 5.6' sont calculées. Les résultats sont figurés dans les tableaux 5.4 et 5.5 et reportés dans les figures 5. et 5. Deux remarques s'imposent à la lecture des résultats :

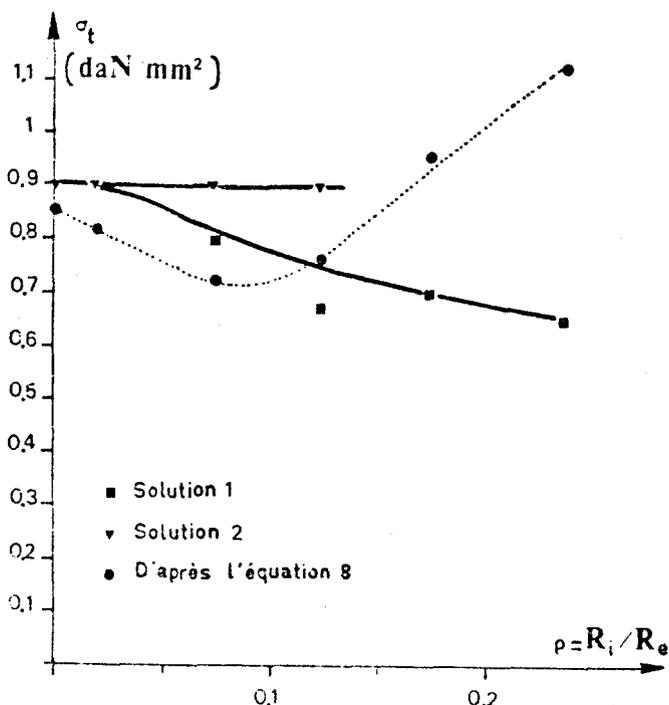


Figure 5.11

Valeurs de la résistance à la traction obtenues par la mécanique de la rupture pour le calcaire fin viséen.

1) pour  $\rho < 0,1$ , c'est à dire pour des petits trous, il y a une excellente corrélation statistique entre la valeur de la résistance à la traction directe et celles calculées pour l'anneau par les deux solutions 1 et 2.

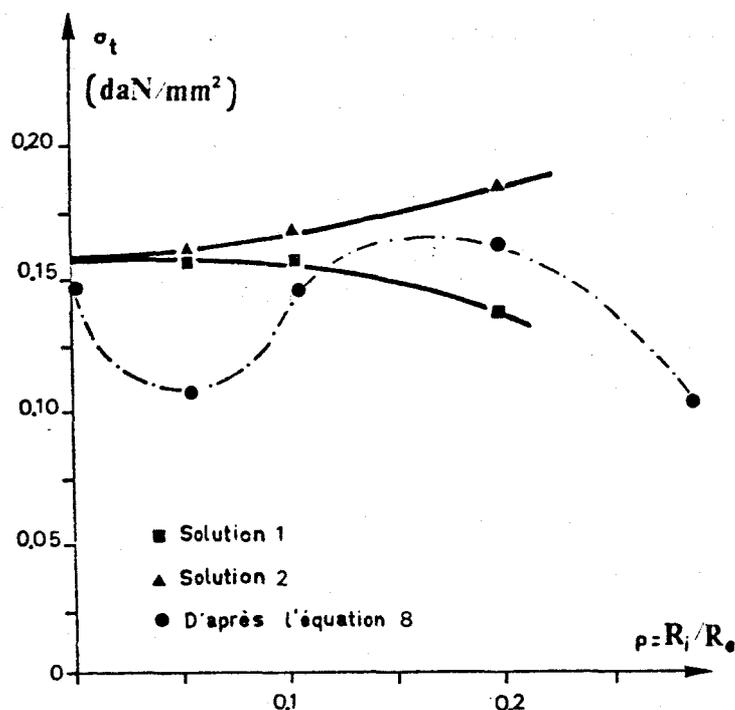


Figure 5.12

Valeurs de la résistance à la traction obtenues par la mécanique de la rupture pour la craie.

2) pour  $\rho > 0,1$  :

(i) la solution 1 donne des résultats *par défaut*. Cette solution, comme nous l'avons précisé plus haut, ne tient pas assez compte de la concentration de contrainte élevée en bord de trou.

(ii) la solution 2 donne des résultats constants pour le calcaire fin (fig. 5.11) ou légèrement croissants pour la craie (fig. 5.12). Pour des valeurs de  $\rho > 0,2$ , il n'est généralement plus possible de trouver une longueur de fissure *en limite de stabilité* : cette solution donne en effet une part trop grande à la concentration de contrainte au bord des lèvres de la fissure.

Si on se fixe des rapports  $\rho = R_i/R_e < 0,2$ , la solution 2 donne de meilleurs résultats que la solution 1. La solution théorique, non connue actuellement, conduirait à définir une fonction obéissant aux mêmes conditions limites que la fonction G mais conduisant à des valeurs intermédiaires à celles données par F et G.

L'interprétation en termes de mécanique de la rupture des essais sur disque ou sur anneau, conduit à des valeurs de la résistance à la rupture très proches de celles données par l'essai de traction directe. Les modèles proposés paraissent plus adaptés que le modèle classique jusqu'ici utilisé. Il faut néanmoins souligner que cette nouvelle méthode de dépouillement des essais Brésiliens nécessite la connaissance du facteur d'intensité critique de contrainte  $K_{Ic}$ , facteur obtenu par des essais normalisés très soignés. Cette approche peut paraître contradictoire puisqu'on a l'habitude de considérer l'essai Brésilien comme rapide, peu coûteux et d'interprétation facile.

Dans l'optique de la simplicité, on peut proposer l'utilisation, pour l'interprétation de l'essai sur anneau, d'une formule du type :

$$(5.8) \quad \sigma_t = k' \cdot \frac{P_c}{\pi b R_e} \quad \text{avec } k' \text{ facteur dépendant de } \rho = R_i/R_e \text{ et}$$

respectant, comme le proposent HAWKES et MELLOR [116], la condition  $k'(0) = 1$  afin d'avoir continuité entre l'essai sur anneau et l'essai sur disque plein. Les figures 5.11 et 5.12, à côté des solutions 1 et 2 préconisées donnent des résultats relatifs à l'emploi de cette formule 5.8 en utilisant  $k' = k - 5$ , ce qui revient à translater la courbe de la figure 5.1.

Les valeurs de la résistance alors obtenues sont assez proches de la résistance à la traction ; l'erreur n'est pas connue et dépend essentiellement de la valeur expérimentale  $P_c$ .

Il faut néanmoins noter que la formule 5.8 ne repose sur aucune approche théorique mais sur des remarques expérimentales.

### 5.3.4 CONCLUSIONS ET CRITIQUES

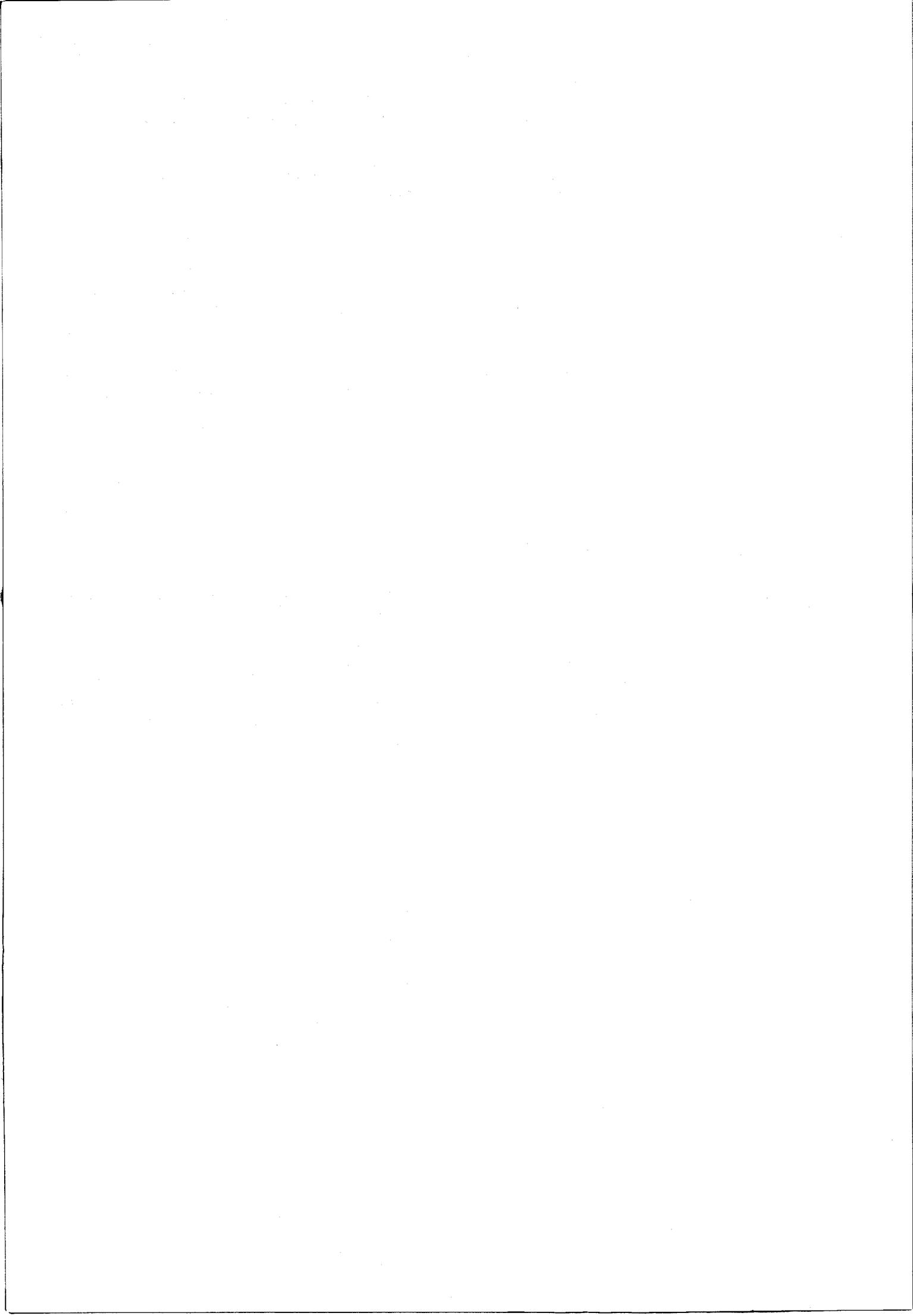
La mécanique de la rupture permet d'interpréter plus précisément les essais Brésiliens sur disque et sur anneau. Les valeurs de la résistance à la rupture alors calculées sont très proches de celles obtenues par traction directe. Toutefois, les solutions ne sont toujours qu'approchées et *valables pour des rapports  $R_i/R_e$  inférieurs à 0,1*.

Cette interprétation nécessite la connaissance de  $K_{1c}$ , facteur d'intensité de contrainte critique, obtenu par un essai de flexion trois points sur poutre préentaillée, un essai beaucoup plus délicat et coûteux que l'essai Brésilien lui-même. Sur ce point *expérimental* réside donc une contradiction, car l'essai Brésilien est défini comme étant rapide et peu coûteux.

Pour les roches calcaires à granulométrie fine et peu fissurées, le dépouillement classique de l'essai Brésilien sur disque plein conduit à des valeurs de résistance à la traction peu différentes de celles obtenues en utilisant les résultats de la mécanique de la rupture, ce qui n'est pas le cas de l'essai sur anneau.

Néanmoins, la mécanique de la rupture qui tient compte des défauts réels du matériau et de leur évolution est la seule approche théorique satisfaisante, même si toutes les solutions ne sont pas encore connues.

L'hypothèse, selon laquelle en condition de rupture, les longueurs critiques des défauts dans les essais Brésiliens et directs sont du même ordre, est très restrictive et demande de nombreuses vérifications ; ces longueurs critiques sont en effet atteintes après une période d'évolution qui dépend du milieu environnant et des champs de contrainte (voir chapitre 6) et de la façon dont l'essai est lui-même exécuté.



## Chapitre 6.

### APPLICATIONS DIRECTES DE LA FISSURATION

#### LENTE.

Les courbes  $V = V(K_1)$  sont des courbes intrinsèques de comportement d'une fissure créée dans un matériau donné, dans un environnement défini. A partir de ces courbes, les relations entre quelques caractéristiques mécaniques telles que contrainte de rupture en traction et vitesse de déformation, et temps à la rupture et charge appliquée, peuvent être explicitées ou déduites.

Il est cependant nécessaire de préciser les limites de la signification d'un tel essai de fissure provoquée, propagée dans un mode I de traction. On suppose en premier lieu que l'évolution des défauts propres à la roche peut être représentée par l'évolution de la fissure provoquée et guidée. Il s'agit d'une première approximation car l'interaction entre fissure guidée et petits défauts de la roche n'est pas identique à l'interaction des défauts seuls. Par ailleurs, le comportement de la roche à la rupture sera déterminé en seconde approximation par l'évolution de son défaut le plus défavorable en taille et en position. Il faut donc supposer que l'évolution d'un tel défaut est identique à celle de la fissure étudiée.

Avec de telles hypothèses, on peut calculer la relation théorique devant exister entre la contrainte de rupture et la vitesse de déformation ou entre la contrainte appliquée et le temps nécessaire pour obtenir la rupture. Ces calculs seront comparés aux résultats des essais de traction (traction indirecte par flexion).

### 6.1 Relation entre la contrainte de rupture et la vitesse de déformation.

#### 6.1.1 CALCUL DE LA RELATION ENTRE LA CONTRAINTE DE RUPTURE EN TRACTION ET LA VITESSE DE DÉFORMATION.

La vitesse de mise en charge ( $\dot{\sigma}$ ) ou la vitesse de déformation ( $\dot{\epsilon}$ ) influent beaucoup (ch. 1) sur la résistance à la rupture en compression et en traction. Généralement, cet effet est relié à une déformation plastique du matériau. L'interprétation peut être autre. En effet, la croissance de la résistance à la traction en fonction de la vitesse de déformation peut être interprétée en termes de fissuration, en fonction des contraintes en tête de fissure et du milieu environnant. Qualitativement, dans un essai très rapide, on peut avancer que le  $K_1$  des défauts naturels croît rapidement. Le plus grand défaut sera critique sans pour cela avoir évolué en taille.

Par contre, dans le cas d'un essai lent, un défaut dont le  $K_1$  atteint le seuil du  $K_{1esc}$ , va évoluer, la vitesse de chargement influant peu dans ce cadre. Les défauts vont croître selon les lois expérimentales  $V = V(K_1)$ . Lorsque la va-

leur de  $K_{1c}$  est atteinte, après une évolution lente et concomittente de la contrainte externe et de la longueur des défauts, la fissure aura une taille beaucoup plus grande, ce qui diminue d'autant la résistance à la traction ainsi que l'indique l'équation 4.1.

L'évolution du plus grand défaut obéit à la dérivée de l'équation  $K_1 = Y \sigma \sqrt{a}$  traduisant l'état de contrainte en tête de fissure ; après quelques petites transformations et sachant que la vitesse  $V$  est égale à  $da/dt$ , l'équation différentielle du mouvement est :

$$(6.1) \quad V(K_1) \frac{dK_1}{da} = Y \dot{\sigma} \sqrt{a} + \frac{K_1 V(K_1)}{2a}$$

Si la machine ne travaille pas à  $\dot{\sigma} = \text{constante}$ , mais à une vitesse de déformation ( $\dot{\epsilon}$ ) constante, il faut supposer que le matériau a un comportement linéaire jusqu'à la rupture, ce qui n'est évidemment pas vérifié dans l'absolu puisqu'il y a fissuration. Si l'on admet cette première approximation, le terme  $\dot{\sigma}$  de l'équation 6.1 peut alors être remplacé par  $E\dot{\epsilon}$ .

Cette équation peut être intégrée dans le cas où  $V$  est égal à  $b.K_1^n$ . L'exposant  $n$  a toujours des valeurs importantes, aussi dans l'intégration de l'équation différentielle les termes  $(K_{1csc}/K_{1c})$  a une puissance de l'ordre de  $n$  pourront être négligés car leurs valeurs sont proches de zéro. La solution proposée par WIEDERHORN et al [196] est :

$$(6.2) \quad \sigma^{n+1} = 2(n+1) \dot{\sigma} \cdot \sigma_{1c}^{n-2} / b.Y^2 K_{1c}^{n-2} (n-2)$$

Si l'on utilise maintenant la relation expérimentale  $V = V(K_1)$  et lorsque celle-ci ne peut se mettre sous la forme de puissance de  $K_1$ , il faut intégrer numériquement l'équation différentielle (6.1) : les relations  $K_1 = K_1(a, \dot{\sigma})$  sont d'abord établies en fonction de  $\dot{\sigma}$ . Puis le critère de GRIFFITH est appliqué et la longueur critique  $a_c$  de fissure est calculée :  $K_{1c} = K_1(a_c, \dot{\sigma})$ . A travers cette dernière relation, la valeur de la longueur critique de fissure est déduite en fonction de la vitesse de chargement  $\dot{\sigma}$ . On remarque que la longueur de fissure critique croît effectivement lorsque la vitesse de chargement décroît. La résistance à la traction est alors calculée par l'équation 4.1.

### 6.1.2 COMPARAISON AVEC LES RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

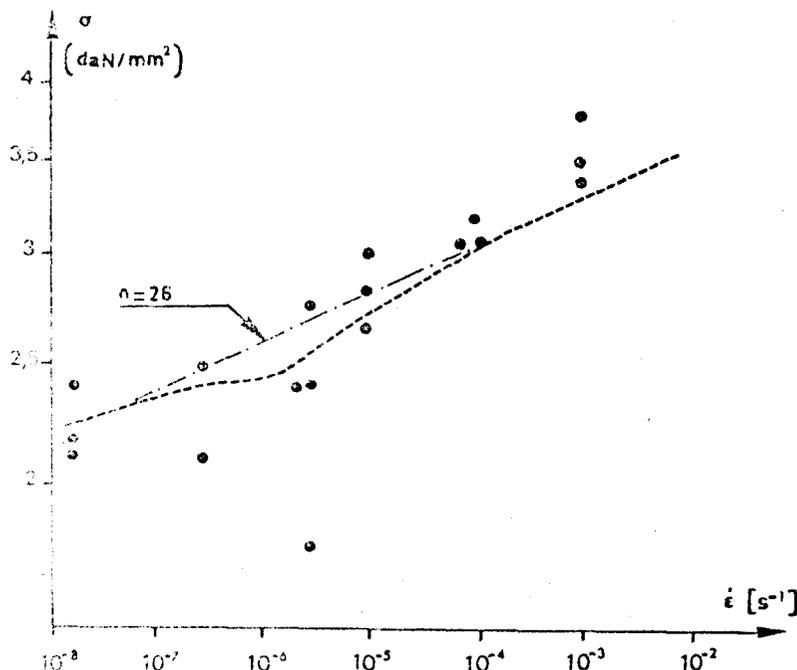


Figure 6.1

Relation entre la contrainte de rupture en traction et la vitesse de déformation pour la micrite c dans l'eau. Les résultats déduits des courbes  $V = V(K_1)$  sont reportés en traits mixtes (d'après l'équation 6.2) et en traits pointillés (intégration numérique).

Les valeurs de la résistance à la rupture calculées précédemment ont été confrontées avec celles obtenues par essai de flexion 3 points (fig. 2.17). Les valeurs de la résistance à la traction et de la vitesse de déformation ont été calculées sur la fibre la plus chargée.

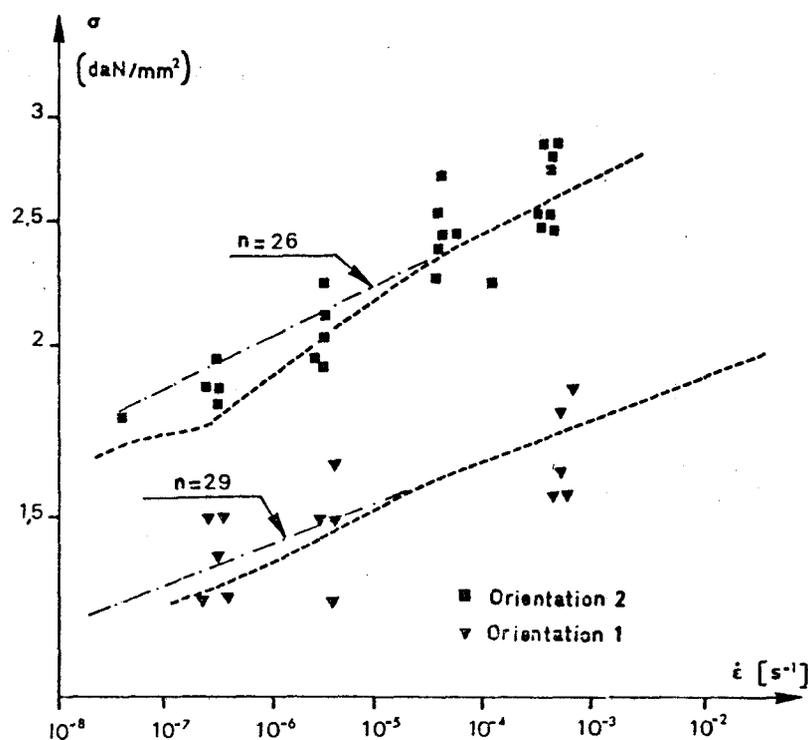


Figure 6.2

Relation entre la contrainte de rupture en traction et la vitesse de déformation pour le marbre A dans l'eau. Les résultats déduits des courbes  $V = V(K_1)$  sont reportés en traits mixtes (d'après l'équation 6.2) et en traits pointillés (intégration numérique).

Une première série d'essais a été effectuée sur la micrite c et le marbre A, dans l'eau, afin de comparer les résultats par les deux méthodes. Sur les figures 6.1 et 6.2, sont représentées en traits mixtes les pentes  $1/(n+1)$  correspondant aux essais  $V = V(K_1)$  et en traits pointillés le calcul numérique de l'équation différentielle 6.1. On note que :

(a) il y a corrélation étroite entre les valeurs expérimentales de la résistance à la traction en fonction de la vitesse de déformation et les mêmes valeurs déduites des courbes de vitesse de fissuration par l'intermédiaire de l'équation (6.2) ;

(b) la dissociation de la droite  $\ln \sigma = (\ln \dot{\epsilon}) / (n+1) + \text{constante}$ , et de la courbe issue de l'intégration numérique, dans le cas d'essais dans l'eau, correspond au palier de la courbe  $V = V(K_1)$  (partie II). Cette dissociation se produit pour des vitesses de déformation comprises entre  $10^{-6}$  et  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , les valeurs réelles correspondant à l'intégration numérique étant inférieures à celles en liaison avec la pente  $1/(n+1)$ . Par contre, pour des vitesses de déformation inférieures à  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ , il semble que la variation de contrainte soit beaucoup moins sensible à la vitesse de déformation, ce qui revient à dire que dans le diagramme  $V - K_1$  la pente de la partie I (exposant  $n$ ) doit être importante.

(c) En comparant de façon précise les points expérimentaux et la pente  $1/(n+1)$  déduite des essais de fissuration lente, il apparaît que la droite, qui correspond le mieux aux valeurs expérimentales a une pente qui conduit à des valeurs de  $n$  plus faibles. Cette divergence entre les résultats déduits directement des courbes  $V = V(K_1)$  et les résultats expérimentaux peut s'interpréter aisément à partir des hypothèses émises en début de ce chapitre sur la façon de calculer cette droite : le calcul n'utilise que l'évolution d'un seul défaut, alors que dans la réalité toutes les fissures ayant un  $K_1$  supérieur à  $K_{1csc}$  vont évoluer et surtout interagir, et diminuer par conséquent la contrainte de rupture.

Ceci doit être d'autant plus sensible que la vitesse de déformation est faible, ce qui est observé dans la figure 6.1.

Une seconde série d'essais sur une craie dans l'eau, l'octanol et le propanol (fig. 6.3) a permis de confirmer les points (a) et (b) et surtout (c).

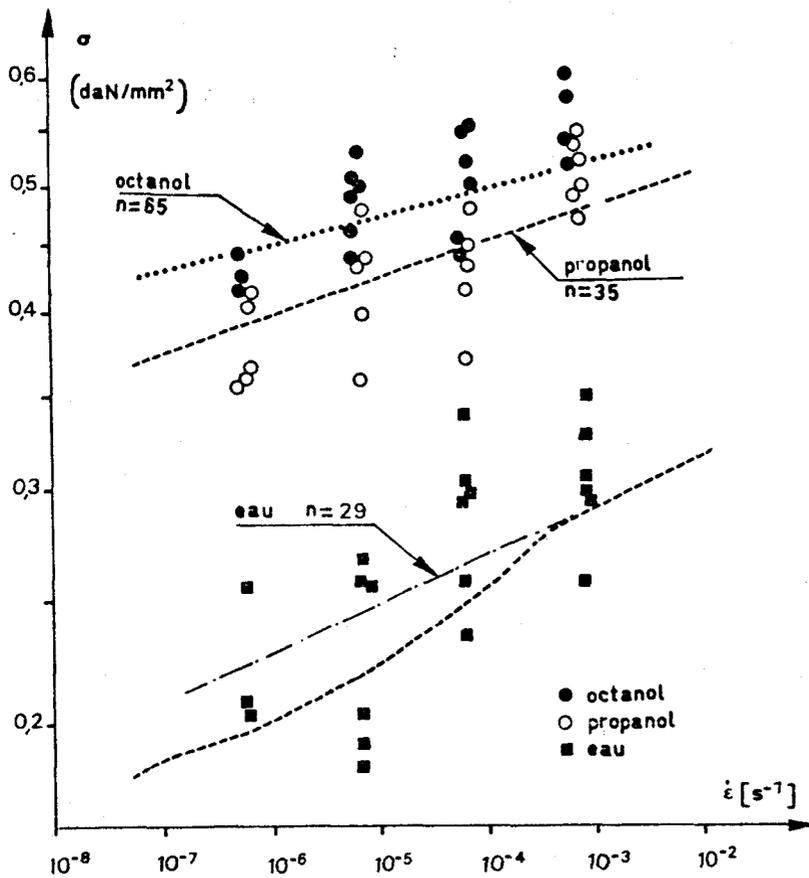


Figure 6.3

Relation entre la contrainte de rupture en traction et la vitesse de déformation pour la craie 11 dans l'eau, le propanol et l'octanol. Les résultats déduits des courbes  $V = V(K_1)$  sont reportés en traits discontinus.

### 6.1.3 DÉTERMINATION INDIRECTE DE LA LOI $V = V(K_1)$ POUR UN ENVIRONNEMENT DONNÉ

Puisqu'il y a une bonne corrélation entre les valeurs de la résistance à la traction obtenues par flexion trois points et les valeurs de résistance à la traction déduites des essais de fissuration lente, les essais de flexion peuvent donner une idée des lois  $V = V(K_1)$  et par conséquent traduire l'influence de l'environnement.

Sur la micrite d, le marbre A et la craie 13, une série d'essais de flexion a été effectuée à vitesse variable sur éprouvettes sèches puis saturées (benzène, méthanol et eau) et enfin dans l'eau pour des températures de 50°C et 80°C. Les résultats de ces essais sont reportés dans les figures 6.4, 6.5 et 6.6 en échelle Log-Log. Dans ces figures, sont également tracées les droites de pente  $1/(n+1)$  correspondant aux points expérimentaux et les valeurs de n sont données au travers de ces différents essais, on notera l'influence du milieu sur les valeurs de la résistance à la traction, et d'autant plus marquée que la vitesse de déformation est faible. En outre, pour les faibles vitesses ( $\dot{\epsilon} \approx 10^{-7} s^{-1}$ ) la résistance à la traction ne semble pas, pour les essais effectués dans un liquide donné, se stabiliser : une valeur inférieure de la résistance à la traction n'a pu être déterminée expérimentalement, ce qui revient à dire que le  $K_{1csc}$  n'a pu être déterminé indirectement.

Dans la figure 6.7, les valeurs de n sont reportées en fonction de la constante diélectrique des liquides. Une fois encore nous remarquerons que n di-

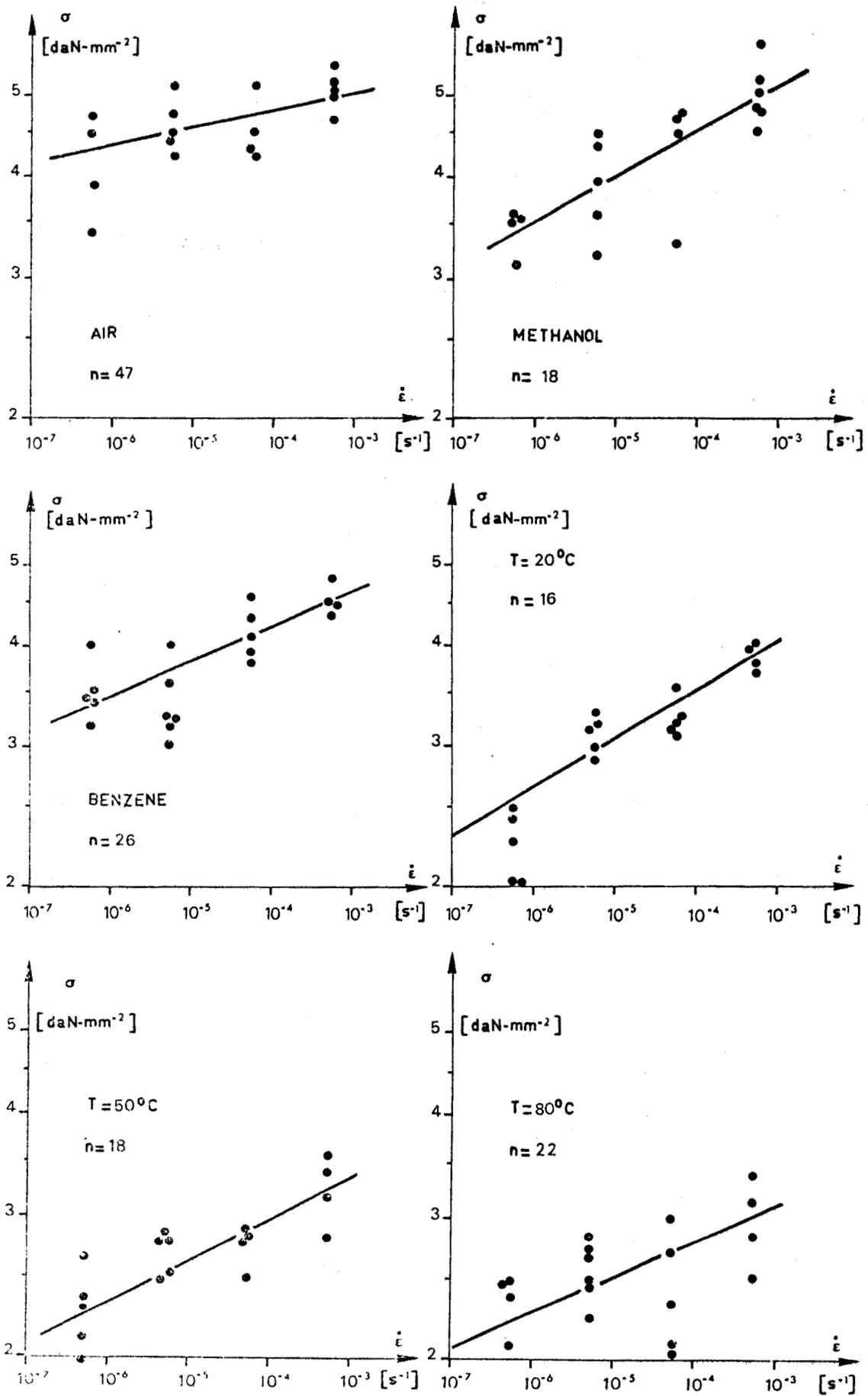


Figure 6.4

Relation entre la contrainte de rupture en traction et la vitesse de déformation pour la micrite d dans l'air, le méthanol, le benzène et l'eau pour trois températures. Les valeurs de n sont celles correspondant à la droite en trait continu.



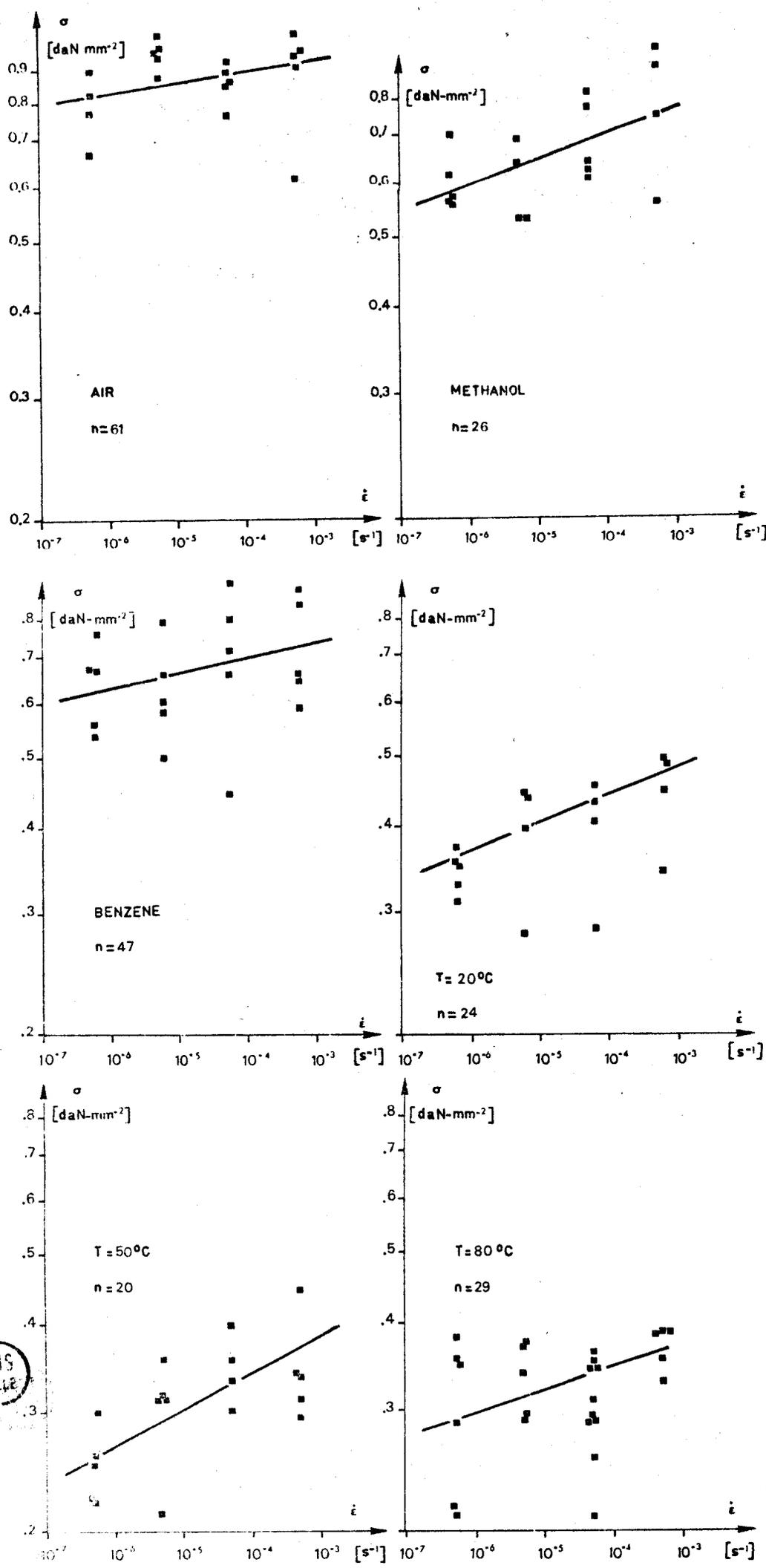


Figure 6.6  
Relation entre la contrainte de rupture en traction et la vitesse de déformation pour la craie 13 dans l'air, le méthanol, le benzène et l'eau pour trois températures. Les valeurs de n sont celles correspondant à la droite en trait continu.



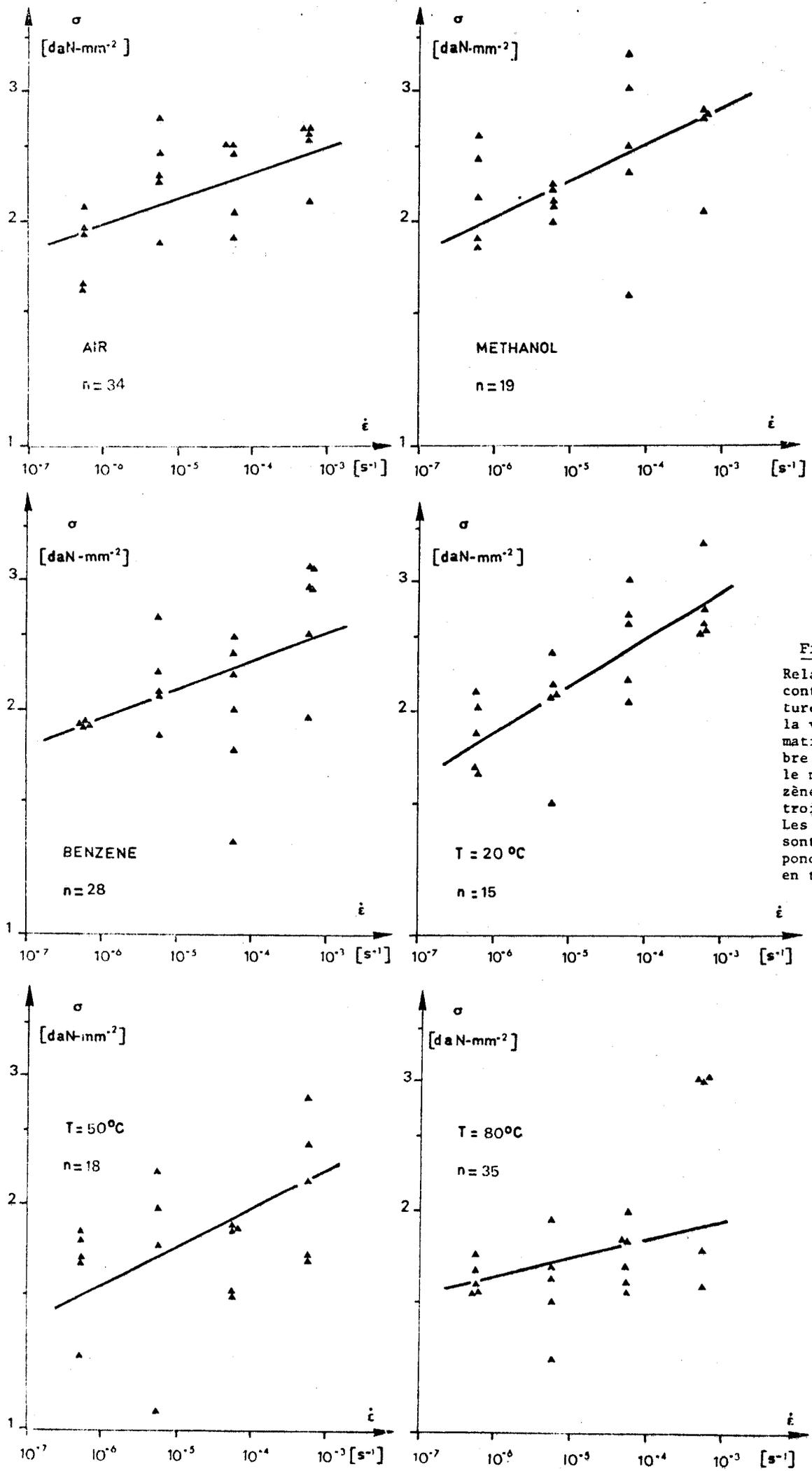


Figure 6.5  
Relation entre la contrainte de rupture en traction et la vitesse de déformation pour le marbre A dans l'air, le méthanol, le benzène et l'eau pour trois températures. Les valeurs de n sont celles correspondant à la droite en trait continu.



minue lorsque la constante diélectrique augmente ; cependant, si l'on compare ces résultats à ceux de la figure 3.16, une légère divergence apparaît : les valeurs de  $n$  pour un liquide donné, sont plus faibles dans le cas des essais de flexion, que celles données par les essais de fissuration. L'explication de cette divergence a été donnée au paragraphe 6.1.2 (remarque c)

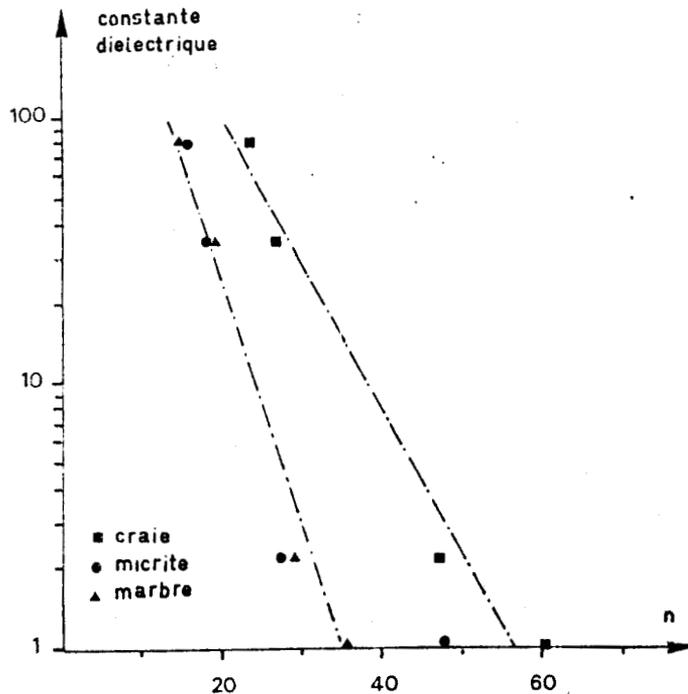


Figure 6.7

Relation entre la constante diélectrique du liquide et l'exposant  $n$ , déduite des essais de flexion 3 points sur éprouvettes non entaillées.

En ce qui concerne les essais en température, trois points essentiels doivent être soulignés.

1. Pour des températures de 50 et 80°C, l'abaissement rapide des résistances à la traction à des vitesses de déformation  $\dot{\epsilon}$  de l'ordre de  $10^{-6}$  à  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$  abaissement correspondant au palier II des courbes  $V = V(K_1)$  ne s'observe plus.

2. La valeur  $n$  des droites semble augmenter avec la température, ce qui par contre n'avait pu être mis clairement en évidence dans les essais de fissuration lente.

3. La contrainte de rupture diminue légèrement avec la température, ce qui est en accord avec l'activation thermique de la fissuration lente mise en évidence au chapitre 3.3.

## 6.2 Fatigue statique.

La notion de temps à la rupture rend compte de la durée de vie du matériau sous une contrainte constante de traction appliquée (fatigue statique).

### 6.2.1 DÉTERMINATION DE LA RELATION CONTRAINTE APPLIQUÉE - TEMPS À LA RUPTURE

Lorsqu'une contrainte de traction  $\sigma_a$  est appliquée rapidement au matériau, le  $K_1$  du plus grand défaut atteint la valeur de  $K_{1a} = Y\sigma_a \cdot a_0$  ( $a_0$  étant la demi-longueur du défaut naturel le plus défavorable) sans propagation lente

notable. A ce stade, si l'on maintient la charge constante et si  $K_{1a} > K_{1csc}$ , la fissure se propage conformément au diagramme  $V = V(K_1)$ . Le temps à la rupture est défini par [43] :

$$(6.3) \quad t = \frac{2}{\sigma_a^2 Y^2} \int_{K_{1a}}^{K_{1c}} \frac{K_1 dK_1}{V(K_1)}$$

L'intégrale est calculée numériquement en utilisant la relation expérimentale  $V = V(K_1)$ . Si la simplification de courbe  $V = bK_1^n$  est adoptée, l'intégrale vaut alors [196] :

$$(6.4) \quad t = \frac{2}{b(n-2)\sigma_a^2 Y^2} \cdot K_{1a}^{2-n}$$

soit avec  $K_{1a} = Y\sigma_a \sqrt{a_0}$  :

$$(6.5) \quad t = \frac{2}{b(n-2)Yn a_0^{\frac{n-2}{2}}} \cdot \frac{1}{\sigma_a^n}$$

En diagramme Log-Log, la relation entre le temps nécessaire  $t$  pour obtenir la rupture et la contrainte appliquée  $\sigma_a$  est une droite dont la pente est ici égale à  $-n$ .

### 6.2.2 COMPARAISON AVEC LES RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

Les essais de flexion 3 points sur éprouvettes non entaillées, précédemment décrits ont servi de support expérimental pour déterminer le temps à la rupture. La contrainte appliquée est à nouveau prise égale à la contrainte de la fibre la plus chargée. Les résultats obtenus dans l'eau pour la micrite et

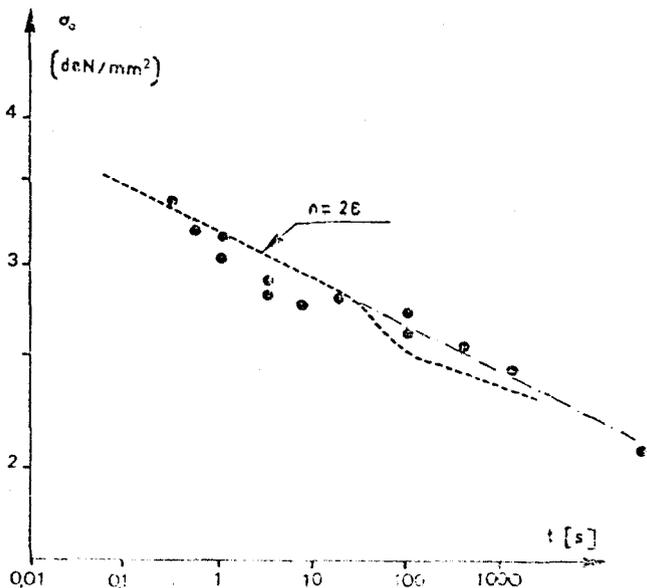


Figure 6.8

Temps à la rupture en fonction de la contrainte appliquée pour la micrite c. Environnement : eau. Trait pointillé : intégration à partir de la courbe  $V = V(K_1)$ .

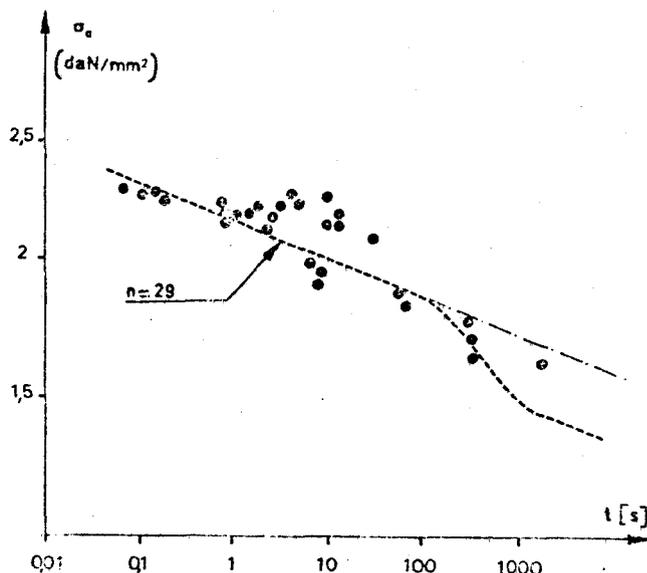


Figure 6.9

Temps à la rupture en fonction de la contrainte appliquée pour le marbre, orientation 2 de fissuration. Environnement : eau. Trait pointillé : intégration à partir de la courbe  $V = V(K_1)$ .

pour le marbre dans la direction 2 de fissuration sont reportés respectivement dans les figures (6.8) et (6.9). Les évaluations du temps à la rupture à partir de l'intégrale (6.3) et des courbes  $V = V(K_1)$  correspondantes y sont reportées en traits pointillés. On note également :

1. une très bonne corrélation entre les valeurs expérimentales et les prédictions théoriques déduites de la taille du défaut initial critique  $a_0$  (et par conséquent de  $K_{1c}$ ) et des courbes  $V = V(K_1)$ ,

2. une influence non négligeable du palier de la zone II qui a pour effet, à contrainte égale de diminuer le temps à la rupture.

### 6.3 Incidences pratiques.

Les courbes  $V = V(K_1)$  ainsi que la valeur du facteur d'intensité de contrainte critique  $K_{1c}$  revêtent un caractère pratique important. En permettant d'établir la relation entre la contrainte de rupture et la vitesse de déformation, elles autorisent la prévision des résistances ultimes à court et à long terme d'un matériau dans un environnement donné. Ainsi pour les calcaires, dans un environnement "mouillant" car le liquide doit arriver en tête de fissure pour avoir une action, on a la relation

$$(6.6) \quad \log \left( \frac{\sigma}{\sigma'} \right) = \frac{1}{n+1} \log \left( \frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}'} \right)$$

avec  $\sigma$  résistance à la traction obtenue en laboratoire à une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  la valeur de  $n$  dépend de la constante diélectrique du milieu. Ainsi, pour les calcaires dans une eau riche en  $\text{CaCO}_3$  l'on a, en prenant  $n$  à partir de la figure (3.16), la relation :

$$(6.7) \quad \log \left( \frac{\sigma}{\sigma'} \right) = \frac{1}{29} \log \left( \frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}'} \right)$$

Cependant, cette relation est trop optimiste à long terme : en effet, les valeurs de  $n$  correspondant à une éprouvette non pré-fissurée sont plus faibles. Aussi, paraît-il raisonnable de préconiser, en se référant à la figure 6.7, la relation :

$$(6.8) \quad \log \left( \frac{\sigma}{\sigma'} \right) = \frac{1}{20} \log \left( \frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}'} \right)$$

Très peu de données apparaissent dans la bibliographie sur l'influence de la vitesse sur la résistance à la traction : seuls MOKHNACHEV et GROMOVA [118] donnent quelques résultats en essais de traction directe mais malheureusement ne précisent ni la taille des éprouvettes ni l'environnement utilisé dans les essais. Ils notent que lorsque la vitesse est multipliée par  $10^6$  la résistance est multipliée par 2,6, ce qui correspond à une valeur de  $n$  égale à 13,6, par conséquent plus faible que celles trouvées indirectement pour l'eau.

Par ailleurs, on peut relier les valeurs de la résistance à la traction à la nature du liquide environnant pour une vitesse de déformation donnée. Dans le cas des roches calcaires peu poreuses étudiées, la valeur de  $K_{1c}$  est quasi indépendante des liquides. Les courbes  $V = bK_1^n$  permettent d'établir la relation  $\sigma = \sigma(\dot{\epsilon})$  et d'avancer que la résistance à la traction, pour une vitesse de déformation donnée dans différents liquides, est d'autant plus faible que l'exposant  $n$  de  $K_1$  est plus faible (équation 6.2). Or cet exposant varie inversement (fig. 3.16) avec la constante diélectrique du liquide : la résistance à la traction diminue donc lorsque la constante diélectrique du liquide environnant augmente. L'influence du milieu imprégnant et en particulier de la constante diélectrique, a déjà été soulignée par VUKUTURI [172] qui a trouvé que, pour une micrite, la résistance à la traction, obtenue par essai sur anneau, diminuait lorsque la cons-

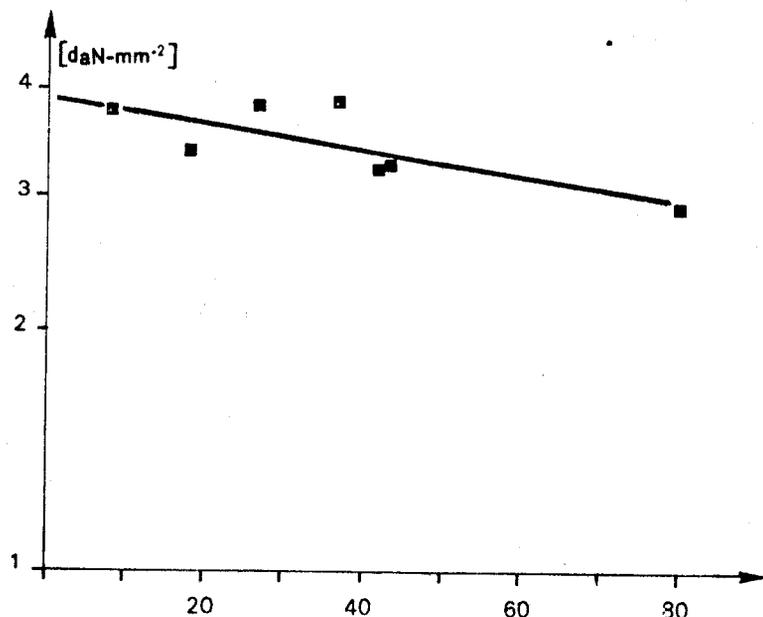


Figure 6.10  
Relation entre la résistance à la traction obtenue par essai Brésilien et la constante diélectrique du liquide imprégnant. D'après VUKUTURI [172].

tante diélectrique augmentait (fig. 6.10). Cependant, il a attribué ces variations de la résistance à la rupture à l'influence de la tension superficielle du liquide au niveau d'une fissure donnée. En fait, il s'agirait plutôt d'une influence directe du milieu environnant par l'intermédiaire de la constante diélectrique sur une fissure qui se déplace, c'est à dire sur une cinétique de fissuration.

Importance de  $K_{1csc}$

Les courbes  $V = V(K_1)$  établies expérimentalement permettent donc, avec une précision très correcte, de déterminer le temps à la rupture des roches calcaires, et par conséquent permettent d'évaluer les résistances à long terme. Celles-ci peuvent être très inférieures à celles déterminées en laboratoire ; par exemple une vitesse de déformation rapide telle que  $10^{-2} s^{-1}$  donne au calcaire microcristallin (micrite c) une résistance à la rupture de  $4,2 daN.mm^{-2}$ . Par contre une probabilité de survie supérieure à 10 000 s (soit 3 h) de ce même matériau est quasiment nulle pour une charge de  $2,1 daN.mm^{-2}$  soit 50 % de la résistance précédente (fig. 6.8). Il serait donc utile de connaître la limite inférieure de la résistance  $\sigma_i$  pour laquelle la rupture ne peut avoir lieu faute de propagation de fissure. Cette limite est donnée par :

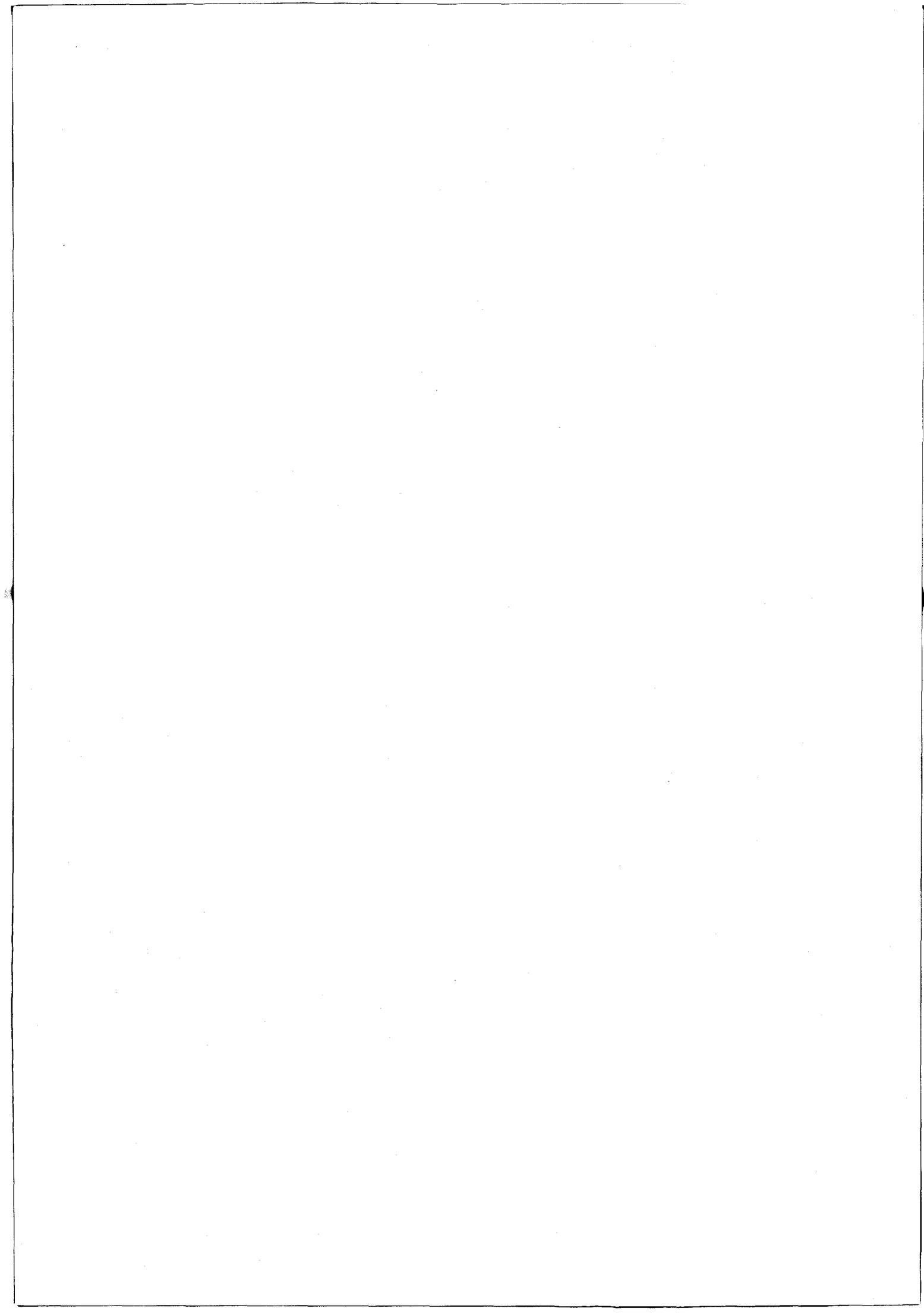
$$(6.9) \quad K_{1csc} = Y\sigma_i\sqrt{a_0} \quad \text{soit } \sigma_i = \frac{K_{1csc}}{Y\sqrt{a_0}}$$

$a_0$  étant définie par  $K_{1c} = Y\sigma_{1c}\sqrt{a_0}$ .

Dans le cas des calcaires il a été impossible de déterminer expérimentalement les valeurs de  $K_{1csc}$ . Sur le verre, la limite inférieure,  $K_{1csc}$  serait égale à environ  $0,2 K_{1c}$  [49]. Dans le cas de roches calcaires dans l'eau nous pouvons seulement affirmer l'inégalité  $K_{1csc} < 0,5 K_{1c}$  ce qui implique que  $\sigma_i < 0,5 \sigma_{1c}$ .

Si donc la contrainte de service est supérieure à  $\sigma_i$  des ruptures différées se produiront au bout d'un temps plus ou moins long, par propagation lente de fissures.

Au travers de l'équation (6.9), on remarque que la connaissance de  $K_{1csc}$  revêt la plus grande importance. Cependant, sa détermination tant par la méthode directe (courbes  $V = V(K_1)$ ), que par les méthodes indirectes de fatigue statique et de vitesses de déformation variables s'avère très délicate et pour l'instant imparfaite.



## Chapitre 7.

# FORABILITE DE ROCHES CALCAIRES MICRITIQUES.

## INFLUENCE DE L'ENVIRONNEMENT.

On connaît souvent par expérience le rendement d'un outil de perforation dans une formation lithologique donnée. Il reste néanmoins difficile de préciser les mécanismes microscopiques des déformations se produisant en tête d'outil et conditionnant ce rendement. Cette méconnaissance a pour conséquence la difficulté de proposer une amélioration au rendement d'un forage. Les puissances absorbées peuvent s'exprimer à l'aide de caractéristiques mécaniques simples de la roche par exemple cohésion, angle de frottement, résistance à la traction, résistance à la compression, frottement outil-roche | 27, 49, 126 |.

Un tel abord de la forabilité d'une roche permet le choix d'un outil et l'estimation de puissance nécessaire à installer. Par contre, l'amélioration de la vitesse de perforation en fonction de l'environnement physicochimique nécessite d'étudier les phénomènes microscopiques en tête de l'outil, phénomènes variables selon la nature de cet outil et selon la roche considérée.

### 7.1 Travail des outils.

#### 7.1.1 GÉNÉRALITÉS

L'action des outils se décompose en :

- un broyage plus ou moins intense au voisinage du point de contact entre la roche et l'outil caractérisé par une contrainte de compression élevée,
- un développement de fissures qui provoquent le départ d'éclats.

Deux types d'outils peuvent être considérés : les molettes, avec, par exemple, les outils au diamant et les pics qui sont généralement les outils au carbure.

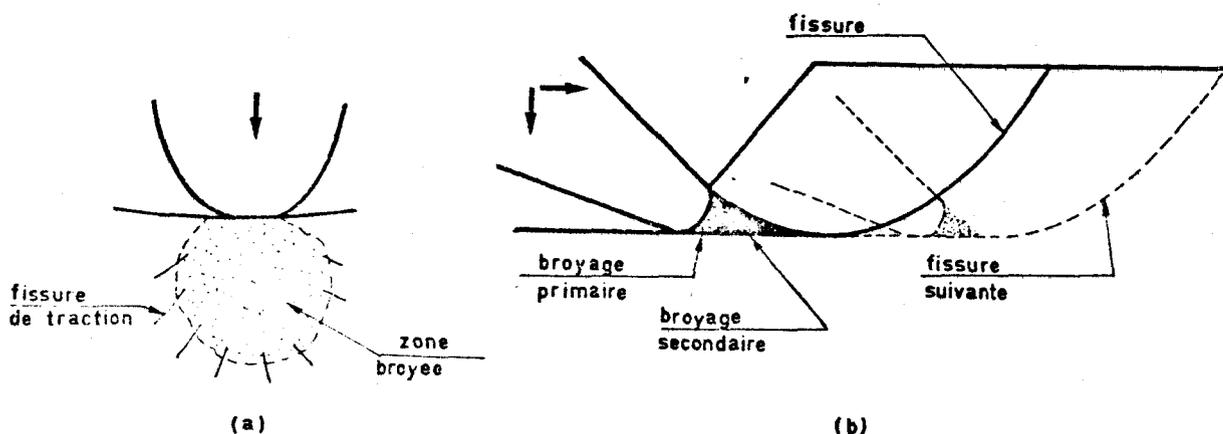


Figure 7.1

Travail des outils d'après NISHIMATSU | 127 |

- (a) molette
- (b) pic.

### La molette

La molette se présente comme un poinçon symétrique. Son travail revient schématiquement à un écrasement : la molette roule sur la roche qu'elle broie (fig. 7.1.a). L'importance du broyage est directement proportionnelle à la taille du poinçon. Le départ des éclats et la caractérisation qui en résulte sont fonction de l'interaction des fissures : les passages répétés de l'outil laissent la zone broyée constante mais propagent les fissures plus au large [45, 58, 131]

### Le pic

Le pic attaque la roche sur une toute petite surface (fig. 7.1.b). Sous l'effet de contrainte de compression élevée, il la broie finement en tête de l'outil et la rupture est obtenue par une fissure qui se propage sous l'effet des compressions en avant de l'outil. L'importance de la zone broyée est fonction de l'angle de coupe [127, 176].

## 7.1.2 ASPECT PHYSIQUE

Les effets chimiques et mécaniques de l'environnement sur les processus de fracture largement étudiés par REBINDER [179] explicités par des effets de surface qui permettent de comprendre plus en détail le travail des outils. Dans cette optique, on peut retenir les corrélations établies par WESTWOOD *et al.* [113, 176, 177, 179] entre dureté (et dont la forabilité) et potentiel de surface. Une revue complète de la notion de potentiel zeta a été présentée par SENNET et OLIVER [150] à propos d'effets électrocinétiques. Soit donc un solide non métallique, un minéral par exemple plongé dans une solution. Il possède un potentiel de surface  $\psi_0$  caractérisant un équilibre entre solution et solide. Ce contact complexe appelé "double-couche" sera lui caractérisé par l'absorption d'ions à partir de l'environnement, par une distribution de défauts ponctuels dans la région voisine de la surface et enfin par l'équilibre défini par le produit de solubilité. Il y a décroissance exponentielle de la concentration en ions à partir de la surface du solide.

Dans le cas où il peut y avoir déplacement de la solution, il y a cisaillement de la partie la plus externe de la double-couche beaucoup moins liée que la partie la plus interne, côté solide. Le potentiel à partir duquel le cisaillement se produit est dit potentiel zeta ( $\zeta$ ). Il est relié en signe et en grandeur à  $\psi_0$  : il dépend de la concentration de l'électrolyte et de la valeur des ions adsorbés. De nombreuses méthodes expérimentales permettent la mesure de  $\zeta$  : on provoque, par exemple, le déplacement d'une solution soit par l'application d'un gradient de potentiel (électrophorèse) soit un gradient de pression (potentiel d'écoulement).

### Vitesse de perforation de monocristaux de $\text{CaCO}_3$ (fig. 7.2).

WESTWOOD [177] interprète le travail de l'outil en associant son mode d'attaque et les mécanismes de déformation opérant dans le matériau. Il associe, en outre, l'environnement au développement de tels mécanismes. Sur le monocristal de calcite, une corrélation apparaît (fig. 1.2.A, B, C) entre le potentiel la dureté et donc la vitesse de perforation d'un outil. La microdureté de surface du monocristal (faces  $\{10\bar{1}1\}$ ) est liée aux différents systèmes de glissement des dislocations opérant sous l'effet d'un poinçonnement. La mobilité des dislocations est elle, liée aux phénomènes de chimisorption du liquide imprégnant, donc au potentiel zeta [178]. Pour différents pH, donc pour différentes valeurs du potentiel  $\zeta$  et de microdureté, le rendement des outils au carbure et au diamant diffère. Pour un pH de 11, par exemple, donc pour un potentiel  $\zeta \approx 0$  et une dureté maximale, c'est à dire une mobilité minimale des dislocations, la vitesse de pénétration de l'outil au diamant est maximale alors qu'elle est minimale pour l'outil au carbure. Le travail de l'outil dans le monocristal diffère selon sa nature.

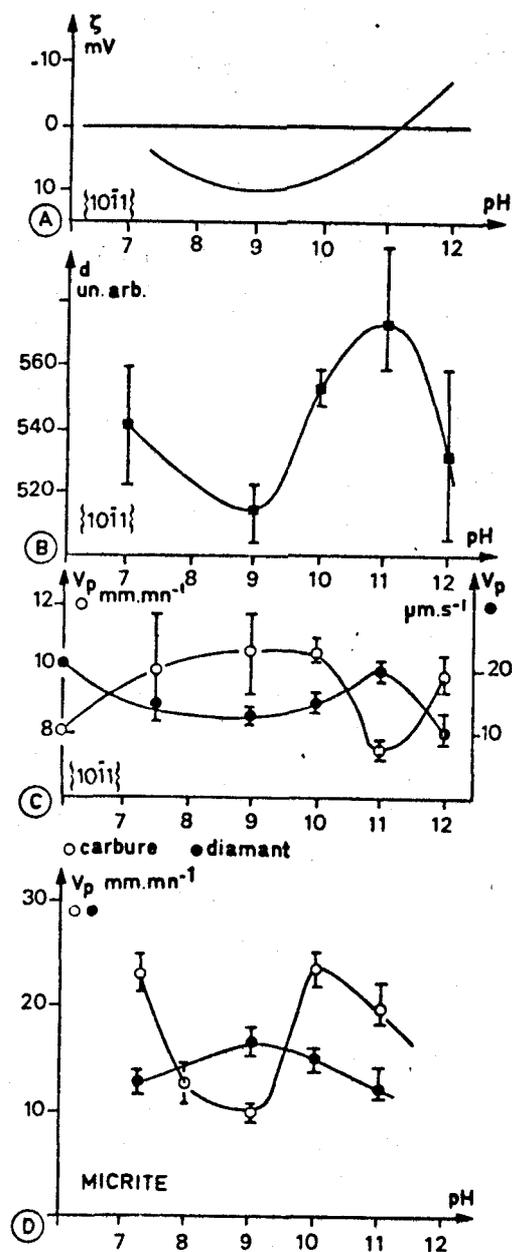


Figure 7.2

Corrélations pour des essais en pH basique entre :

- (A) le potentiel zeta
- (B) la dureté
- (C) la vitesse de perforation du cristal de calcite
- (D) la vitesse de perforation de la micrite.

A, B, C d'après WESTWOOD [177].

### 7.1.3 MÉCANISME FONDAMENTAL EN TÊTE D'OUTIL.

Les outils au carbure (pic) et au diamant (molette) attaquent la roche de manière différente.

Dans le cas de l'outil au carbure on peut supposer, sous l'effet des compressions importantes, une déformation plastique à la pointe de l'outil. Les dislocations qui s'empilent à l'intersection des bandes de glissement créent des microfissures qui vont rapidement croître pour former un copeau. Dans cette optique, la vitesse de pénétration de l'outil de forage serait directement liée à la mobilité des dislocations qui dépendrait du potentiel  $\zeta$ . On peut donc retenir que l'efficacité d'un outil au carbure est directement liée à la déformabilité en domaine plastique du matériau et donc à l'environnement qui la facilite.

Dans le cas de l'outil au diamant, le matériau est gravé et caractérisé par le jeu des nombreux éléments diamantés. Il y a microfissuration sous le diamant lui-même, et coalescence des fissures. A l'arrière du diamant, existe une zone relativement peu déformée où l'on peut soupçonner un état de traction très important. Plus le matériau est fragile et plus le développement d'une microfis-

suration est aisée, plus la coupe est efficace. Tout environnement inhibant la plasticité (potentiel  $\zeta \approx 0$ ), favorise l'instabilité des microfissures. L'efficacité d'un outil au diamant est directement liée à la fragilité du matériau et à l'environnement provoquant l'instabilité de la microfissuration.

Il ressort donc que lors de la pénétration d'un outil interviennent conjointement :

- 1) le mode d'attaque de l'outil,
- 2) la réaction du matériau à forer, variable suivant l'environnement.

L'outil au carbure sera efficace si le matériau se déforme plastiquement de manière aisée, l'outil au diamant le sera par contre si le matériau est fragile et si la multiplication et la propagation des fissures sont dominantes.

Cette relation (outil-matériau) établie sur le monocristal sera examinée sur une roche calcaire microcristalline.

## 7.2 Resultats experimentaux. Interpretation.

### 7.2.1 DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Le système de carottage est constitué d'un carottier soit à dents de carbure de diamètres 45 mm extérieur/39mm intérieur soit à couronne diamantée de diamètres 39 mm extérieur/35 mm intérieur. Les outils sont entraînés par un moteur Milwaukee tournant à 500 tr/mn.

L'ensemble peut se déplacer sur un bâti rigide par l'intermédiaire de roues dentées coniques sur une vis sans fin. Une charge constante peut être appliquée sur l'ensemble moteur-carottier. La charge sur l'outil est de 2 daN. L'avancement est suivi par un comparateur longue course.

L'injection du liquide est effectuée à la pression constante de 0,1 b.

Les vitesses de forage ont été calculées pour 60 s de travail au carottier carbure et pour 90 s au carottier diamant. Les résultats présentés sont une moyenne de quatre essais.

### 7.2.2 RÉSULTATS

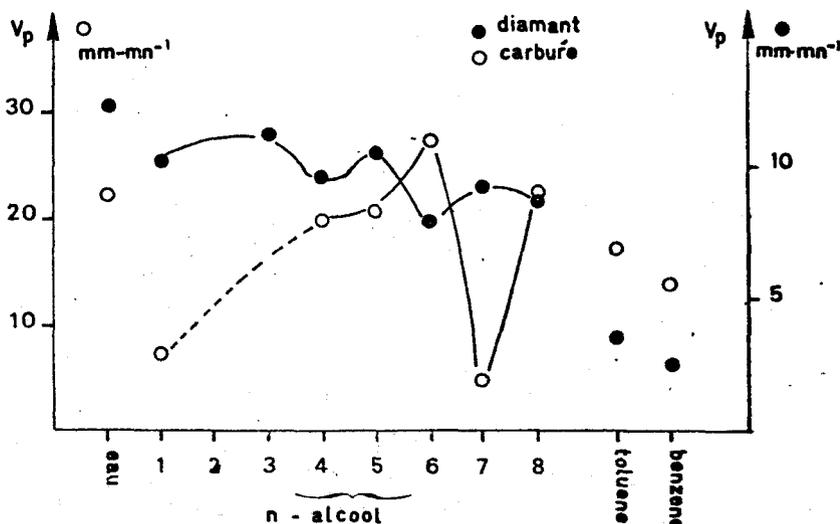


Figure 7.3

Vitesse de perforation de la micrite pour différents liquides.

La roche testée est le calcaire micritique viséen du Boulonnais présenté au chapitre 5 (p. ). Deux séries d'essais ont été effectuées : une première série (fig. 7.3) en faisant varier la longueur de chaîne des alcools, une deuxième série (fig. 7.2.d) en faisant varier le pH de 7 à 11.

Deux conclusions peuvent être tirées :

a) lorsque la vitesse de perforation de l'outil diamant est maximale, celle de l'outil au carbure est minimale, et vice-versa, ce qui rejoint les observations faites sur le monocristal.

b) les vitesses optimales pour chaque outil dans le cas de la micrite ne correspondent pas à celles obtenues sur le monocristal.

Outre la divergence (b) des résultats optimums obtenus sur la calcite et sur la micrite, les variations de rendement pour chaque outil et principalement pour l'outil diamant ne sont pas aussi prononcées dans le cas de la micrite que dans le cas du monocristal.

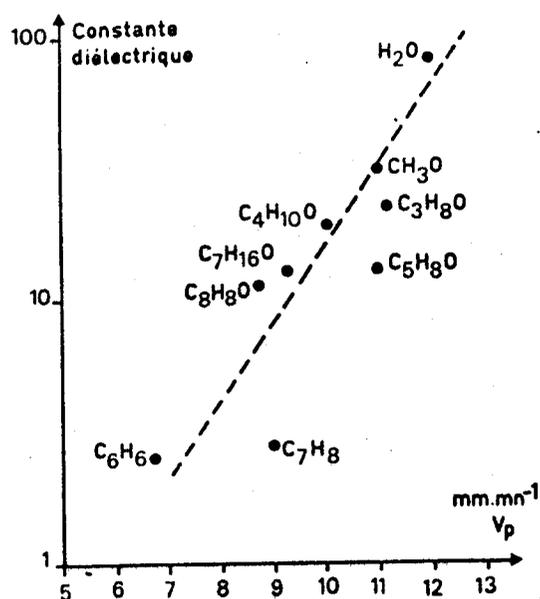


Figure 7.4

Corrélation entre la vitesse de perforation de la micrite à l'outil diamant et la constante diélectrique du liquide d'injection.

Si l'on choisit de représenter la vitesse de pénétration de l'outil diamant en fonction de la constante diélectrique (fig. 7.4), l'on remarque qu'elle est, en moyenne, proportionnelle à cette constante diélectrique | 75 |.

### 7.2.3 INTERPRÉTATION

Le monocristal et le polycristal se comporte différemment sous l'outil : la structure particulière des micrites joue aussi un rôle primordial. En effet :

1) la taille de l'ordre du micron des grains de la micrite fait que leur contenu en dislocations reste toujours faible, ce qui a pour conséquence de diminuer les effets dus à la mobilité des dislocations et du potentiel  $\zeta$  responsable de cette plus ou moins grande mobilité.

2) la rupture est le plus souvent intergranulaire, les joints de grains révèlent souvent la présence de plaquettes argileuses (annexe 2). Le potentiel  $\zeta$  à prendre réellement en compte n'est pas celui de la calcite mais d'un milieu complexe (calcite + argiles).

Ces remarques ne changent pas fondamentalement le travail des outils car

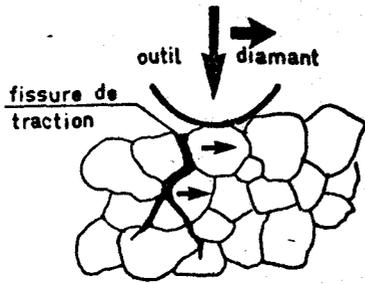


Figure 7.5

Hypothèse sur le travail de l'outil diamant.

l'on retrouve toujours le fait que le rendement d'un outil est maximal lorsque l'autre est minimal.

L'outil diamant travaille en laissant derrière lui une zone de traction provoquant une fissuration intergranulaire (fig. 7.5). Dans cette hypothèse le rendement de cet outil sera lié à la vitesse de propagation des fissures. Les essais présentés sont tous effectués avec la même charge sur l'outil et la même vitesse de rotation ; la fissuration apparaîtra derrière le diamant pour des positions semblables de l'outil, quel que soit l'environnement et à des niveaux de contraintes proches de  $K_{1c}$ . L'outil étant en rotation l'état de traction diminue et par conséquent le  $K_1$  aussi. La droite en pointillés est représentative de l'état de contrainte en tête d'une fissure créée. Elle se déplace vers la gauche pendant la rotation de l'outil, car le  $K_1$  diminue pour cette fissure. Lorsque les liquides

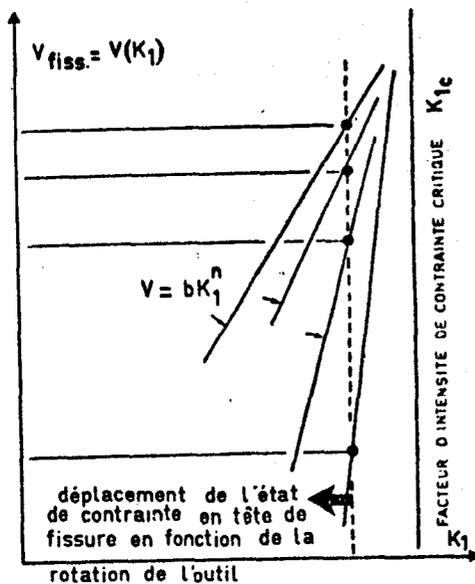


Figure 7.6

Champ de contrainte en tête de fissure créée par le diamant.

d'injection sont des alcools, les courbes  $V = V(K_1)$  étant celles schématisées par la figure 7.6, la vitesse de fissuration sera d'autant plus grande que l'exposant  $n$  de la loi  $V = V bK_1^n$  sera plus faible. Comme l'exposant  $n$  dépend de la constante diélectrique (fig. 3.16), il s'ensuit, dans le cas des micrites, que l'efficacité d'un outil au diamant sera d'autant plus grande que la constante diélectrique du liquide sera plus élevée, ce qui confirme les résultats de la figure 7.4.

Les maximas et les minimas mis en évidence pour les outils au diamant et au carbure ne sont pas pour autant expliqués. Il faut donc supposer que les mécanismes de microplasticité agissent également, (c'est à dire que le potentiel  $\zeta$ , qui agit sur la mobilité des dislocations, intervient), mais avec une intensité moins importante que dans le cas du monocristal.

## CONCLUSION

Les modalités de la rupture des roches fragiles que sont les calcaires sont abordées en terme de mécanique de la rupture. Le comportement à la rupture est alors caractérisé par l'évolution des fissures. Dans le cadre de la théorie de GRIFFITH, les paramètres de la propagation de la fracture sont :

(1) l'énergie d'initiation  $\gamma_i$

(2) l'énergie de fracture  $\gamma_F$  nécessaire pour obtenir la *fracture complète*, ou encore pour propager les fissures sur de grandes longueurs.

Dans le cas des roches calcaires, il a été possible de montrer pour l'ensemble des calcaires fins étudiés que :

- les énergies d'initiation  $\gamma_i$  et de fracture  $\gamma_F$  sont du même ordre et égales à  $7,5 \text{ J/m}^2$  pour des porosités inférieures à 26 %. Au-delà de 26 % de porosité et donc pour des craies classiques, ces énergies diminuent révélant certainement un changement de structure.

- dans le cas des marbres, l'énergie de propagation  $\gamma_F$  est d'un ordre supérieur à l'énergie d'initiation  $\gamma_i$  : la fissuration naturelle facilite le démarrage de la fracture diminuant d'autant  $\gamma_i$  par le jeu de concentrations de contrainte. Par contre, dès que la fissure se propage, l'énergie nécessaire pour continuer la propagation croît notablement car la plus grande partie de cette énergie est alors dissipée dans un mécanisme de microfissuration secondaire d'autant plus prononcée que la fissuration naturelle est importante. Ainsi, lorsque l'état de fissuration naturelle croît, l'énergie  $\gamma_i$  diminue alors que  $\gamma_F$  augmente.

Il y a donc une corrélation étroite entre le comportement à la rupture (plus ou moins grande "fragilité") et l'état de microfissuration de la roche. Cette corrélation est la traduction de la possibilité d'interaction entre la fissure principale et le réseau de microfissures naturelles. Si la porosité n'a guère d'influence sur  $\gamma_i$ , il a été par contre établi que le facteur d'intensité de contrainte critique décroît exponentiellement en fonction de la porosité pour des essais en ambiance sèche.

La granulométrie du matériau n'est pas un paramètre déterminant des énergies de fracture ; l'état de microfissuration naturelle semble être, avec la porosité, le seul paramètre microstructural important.

Outre les effets dus à la microstructure, il a été mis en lumière l'influence des liquides imprégnant la roche. Elle peut se résumer en trois points :

- Pour les craies et les micrites, le facteur d'intensité de contrainte décroît également exponentiellement avec la porosité pour des essais saturés en eau. Pour des porosités quasi nulles, les résultats à sec et saturés en eau sont très peu différents, par contre la différence  $K_{1c}(\text{saturé}) - K_{1c}(\text{sec})$  augmente lorsque la porosité augmente.

- L'énergie  $\gamma_i$  d'initiation de fissuration est indépendante du milieu environnant alors que l'énergie  $\gamma_F$  décroît légèrement en milieu saturé en eau lorsque la propagation est stable (cas des marbres) :

- Pour les calcaires poreux (craies), il y a une bonne corrélation entre  $K_{1c}$  et la constante diélectrique du milieu imprégnant : plus la constante diélectrique est élevée, plus  $K_{1c}$  est faible.

L'effet de la température sur  $K_{1c}$  a été étudié : pour les micrites et marbres,  $K_{1c}$  diminue avec la température avant de remonter brutalement vers 380-400°C. Cette remontée est attribuée à une augmentation de la zone plastique en tête de fissure. Dans le cas de craie très poreuse,  $K_{1c}$  est monotone croissant avec la température.

Outre donc l'influence de paramètres tels que la microstructure, les liquides imprégnants et la température sur les conditions de propagation de la fracture, conditions essentiellement liées à la contrainte, il a été observé que l'on pouvait avoir également propagation alors que la condition nécessaire proposée par GRIFFITH n'est pas vérifiée. Cette propagation se fait alors à des vitesses très lentes et peut être attribuable à des effets conjoints d'ordre physico-chimiques et mécaniques. La vitesse d'évolution de la fissure s'exprime en fonction du facteur d'intensité de contrainte par une loi  $V = bK_1^n$ . Il est montré que l'exposant  $n$  dépend essentiellement de la constante diélectrique du liquide imprégnant ; plus la constante diélectrique est élevée, plus la valeur de  $n$  diminue. Dans le cas de roches calcaires imprégnées dans l'eau, la cinétique de fissuration est très complexe : des processus de dissolution ou de cristallisation selon le pH de l'eau ont lieu, phénomènes activés par la contrainte ou l'état de déformation en tête de fissure.

A partir de ces résultats relatifs à la propagation et aux conditions de propagation de la fracture dans les roches calcaires, il est possible de montrer que :

(1) le facteur d'intensité de contrainte critique  $K_{1c}$  déterminé sur éprouvettes préfissurées s'applique difficilement localement, à l'échelle des défauts du matériau. En d'autres termes, la caractérisation de la résistance à la traction à partir de  $K_{1c}$  et de la connaissance des défauts naturels n'est pas obtenue avec une très bonne approximation.

(2) les variations de la résistance à la traction en fonction de la température sont identiques à la variation de  $K_{1c}$  en fonction de la température.

(3) la résistance à la traction des micrites dépend du plus grand défaut de la roche et non de la porosité globale.

(4) le comportement en compression, plus ou moins "fragile" dépend essentiellement de la différence entre  $\gamma_F$  et  $\gamma_i$ .

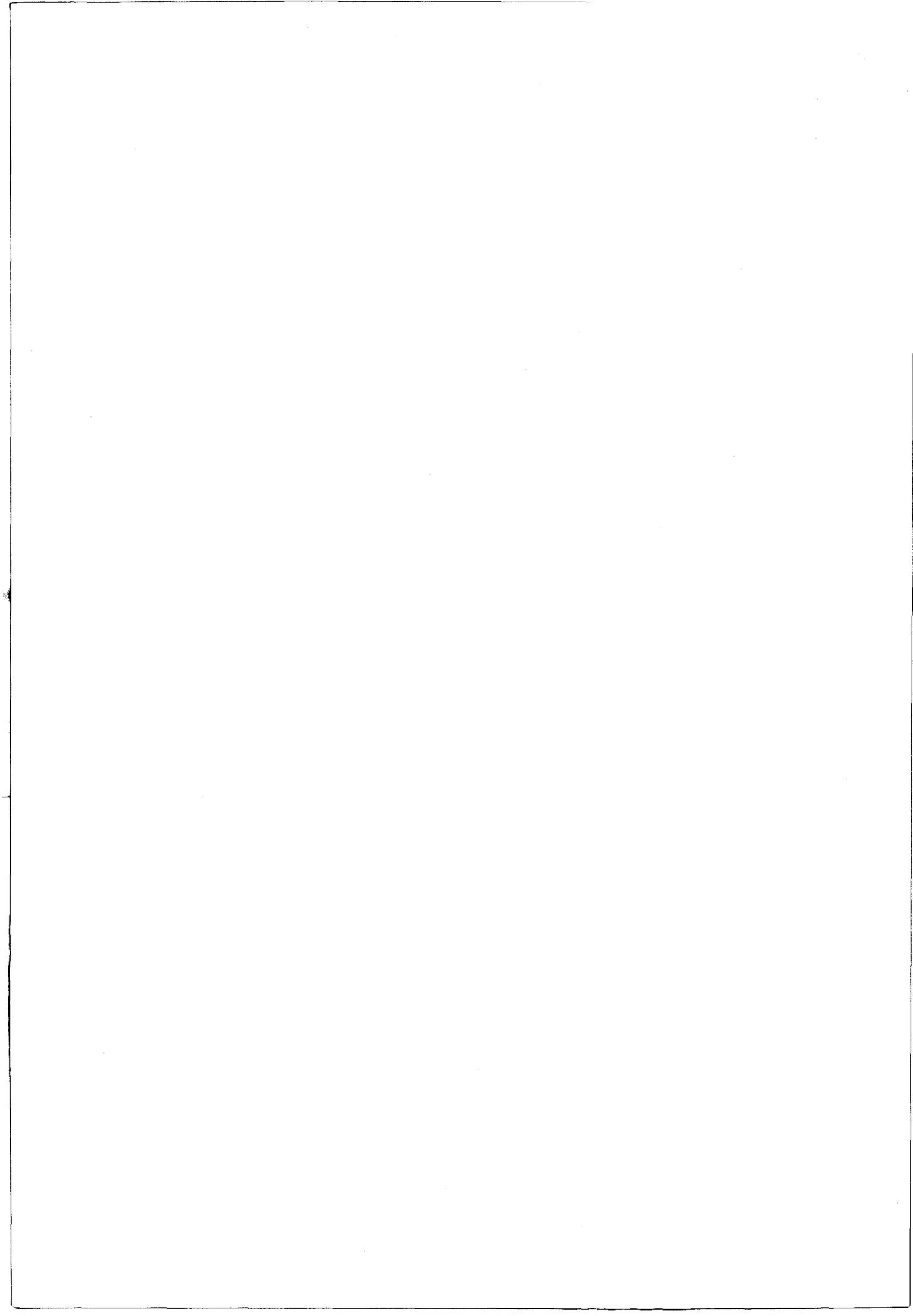
(5) dans le cas des roches calcaires où  $\gamma_F = \gamma_i$  l'interprétation des essais Brésiliens sur disques et anneaux est obtenue avec une excellente précision. Des méthodes de dépouillement sont proposées dans le cas où le rayon intérieur de l'anneau reste petit par rapport au rayon extérieur.

(6) les variations de la résistance à la traction en fonction de la vitesse de déformation ou du temps à la rupture en fonction de la charge appliquée, sont l'expression d'une évolution lente des défauts de la roche, évolution dépendant du liquide imprégnant.

(7) l'outil de forage aux diamants est supposé travailler, en mode 1. Il s'ensuit que la vitesse de forabilité en fonction des liquides d'injection, s'interprète par la cinétique de fissuration lente et dépend alors de la constante diélectrique du fluide injecté.

Les bonnes corrélations obtenues entre les résultats expérimentaux déduits de l'évolution d'une fissure principale créée artificiellement et le comportement global en rupture des roches calcaires montrent que les hypothèses de la mécanique de la rupture traduisent un fait réel : les caractéristiques à la rupture des roches fragiles telles les calcaires dépendent de leur structure et du comportement de leurs défauts. Ce comportement lui-même est lié à la nature du milieu environnant.

ANNEXES  
&  
BIBLIOGRAPHIE



Annexe 1.DESCRIPTION DES ROCHES CALCAIRES ETUDIEES.A 1.1. Description sommaire. Composition chimique.

Les micrites et les marbres ont été choisis d'une part en fonction de leur haute teneur en  $\text{CaCO}_3$  et d'autre part en fonction de leur bonne homogénéité structurale.

Les craies ont été échantillonnées, elles, pour couvrir une gamme importante de porosité.

Les principales caractéristiques sont reportées dans le Tableau A.1.1.

		PROVENANCE	POSITION STRATIGRAPHIQUE	TENEUR EN $\text{CaCO}_3$ (%)	POROSITE (%)
<u>Micrite</u>	a	Fallerans (Jura)	Kimméridgien	94	2,6
	b	Fallerans (Jura)	Kimméridgien	94	3,7
	c	Fallerans (Jura)	Kimméridgien	96	2,1
	d	Etalans (Jura)	Séquanien	98	3,7
	e	Gorges de la Vis (Hérault)	Séquanien	96	2,2
	f	Muret le Chateau (Aveyron)	Dogger	97	3,3
<u>Craie</u>	1	Dannes (P. de C.)	Cénomanién	89	25,8
	2	Dannes (P. de C.)	Cénomanién	87	27,2
	3	Dannes (P. de C.)	Turonien	95	22,4
	4	Dannes (P. de C.)	Cénomanién	93	38,9
	5	Dannes (P. de C.)	Cénomanién	87	37,2
	6	Dannes (P. de C.)	Cénomanién	93	24,4
	7	Dannes (P. de C.)	Cénomanién	92	29,1
	8	Dannes (P. de C.)	Cénomanién	92	29,1
	9	Dannes (P. de C.)	Cénomanién	70	21,8
	10	Haubourdin (Nord)	Sénonien	91	8,1
	11	Haubourdin (Nord)	Sénonien	98	32,8
	12	Haubourdin (Nord)	Sénonien	95	26,0
	13	Barlin (P. de C.)	Turonien	96	
<u>Marbre</u>	A	St Pons (Hérault)	Gothlandien	98	2,5
	B	St Léon (Allier)	Fraésien	95	0,9
	C	Ferrières (Allier)	Viuécien	97	2,5
	D	Pyrénées		99	1,3

Tableau A.1.1

Définition et caractéristiques principales des roches calcaires étudiées.

## MICRITES

Les micrites, roches calcaires jadis appelées lithographiques sont caractérisées par une faible porosité et une granulométrie très fine (de l'ordre du micron). Elles ont été choisies pour leur grande homogénéité structurale, l'absence de fissures centimétriques et l'inexistence de débris de fossiles. Les six micrites échantillonnées sont toutes d'âge jurassique et proviennent du Jura et des Causses. Elles sont de couleur café au lait, sauf la micrite e qui est gris foncé. Leur teneur en  $\text{CaCO}_3$  est élevée ; supérieure à 94 %. Les principales impuretés sont (tab. A.1.2) :  $\text{S}_i$ ,  $\text{F}_e$ , Al. On remarquera que la teneur en magnésium et en strontium est faible.

%	a	b	c	d	e	f
$\text{CO}_2$	41,14	41,47	42,19	43,13	42,34	42,66
$\text{CaCO}_3$	93,56	94,30	95,94	98,08	96,29	97,03
$\text{SiO}_2$	1,14	1,35	1,5	0,40	1,30	
$\text{P}_2\text{O}_5$	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	
MgO	0,64	0,62	0,69	0,57	0,95	
Fe total	0,29	0,29	0,28	0,14	0,24	
$\text{Al}_2\text{O}_3$	0,80	0,58	0,63	0,13	0,49	0,35
$\text{Na}_2\text{O}$	0,06	0,05	0,06	0,06	0,06	0,06
$\text{K}_2\text{O}$	0,14	0,10	0,11	0,02	0,14	0,08
$\text{TiO}_2$	0,04	0,02	0,03	= 0,002	0,02	0,01
traces ppm						
Zn	< 1	< 1	< 1	3	3	< 1
Sr	80	100	100	90	100	160
Cr	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5
Nn	50	40	40	20	50	120
Li	2	2	2	< 0,5	1	1
Ni	4	4	4	< 4	< 4	< 4

Tableau A.1.2

Composition chimique des six micrites étudiées

## CRAIES

Les craies numérotées de 1 à 13 proviennent de trois carrières du Nord de la France : Dannes (Ciments de Dannes et Lavocat), Haubourdin (Lafarge) et Berlin (Ciment Français). Elles sont caractérisées par une porosité variable de 8 à 39 % et une teneur en  $\text{CaCO}_3$  assez forte (de 87 à 98 %) exceptée la craie 9 qui est très argileuse.

## MARBRES

Les quatre marbres (A à D) sont de provenances diverses. Leur teneur en  $\text{CaCO}_3$  est très élevée.

## A 1.2 Porosité.

### MICRITES

Les micrites sont très peu poreuses. La porosité totale reportée dans le tableau A.1.1. est calculée à partir de mesure de densité sur éprouvettes rectifiées et mesurées à 5  $\mu\text{m}$  près. Les résultats indiqués sont la moyenne de plus de 30 mesures.

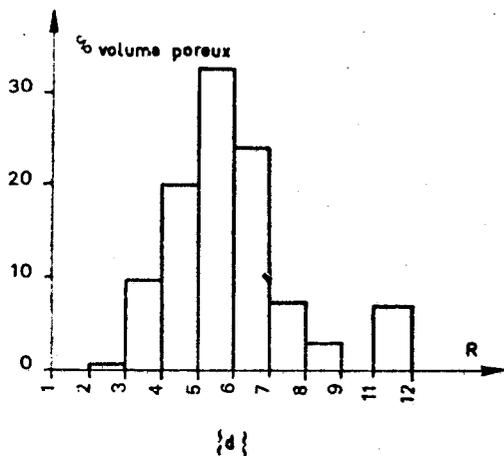
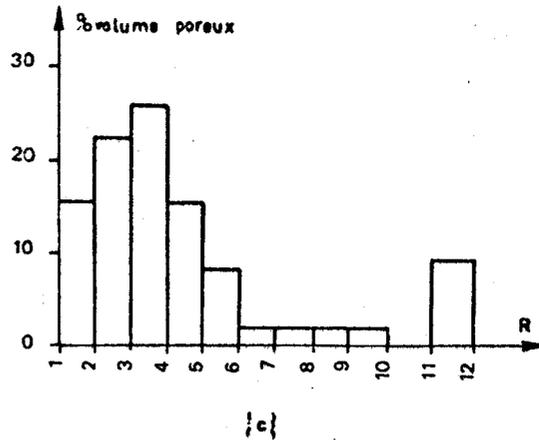
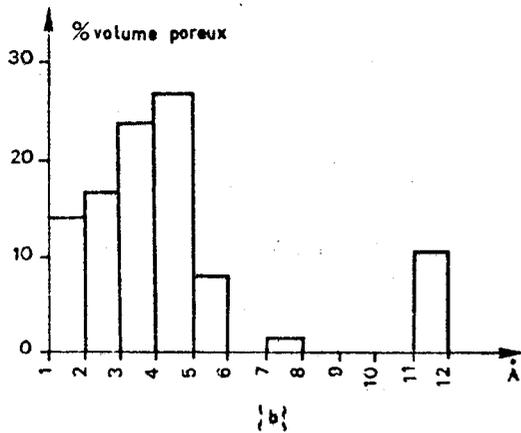


Figure A.11

Histogramme de la distribution du pourcentage de volume poreux des micrites b, c et d en fonction du rayon R d'entrée de pore.

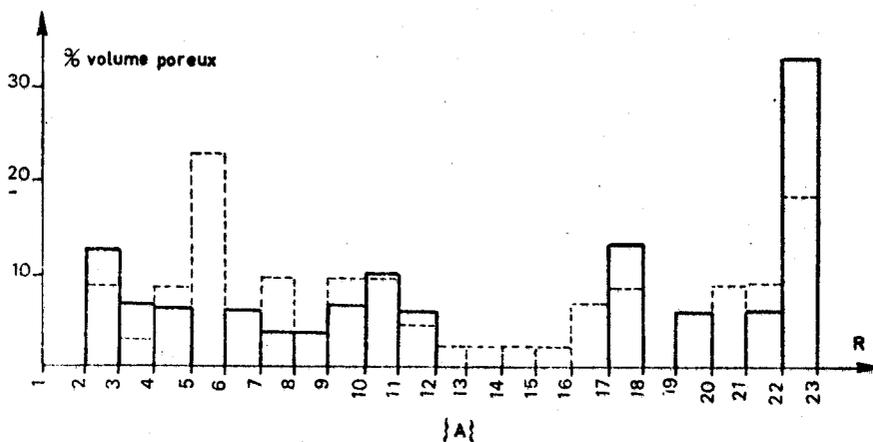
	1	2	3	4	5	6	7	8
R (Å)	75	83	93	107	125	150	187	250

9	10	11	12
375	500	750	7500

La porosité *ouverte*, qui contribue à la perméabilité de la roche, a été mesurée par porosimétrie au mercure. Elle est nettement inférieure à la porosité totale (elle est, par exemple, nulle pour la micrite e).

La porosimétrie au mercure permet de préciser les rayons d'entrée des pores. La figure A.2.1 représente les histogrammes pour les trois micrites b, c et d. On notera que la plus grande partie du volume poreux ouvert est dû à des pores de rayon moyen d'entrée de l'ordre de 120 Å ; une partie plus faible de la porosité est due aussi à des pores de rayon d'entrée supérieur à 750 Å.

MARBRES



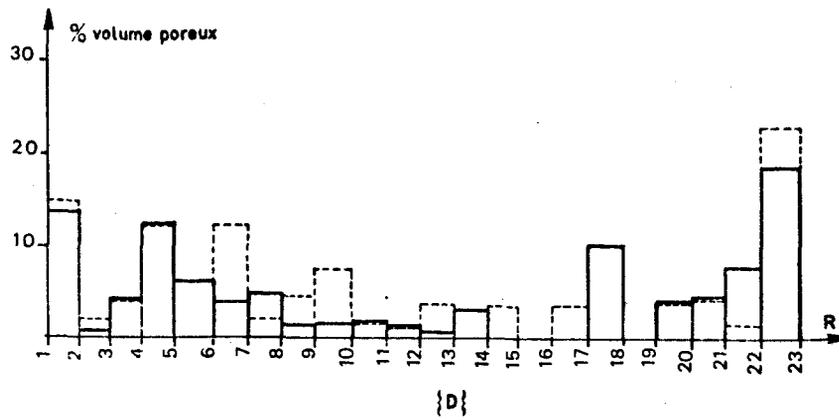
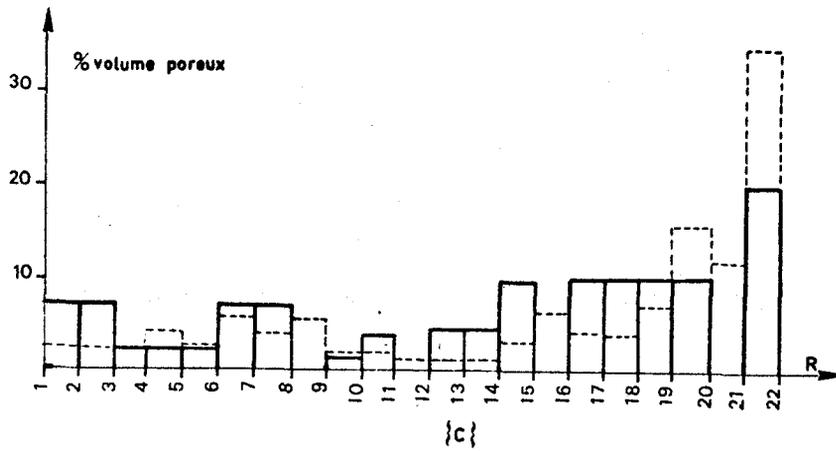
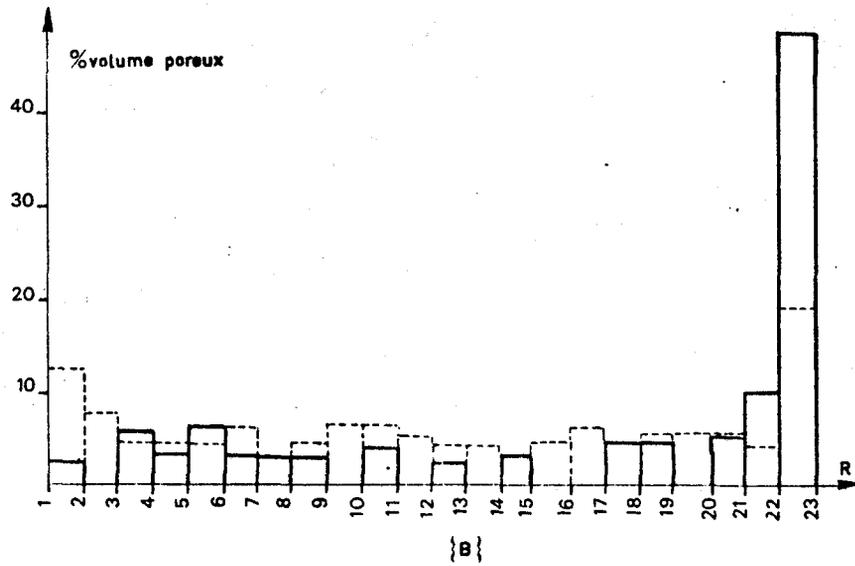


Figure A.1.2

Histogramme de la distribution du pourcentage du volume poreux des marbres A, B, C et D en fonction du rayon R d'entrée de pore (le trait fort et le trait pointillé représentent deux essais de porosité au mercure).

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
R (A)	93	117	133	155	187	233	411	373	465	619	925

	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23
R (A)	1153	1315	1530	1829	2272	3000	3571	4411	5769	8333	15 000	75 000



Les remarques faites sur la porosité ouverte - porosité totale précédemment sont aussi valables pour les quatre marbres étudiés. Les histogrammes (fig. A.1.2) de distribution du pourcentage de volume poreux en fonction du rayon d'entrée de pore sont cependant très différents de ceux des micrites : l'histogramme ne présente pas de maximum et au contraire est très plat si l'on considère la moyenne de deux essais (trait fort et trait pointillés).

## CRAIES

La porosité des craies est essentiellement une porosité ouverte. Les histogrammes présentent en général deux maximas ; | 37 |.

## A 1.3. Structure des marbres.

### MARBRE A

De granulométrie assez homogène (ph. A.1.1), les grains du marbre A sont de l'ordre de 250  $\mu\text{m}$ . Ils sont finement et intensément mâclés et présentent également de nombreuses bandes de glissement.

Ce marbre contient de nombreuses fissures intergranulaires (ph. A.1.2) pouvant atteindre des longueurs de 700 à 800  $\mu\text{m}$ . La fissuration intergranulaire est pratiquement inexistante.

Outre la porosité de fissure, on note que les grains ont entr'eux de mauvais contacts, ce qui a pour conséquence de localiser la plus grande partie de la porosité entre les grains expliquant ainsi l'histogramme très plat de la figure A1, car les vides peuvent être de toute taille. Outre ces vides intergranulaires, des trous intragranulaires apparaissent dans les grains clivés : ces vides sont de formes très régulières, à bords parallèles ; ils sont souvent alignés. (ph. A.1.3). Ces trous semblent localisés dans les bandes de glissement.

Lorsque la rupture est intragranulaire l'on note le rôle important des mâcles naturelles qui ralentissent la propagation de la fracture en imposant de nombreux réamorçages (ph. A.1.4).

### MARBRE B

Ce marbre a une granulométrie très hétérogène (ph. A.1.5) ; de gros grains de 1000 $\mu\text{m}$  de diamètre à larges mâcles souvent courbes sont entourés de très petits grains de 80 à 100  $\mu\text{m}$  de diamètre. (ph. A.1.6).

Les fissures intergranulaires sont assez peu nombreuses et sont le plus souvent localisées entre les petits grains (ph. A.1.7). Par contre, les gros grains montrent pratiquement toujours des trous réguliers et alignés qui par leur densité peuvent jouer le rôle de fissure intergranulaire. (ph. A.1.8).

### MARBRE C

Le marbre C a une granulométrie assez homogène avec un diamètre de grain compris entre 150 et 350  $\mu\text{m}$ . (ph. A.1.9). Les grains apparaissent aussi finement mâclés.

La caractéristique principale de ce marbre est la forte densité de fissures intergranulaires (ph. A.1.10). Ces fissures semblent être le résultat d'une très mauvaise formation de joints de grains car leur ouverture n'est pas régulière comme pour les autres marbres : (ph. A.1.11, 12 et 13), et l'on décèle de nombreux ponts.

## MARBRE D

Les grains de ce marbre ont un diamètre compris entre 150 et 250  $\mu\text{m}$ . (ph. A.1.14). Ce marbre ressemble fortement au marbre A, l'on y retrouve les même caractéristiques de fissures intergranulaires (ph. A.1.15) et de trous intragranulaires (ph. A.1.16).

### COMMENTAIRES DES PHOTOGRAPHIES

#### MARBRE A

Photo 1. lame mince - (lumière polarisée - Gr = 200)

Photo 2. Fissuration intergranulaire (SEM. Gr = 350)

Photo 3. Détail des trous intragranulaires - (SEM. Gr = 12 000).

Photo 4. Réamorçage de la fracture à partir des macles. (TEM. Gr = 1150).

#### MARBRE B

Photo 5. lame mince (Lumière polarisée. Gr = 35).

Photo 6. Gros grains clivés, en contact avec un amas de petits grains (SEM. Gr x 250).

Photo 7. Microfissures (flèches) entre les petits grains (SEM. G x 1300).

Photo 8. Face clivée d'un gros grain montrant une suite de trous alignés (flèches). (SEM, G x 650).

#### MARBRE C

Photo 9. lame mince (Lumière polarisée, Gr = 35).

Photo 10. Fractographie montrant les très nombreuses fissures intergranulaires (flèches). (SEM, G x 200).

Photo 11. Détail de la photo précédente montrant l'ouverture irrégulière des fissures intergranulaires (SEM, G x 2000).

Photo 12. Fissure entre deux grains. (SEM, G x 650).

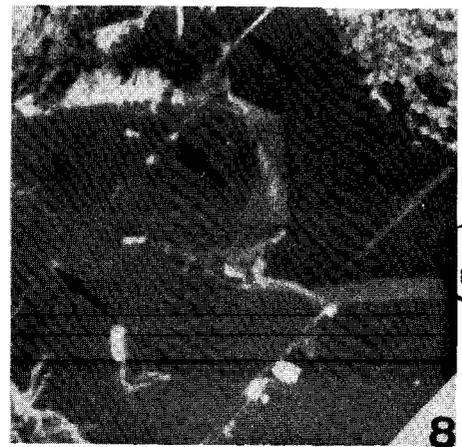
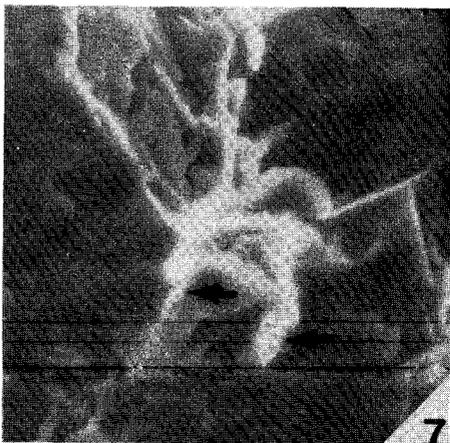
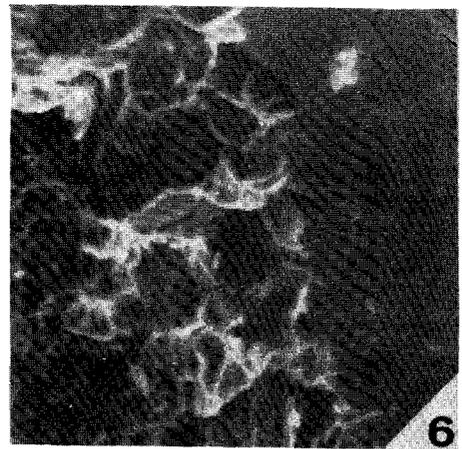
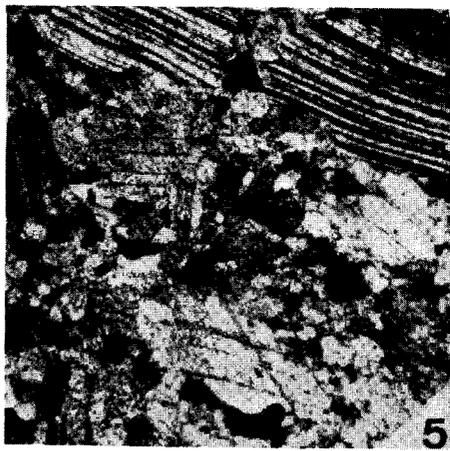
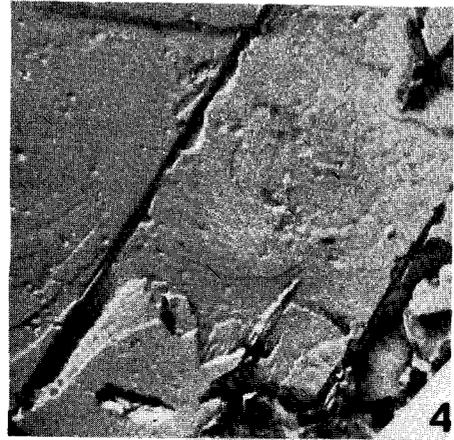
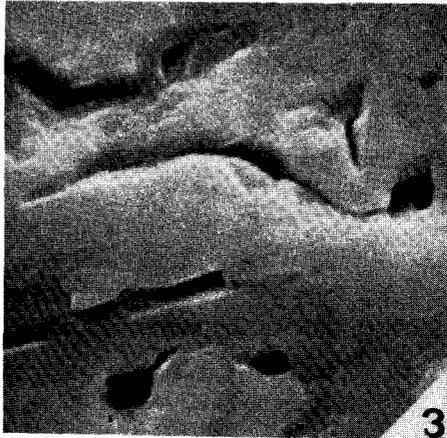
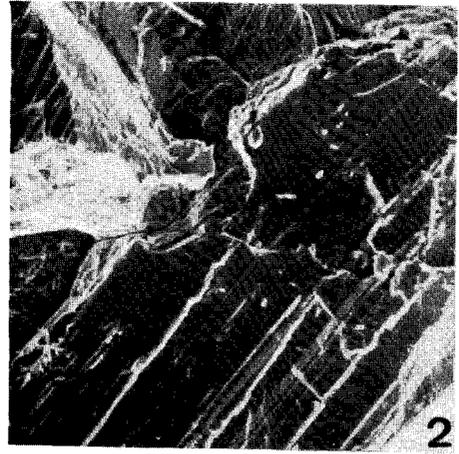
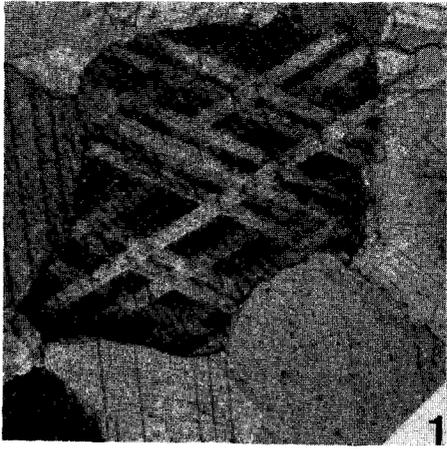
Photo 13. Détail de la photo précédente. Noter que les joints de grains sont très "rugueux" (SEM, G x 2000).

#### MARBRE D

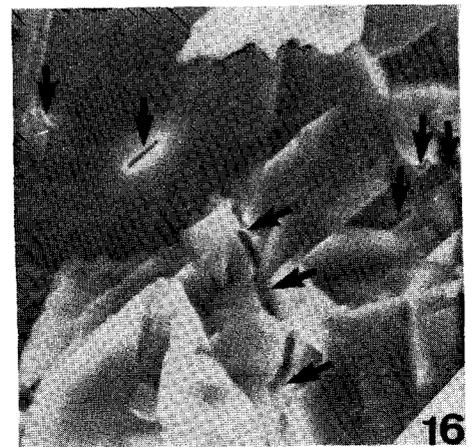
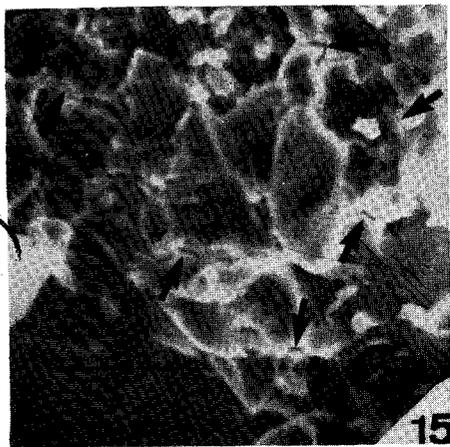
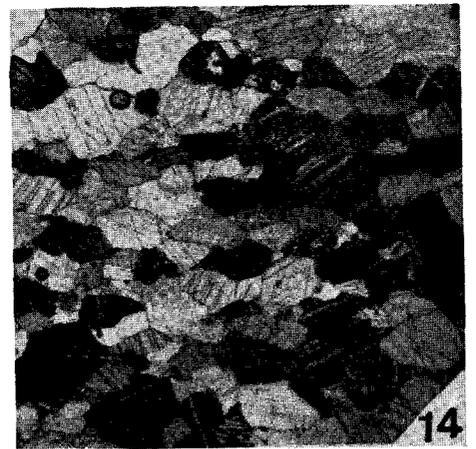
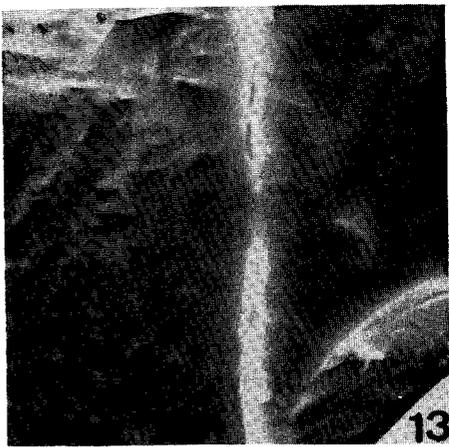
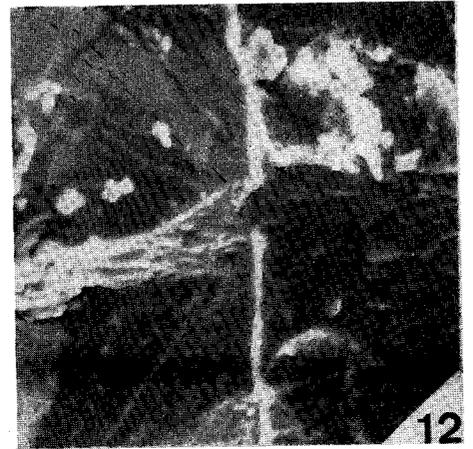
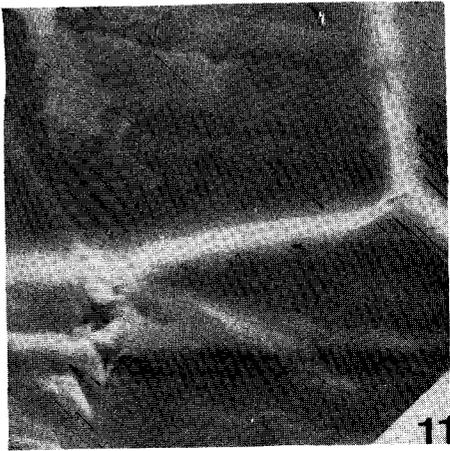
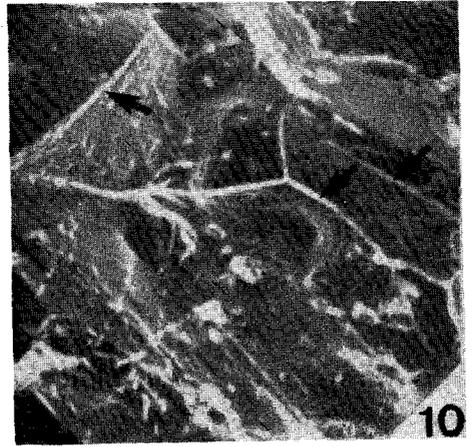
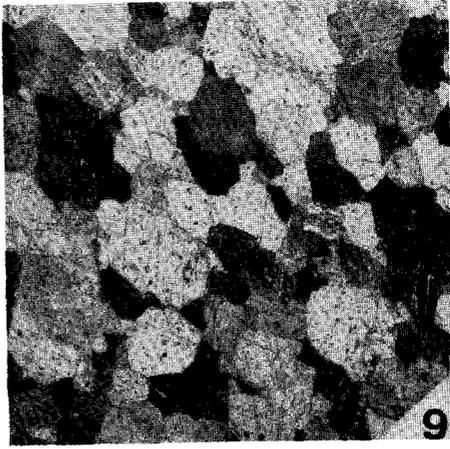
Photo 14. lame mince (Lumière polarisée Gr = 35).

Photo 15. Fissures intergranulaires (flèches). (SEM, G x 750, marbre D).

Photo 16. Fissure intergranulaire et pores à bords parallèles à l'intérieur d'un grain (flèches). (SEM, G x 2000, marbre D).



BUS  
LILLE



BUS  
LILLE

## Annexe 2.

# 1° Partie : RELATIONS ENTRE LA MICROSTRUCTURE DE CALCAIRES MICRITIQUES ET LEURS FACIES DE RUPTURE EXPERIMENTALE.

Cette annexe présente les relations entre la microstructure décrites en annexe 1 et leurs faciès de rupture en domaine fragile. La technique utilisée est soit l'observation directe par microscopie électronique à balayage (MEB) des surfaces de rupture métallisées, soit l'observation par microscopie électronique à transmission de *répliques* directes au carbone. Les renseignements microstructuraux ne peuvent être que partiels. En effet, l'observation ne portant que sur des fractures, se limite aux surfaces préférentiellement balayées par la rupture. La géométrie des joints peut être définie quantitativement par stéréoscopie en utilisant la platine goniométrique porte objet du microscope à transmission. En microscopie à balayage, on peut mettre en évidence la morphologie des grains ainsi que la composition chimique des phases en présence par l'analyse des rayons RX émis.

La rupture étant éminemment fragile dans les micrites, on se référera à titre comparatif aux faciès bien connus de rupture fragile des métaux (HENRY et *al.* | 72 |).

### A. 2.1 Préparation des échantillons.

#### MICROSCOPIE EN TRANSMISSION

La technique utilisée est une technique de réplique. Deux méthodes peuvent être employées | 23 |, | 47 | : réplique directe sur surface de fracture, ou réplique sur empreinte plastique de la surface de rupture.

La méthode de la réplique directe au carbone a été ici utilisée : les reliefs des surfaces de rupture et l'évaporation directionnelle du carbone donne un contraste suffisant. Le décollement de la réplique est obtenu par une attaque brome-éthanol (10 % de brome) de la partie carbonatée. Dans quelques cas, la réplique a été orientée par rapport à l'axe de compression, par exemple.

#### MICROSCOPIE À BALAYAGE

Pour éviter les effets de charges dus à la non-conductivité des roches calcaires, les surfaces à observer sont métallisées sur un porte objet tournant. Les meilleurs résultats sont obtenus par vaporisation d'or-palladium, ou successivement de carbone puis d'aluminium.

### A. 2.2 Caractérisation des impuretés et de la porosité.

#### IMPURETÉS

L'analyse chimique révèle un pourcentage d'impuretés (annexe 1) que l'on peut supposer être en partie des minéraux argileux. En microscopie à transmission, ont

été mises en évidence de fines plaquettes hexagonales (photo A.2.1) ; elles sont fichées dans la réplique, y demeurent après l'attaque acide, car insolubles. Ces plaques de l'ordre du micron et de quelques centaines d'angströms d'épaisseur, transparentes aux électrons, sont généralement localisées en périphérie des plus gros grains de calcite, et, de toutes façons toujours en joint de grains (ph. A.2.2). En microscopie à balayage, apparaissent, par places, des plaquettes de 10 à 30  $\mu\text{m}$  de diamètre (ph. A.2.3), de structure phylliteuse, visibles sur une épaisseur de l'ordre du micron. L'analyse semi quantitative des rayons RX émis permet de retrouver les éléments  $\text{Si}$ , Al et  $\text{Fe}$ . Il s'agit, en toute vraisemblance, d'argiles.

### POROSITÉ

La porosité mise en évidence expérimentalement (annexe 1), a été recherchée en microscopie.

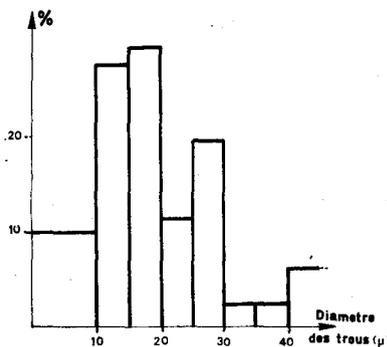


Figure A.2.1  
Histogramme de la distribution en nombre, des diamètres des trous dans la micrite c.

En microscopie à balayage, on note l'existence de trous subsphériques (ph. A.2.4 et A.2.5). La figure A.2.1 donne la distribution du diamètre de tels trous pour la micrite c. Ces vides ne semblent pas contribuer à la porosité ouverte. Ces vides clos peuvent être, soit des défauts d'empilement des amas sphériques constitutifs des micrites, soit ce qui paraît moins évident dans le cas des micrites étudiées, les restes de tests planctoniques. Les parois peuvent être tapissées de cristaux bien formés (ph. A.2.6).

La microporosité n'a pu être à ce stade clairement mise en évidence.

### A. 2.3 Texture.

La texture des micrites est généralement définie dans la littérature à partir de micrographies par des paramètres tels que taille des grains, forme des grains, contact des grains et rondeur (roundness) [47]. Une brève description est reprise ici, en précisant uniquement les points originaux : l'existence de joints de coïncidence peut être, en particulier, établie pour les micrites étudiées.

### GRANULOMÉTRIE

FOLK [48] présente les micrites comme les calcaires à grains de taille inférieure à 3,5  $\mu\text{m}$ . Les micrites étudiées répondent à ce critère de taille (ph. A.2.7). Néanmoins, la granulométrie n'est pas homogène dans sa distribution. On note, par exemple, l'existence d'agglomérats de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$  faits de grains de taille assez homogène dont le diamètre moyen est de l'ordre de 0,6  $\mu\text{m}$  (ph. A.2.8). L'étude statistique revêt par ailleurs un caractère semi quantitatif car l'hétérogénéité de distribution conditionne la rupture et donc la surface observa

ble en microscopie électronique. Les micrites a, b, c, f et g montrent la majeure partie des grains ( $\approx 80\%$  en surface entre  $1,5\ \mu\text{m}$  et  $3,5\ \mu\text{m}$  avec quelques gros grains de l'ordre de  $10\ \mu\text{m}$ . La micrite e par contre révèle deux pôles de distribution : l'un aux environs de  $0,6\ \mu\text{m}$  et l'autre entre  $1,5$  et  $3,5\ \mu\text{m}$ .

Les plus petits grains rencontrés ont une taille de  $0,1\ \mu\text{m}$ .

### FORME DES GRAINS

La plupart des auteurs décrivent la forme des grains de micrite comme allant de "rond" (anhédrale) à une forme polyédrale ou euhédrale. Les observations sur répliques permettent de préciser la morphologie de grains qui dépend d'ailleurs essentiellement de leur taille. Les grains ont été classés en trois classes : diamètre de  $0,1$  à  $1\ \mu\text{m}$ , diamètre de  $1$  à  $3,5\ \mu\text{m}$  et diamètre supérieur à  $3,5\ \mu\text{m}$ .

#### Classe $0,1 - 1\ \mu\text{m}$ (ph. A.2.8, 9 et 10)

Dans cette classe, les grains sont de forme simple, c'est-à-dire limités par un nombre réduit de faces, soit cristallographiques, soit courbes.

Les faces cristallographiques sont le plus souvent des faces d'indices simples (mise en évidence par stéréométrie, voir 2ème partie de cette annexe 2). Elles correspondent aux faces de croissance cristalline. Les faces courbes seraient elles, le résultat d'une dissolution.

Le volume poreux doit être situé en grande partie dans cette classe de grains associés généralement en amas. Les microfractographies suggèrent en effet que la plus grande partie du volume poreux est associé à cette classe de grains caractérisée par de nombreuses surfaces courbes et microvides en forme de dièdres très aigus. (ph. A.2.7 et A.2.10). Le diamètre des vides entre grains non jointifs est de l'ordre de  $0,1\ \mu\text{m}$  et correspond au second pôle de rayon moyen d'entrée de pores. On note que ces amas poreux de grains de  $0,1$  à  $1\ \mu\text{m}$  sont ceinturés par de plus gros grains coalescents constituant un milieu beaucoup moins poreux. Le porosimètre au mercure a donc minimisé cette classe de pores de  $0,1\ \mu\text{m}$  difficilement accessibles, sauf s'ils sont en surface libre par le jeu des fractures.

#### Classe $1 - 3,5\ \mu\text{m}$ (ph. A.2.11 et A.2.12)

Les formes sont également de type rhomboédrique. Les faces sont néanmoins plus complexes que précédemment et montrent systématiquement des gradins de croissance qui zigzaguent autour d'une direction pyramidale rhomboédrique. Aucune face courbe n'apparaît dans cette classe. La surface des joints n'est cependant pas parfaite, on y décèle une fine ponctuation (ph. A.2.13) qui pourrait correspondre, au moins par sa taille, aux pores de  $100$  à  $150\ \text{Å}$ .

#### Classe des grains de $10\ \mu$ (ph. A.2.14).

Ces gros grains apparaissent systématiquement clivés dans les surfaces de rupture et n'ont pas de formes cristallographiques définies. Ils épousent les formes des grains plus petits qui les entourent. Ils sont parfois mâclés. Il semblerait que ces grains aient cru au sein du matériau dans des vides subsphériques préexistants. Les surfaces clivées de ces grains indiquent la présence de petites inclusions carbonatées de  $0,1\ \mu\text{m}$  (ph. A.2.15).

En résumé, la granulométrie des micrites observées ne permet pas de distinguer des grains d'un ciment, également granulaire. Les grains de  $0,1$  à  $1\ \mu\text{m}$  s'organisent en amas de l'ordre de  $10$  à  $30\ \mu\text{m}$  (ph. A.2.16). La superposition de ces amas forme un édifice plus ou moins compact. Les pores subsphériques observés ainsi que les vides dans les amas de petits grains de  $0,1$  à  $1\ \mu\text{m}$  représenteraient localement le volume poreux initial de la roche. La cohésion et la compacité actuelle seraient assurée par croissance cristalline.

## NATURE DES LIMITES DE GRAINS - JOINTS DE COÏNCIDENCE

L'étude de la morphologie des joints de grains a été abordée par de nombreux auteurs ( | 47 | - | 50 | ). La géométrie des joints conduit à une classification structurale : structure euhédrale si les grains ont des formes cristallographiques et anhédrale si les grains n'ont pas de formes géométriques définies. Une telle opposition n'apparaît plus si l'on examine les joints de grains, c'est à dire *la surface commune à deux grains adjacents* : tout joint est géométriquement bien défini. Dans la classe de grains 0,1 - 1 µm, les joints sont des faces d'indices généralement simples.

Une étude stéréométrique (ph. A.2.17 et A.2.18 et 2ème partie) montre que, deux grains sont accolés souvent par des faces de même indice. Ceci peut donc mettre en lumière la notion de joints de coïncidence, notion définie et développée par BOLLMAN | 13 |. Chacun des grains en *coïncidence* montre alors avec son voisin une continuité partielle ou totale de réseau cristallographique.

Lorsque deux grains adjacents sont positionnés de manière identique (ph. A.2.15), il y a continuité des réseaux cristallins, la coïncidence est alors d'ordre 1. De nombreuses autres configurations moins parfaites (ordre supérieur à 1) peuvent exister (ph. A.2.19, 20 et 21). L'acquisition de ces multiples positions d'équilibre serait, à titre d'hypothèse, originelle. Par mouvement brownien, les particules cristallines de taille de l'ordre du micron, en suspension dans l'eau, rentrent accidentellement en contact, par exemple un coin avec une face {1 0 1 1}. Schématiquement, on peut décrire l'acquisition d'équilibre de la manière suivante : le grain tourne pour mettre en contact une arête avec le plan {1 0 1 1}, une seconde rotation amène au contact deux faces, généralement de mêmes indices, une dernière rotation relative peut amener les deux grains accolés en l'une des différentes positions de coïncidence. Ces sites de coïncidence conduisent à une position de stabilité d'autant plus grande que la coïncidence de réseau est plus élaborée entre les deux grains.

Ce phénomène d'agglomération ordonnée a été observé pour des particules de MgO et CdO dans des fumées | 23 |. Lorsque la taille de l'agglomérat ainsi formé devient critique, il se dépose : cette taille dépend de la viscosité et de la turbulence du milieu, marin dans le cas présent.

L'espace n'est pas rempli totalement par l'association de formes rhomboédriques et par l'accolement "au hasard". Il y a donc une porosité de géométrie complexe conduisant, lors de la circulation des fluides à des dissolutions et des cristallisations par "pressure-solutions".

La limite entre deux grains peut être moins simple qu'un plan, par exemple, une surface en zig-zag : la croissance cristalline entre deux grains non jointifs, par gradins successifs conduit à un joint en zig-zag dans la direction d'énergie minimale (ph. A.2.22). Ces micrites peuvent être classées en fonction du degré de croissance cristalline, c'est à dire de la densité des joints en zig-zag, observée sur les fractographies (tab. A.2.1).

micrite	degré de croissance cristalline
a	moyen
b	moyen
c	moyen
d	très faible
e	très élevé
f	moyen

Tableau A.2.1

Caractérisation du degré de croissance cristalline des différentes micrites étudiées.

Lorsque les vides sont limités par des surfaces de grains non soumises à dissolution, on relève l'existence de dièdres aigus (ph. A.2.23). Par contre, lorsque la surface d'un grain est curviplanaire ou quelconque, elle souligne l'existence d'un pore (ph. A.2.24).

## A.2.4 Facies de rupture expérimentale.

La rupture est obtenue en compression uniaxiale d'éprouvettes parallélépipédiques ( $7 \times 7 \times 25 \text{ mm}^3$ ). Les répliques correspondent aux surfaces axiales de rupture. Elles ont parfois pu être orientées par rapport à la contrainte.

Le mode de rupture des micrites dépend de la taille des grains (ph. A.2.7 et 25). La rupture est intergranulaire pour des grains de petite taille (inférieurs à  $1 \mu\text{m}$ ) alors qu'elle est intragranulaire pour ceux supérieurs à  $3 \mu\text{m}$ . La figure A.2.2 indique la probabilité de rupture intragranulaire par clivage des

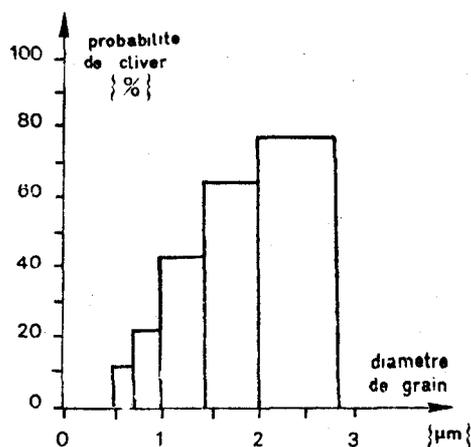


Figure A.2.2

Probabilité de cliver un grain de micrite en fonction de la taille de grain.

grains de la micrite c en fonction de leur taille dans un essai de compression uniaxiale à vitesse constante  $\dot{\epsilon} = 710^{-6} \text{ s}^{-1}$ . On note par ailleurs que la tendance à la décohesion intergranulaire augmente avec la vitesse de déformation en compression uniaxiale. La résistance ultime croît alors, en outre, sensiblement.

### LES FACIES DE RUPTURE INTRAGRANULAIRE

La rupture intergranulaire, dans les grains de calcite, s'effectue selon le clivage  $10\bar{1}1$  (ph. A.2.26). Les surfaces clivées ne sont pas parfaitement planes. Leur morphologie diffère en effet suivant la taille du grain clivé.

1) Dans les plus gros grains (ph. A.2.1 et A.2.27) on note la présence de rivières très semblables à celles décrites dans les ruptures fragiles et semi-fragiles des métaux  $|\bar{1}1|$ : elles indiqueraient la présence de dislocations vis créant une marche dont la hauteur est proportionnelle à la densité des dislocations rencontrées. Elles donnent le sens de propagation de la rupture qui est celui de leur confluence. Les sources de rivières s'alignent le plus souvent soulignant alors la légère désorientation entre deux grains ou encore les bandes à l'intérieur d'un même grain (ph. A.2.27).

Dans le cas des grains observés de taille supérieure à  $4 \mu\text{m}$ , la hauteur des rivières d'une surface de clivage, obtenue lors de la rupture en compression de la roche reste toujours faible; le contenu en dislocations de tels grains

reste donc très faible, comme cela a été montré | 5 | en lames ultra minces en microscopie électronique en transmission.

La conséquence de telles observations est directe : les déformations obtenues lors des essais de compression uniaxiale ou même sous faible tenseur sphérique, ainsi que celles observées sur le terrain, n'ont pu se produire par déformation plastique intracristalline.

2) Dans les grains clivés de diamètre inférieur à  $4 \mu\text{m}$ , apparaissent des structures plumeuses (ph. A.2.28) qui se distinguent clairement des précédentes rivières par leur relief beaucoup plus doux. On ne constate aucun gradin net caractéristique de la rivière. Ces structures microscopiques sont identiques aux structures plumeuses et en chevrons (Hacklemarks) observées à plus grande échelle (ph. A.2.29). Ce type de structure résulte d'un mécanisme de propagation d'ondes : l'onde émise et l'onde réfléchie sur le joint de grain provoquent localement sur la surface de clivage une concentration importante de contraintes induisant une plastification. Ces reliefs correspondent aux trajectoires de contraintes. SYMEGASH |161 | a décrit théoriquement l'interaction d'ondes de traction et de compression dans de multiples configurations. La forme des reliefs (plumes, chevrons...) ne dépend que de la nature de la source d'émission de l'onde (ponctuelle, multiponctuelle, linéaire...), de la forme de la surface de réflexion et du coefficient de Poisson.

Le sens de la propagation de la rupture, à l'inverse des rivières, est donné par le sens de la divergence des reliefs.

La photo A.2.30 montre une source ponctuelle qui est un noeud triple de joints de grains. La photo A.2.31 représente une source d'étendue non négligeable puisqu'il s'agit d'un petit grain inclus dans le gros grain clivé. Les structures plumeuses peuvent apparaître après un amorçage de la rupture à partir d'une microfissure (ph. A.2.32). La photo A.2.33 indique que la rupture n'a pas eu lieu continuellement par déplacement parallèlement à lui-même du front de fissure mais par différents réamorçages. Dans ce cas, à l'échelle de la photo, les sens élémentaires de propagation peuvent être très variables. La configuration en multi-sources peut aussi être mise en évidence partir d'un joint de grain. (ph. A.2.34 et 35). La fissure lors de son passage d'un grain au suivant perpendiculairement au joint se réamorçe en plusieurs points selon la nature du joint lui-même.

Les structures plumeuses sont toujours la caractéristique d'une rupture à grande vitesse. Elles s'apparentent aux lignes de WALLNER |174 |.

Remarque : des structures proches de "ribmarks" sont en outre observées. Elles sont périodiques (ph. A.2.36) et distinctes des structures plumeuses. BAFTA et al | 3 | suggèrent que ces oscillations périodiques correspondent en front de fissure "à une libération maximale d'énergie élastique selon un chemin d'énergie de surface minimale". On rencontre, par exemple (ph. A.2.37) ce type de faciès périodique après le franchissement par la rupture d'un joint de grain au niveau duquel une particule argileuse molle a bloqué momentanément l'avancement de la fissure.

### INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE

Des essais de compression ont été effectués à  $550^\circ\text{C}$  à la vitesse de déformation de  $7 \cdot 10^{-6} \text{s}^{-1}$ , après que le temps de mise en chauffe ait été de l'ordre de 7 heures. Les principales observations sont alors les suivantes :

1) On observe sur les joints des grains des "figures de corrosion" (ph. A.2.38 et 39). Ces figures semblent être la trace du dégazage issu de la décomposition thermique de  $\text{CaCO}_3$  ( $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$ ). On peut penser alors que ce dégazage a eu lieu pendant le temps de chauffage au niveau des fins pores (de l'ordre de  $100 \text{ \AA}$ ) situés alors en joints de grains.

2) Les reliefs plumeux existent toujours (ph. A.2.40 et 41). Cependant,

on a pu noter une nette tendance à une fissuration stable : de nombreuses fissures dont la longueur est de quelques microns et souvent issues de noeuds triples existent dans l'échantillon avec une densité importante (ph. A.2.42 et A.2.43) ce qui n'était pas le cas à température ambiante. Ceci permet de comprendre les déformations relativement importantes enregistrées alors qu'aucune déformation plastique apparente des grains n'a pu être mise en évidence.

## 2° Partie: STERÉOMETRIE.

Pour déterminer à partir de photographies planes les angles de dièdres la réplique au carbone est placée dans l'étage goniométrique du microscope électronique en transmission. Cet étage permet une rotation autour de l'axe  $y'$ , parallèle au plan de l'image (axe de "tilt") et une rotation de la grille support de l'objet sur elle-même.

Dans ce qui suit, nous adopterons les conventions d'orientation suivantes : (fig. A.2.3) sont adoptées.

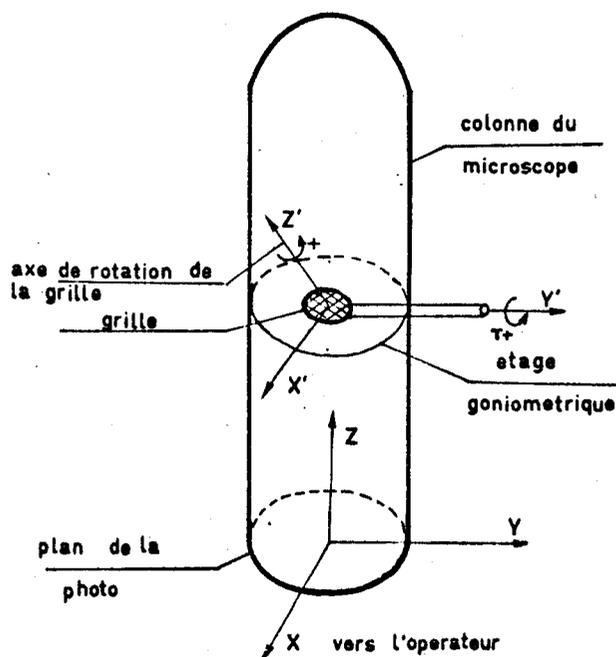


Figure A.2.3

Description sommaire de la colonne d'un microscope en transmission.

- Plan de l'image ( $O/X, Y$ )
- Axe  $OZ$  vertical ascendant, lié à la colonne du microscope.

La définition du dièdre se fera par les trois vecteurs unitaires des arêtes  $e_a$ ,  $e_b$  et  $e_c$ . (fig. 1.2.4.a), repérés en coordonnées sphériques (fig. A.2.4.b.). Dans le plan de la photographie, la figure obtenue est donnée en A.e.4.c.

### NOTATIONS (fig. A.2.4)

- $\alpha, \beta, \gamma$ , angles polaires dans le plan  $(X, Y)$  respectivement des vecteurs unitaires  $e_a, e_b$ , et  $e_c$  (longitude)
- $\delta_a, \delta_b, \delta_c$  angles des vecteurs unitaires avec la verticale (latitude).

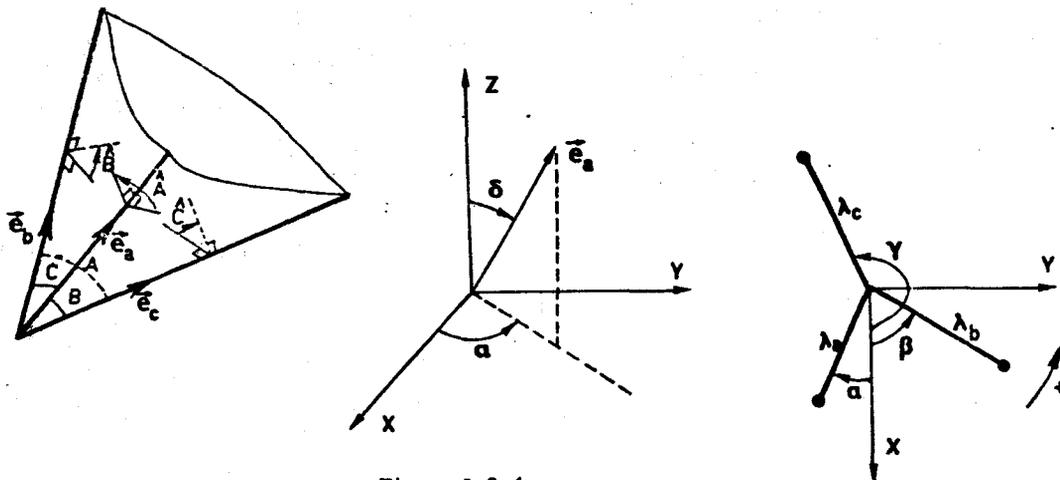


Figure A.2.4

Définition des paramètres utilisés :

- (a) trièdre observé,
- (b) repérage sphérique d'une arête du trièdre,
- (c) projection des arêtes (photo).

- A, B, C angles entre les vecteurs unitaires
- $\hat{A}$ ,  $\hat{B}$ ,  $\hat{C}$  angles des dièdres.
- $\tau$  angle de tilt
- $\theta$  angle de rotation de la grille.

Les indices 1, 2, 3 correspondent aux photos 1, 2, 3.

Remarque : l'axe Y n'est pas en pratique parallèle à l'axe Y' car les lentilles électromagnétiques font tourner l'image. La position de l'axe Y est déterminé expérimentalement pour la platine goniométrique utilisée et pour chaque grandissement utilisé.

## . UTILISATION DU TILT

### . Méthode des angles.

Une première photo est prise à un tilt  $\tau_1$  et à un angle de rotation  $\theta$ . Pour prendre une seconde photo, l'angle de tilt est seul changé et devient  $\tau_2$ . Les grandeurs mesurables sont  $\alpha_1, \beta_1, \gamma_1$  et  $\alpha_2, \beta_2, \gamma_2$ . La détermination des angles  $\hat{A}, \hat{B}, \hat{C}$  passe par la détermination de  $\delta_{a_1}, \delta_{b_1}, \delta_{c_1}$  puis de A, B, C.

. Dans le repère (O/X, Y, Z), les vecteurs unitaires sont donnés par

$$e_{a_i} = \begin{bmatrix} \sin \delta_{a_i} \cos \alpha_i \\ \sin \delta_{a_i} \sin \alpha_i \\ \cos \delta_{a_i} \end{bmatrix} \quad e_{b_i} = \begin{bmatrix} \sin \delta_{b_i} \cos \beta_i \\ \sin \delta_{b_i} \sin \beta_i \\ \cos \delta_{b_i} \end{bmatrix} \quad e_{c_i} = \begin{bmatrix} \sin \delta_{c_i} \cos \gamma_i \\ \sin \delta_{c_i} \sin \gamma_i \\ \cos \delta_{c_i} \end{bmatrix}$$

Le passage de  $e_{a_1}$  à  $e_{a_2}$  s'exprime par  $e_{a_2} = P e_{a_1}$

avec P matrice de rotation (autour de l'axe Y)

$$P = \begin{pmatrix} \cos (\tau_2 - \tau_1) & 0 & \sin (\tau_2 - \tau_1) \\ 0 & 1 & 0 \\ -\sin (\tau_2 - \tau_1) & 0 & \cos (\tau_2 - \tau_1) \end{pmatrix}$$

En écrivant le rapport des composantes sur Y et sur X, après avoir effectué la rotation de tilt, on obtient :

$$\cotg \delta_a = \frac{1}{\tg \alpha_2} \cdot \frac{\sin \alpha_1}{\sin (\tau_2 - \tau_1)} - \frac{\cos \alpha_1}{\tg (\tau_2 - \tau_1)}$$

avec  $-\frac{\pi}{2} < \delta_{a1} < \frac{\pi}{2}$

Des relations semblables pour  $\delta_a$  et  $\delta_c$  sont obtenues de manière identique.

Les valeurs de A, B, C sont obtenues en exprimant les produits scalaires :  $e_b \cdot e_c = \cos A$  ;  $e_c \cdot e_a = \cos B$  ;  $e_a \cdot e_b = \cos C$ , ce qui donne :

$$\begin{aligned} \cos A &= \sin \delta_{b_1} \cdot \sin \delta_{c_1} \cdot \cos(\gamma_1 - \beta_1) + \cos \delta_{b_1} \cdot \cos \delta_{c_1} & 0 < A < \pi \\ \cos B &= \sin \delta_{c_1} \cdot \sin \delta_{a_1} \cdot \cos(\alpha_1 - \gamma_1) + \cos \delta_{e_1} \cdot \cos \delta_{a_1} & 0 < B < \pi \\ \cos C &= \sin \delta_{a_1} \cdot \sin \delta_{b_1} \cdot \cos(\beta_1 - \alpha_1) + \cos \delta_{a_1} \cdot \cos \delta_{b_1} & 0 < C < \pi \end{aligned}$$

Après un petit calcul simple, l'on en déduit les valeurs des angles des dièdres  $\hat{A}$ ,  $\hat{B}$ ,  $\hat{C}$  :

$$\begin{aligned} (A.2.3) \quad \tg \hat{A} &= \sqrt{\frac{\sin^2 B \cdot \sin^2 C - (\cos A - \cos C \cdot \cos B)^2}{\cos^2 A - \cos C \cdot \cos B}} & 0 < \hat{A} < \pi \\ \tg \hat{B} &= \sqrt{\frac{\sin^2 C \cdot \sin^2 A - (\cos B - \cos A \cdot \cos C)^2}{\cos^2 A - \cos A \cdot \cos C}} & 0 < \hat{B} < \pi \\ \tg \hat{C} &= \sqrt{\frac{\sin^2 A \cdot \sin^2 B - (\cos C - \cos B \cdot \cos A)^2}{\cos^2 C - \cos B \cdot \cos A}} & 0 < \hat{C} < \pi \end{aligned}$$

. Méthode des angles

Les projections sur l'axe X sont utilisées. Notons  $a_x$  la projection de  $e_a$  sur l'axe X, alors :

$$(A.2.4) \quad \cotg \delta_{a1} = \frac{\cos \alpha_1}{\sin (\tau_2 - \tau_1)} \frac{a_{x1}}{a_{x2}} - \cos (\tau_2 - \tau_1)$$

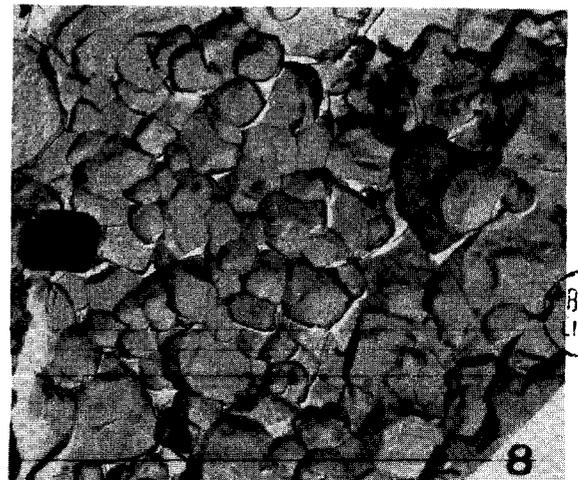
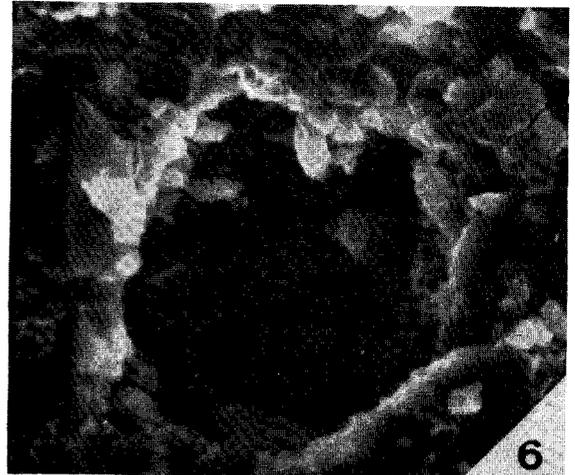
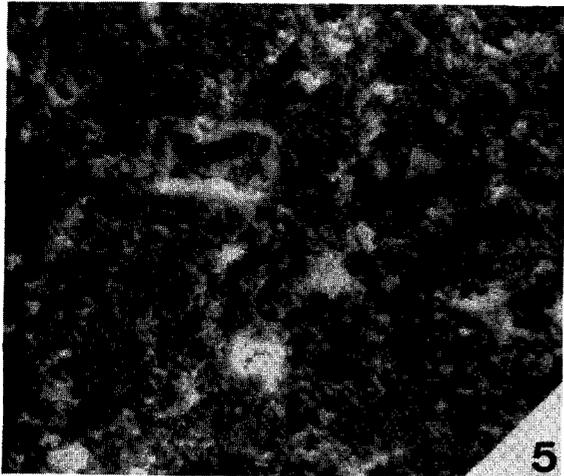
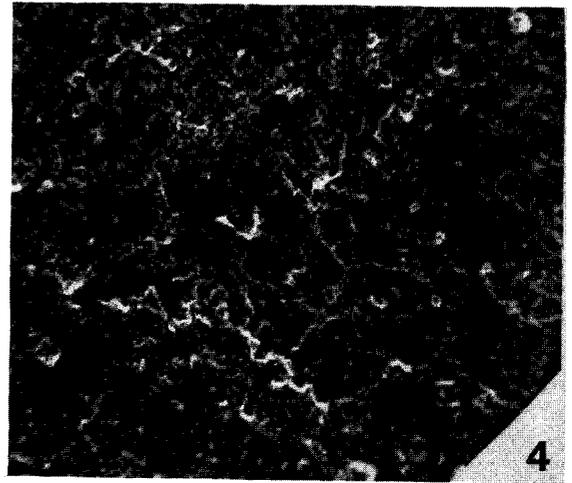
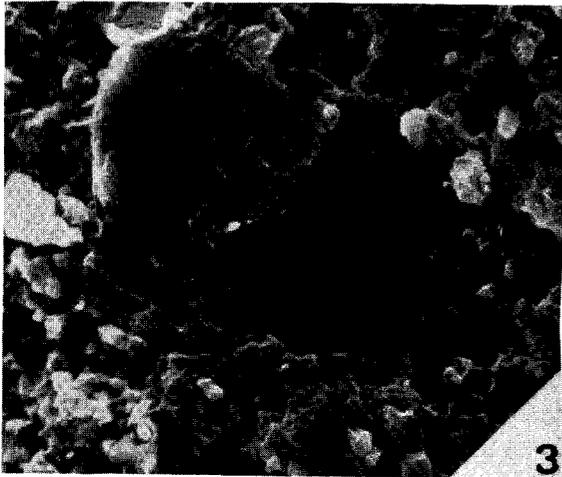
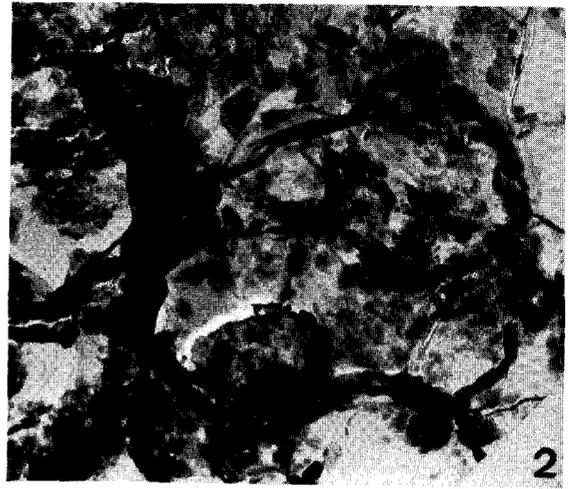
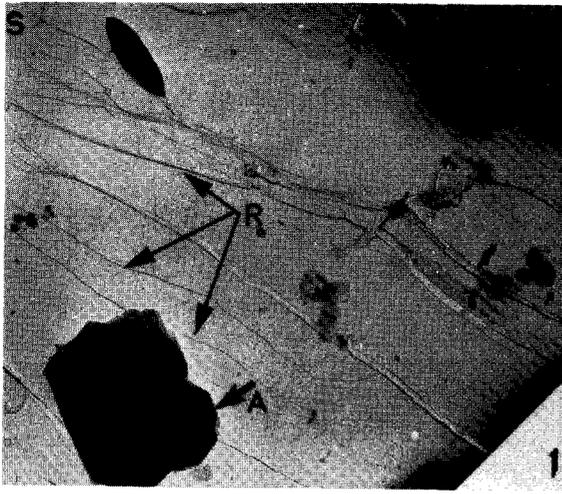
pratiquement, on repère un point caractéristique de l'arête considérée et l'on étudie son évolution.

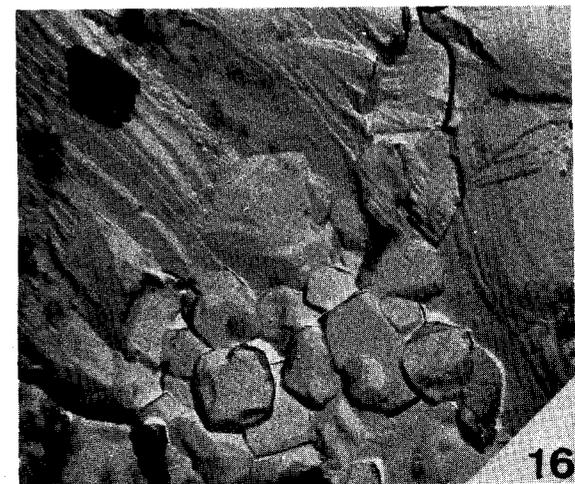
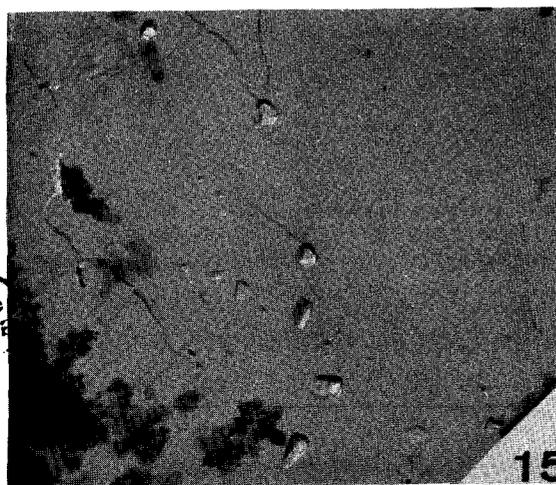
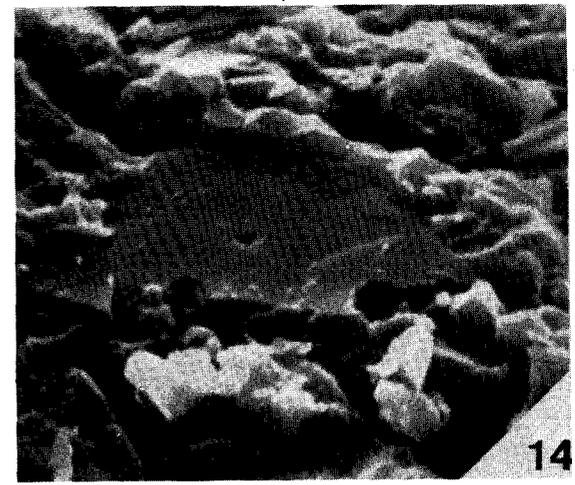
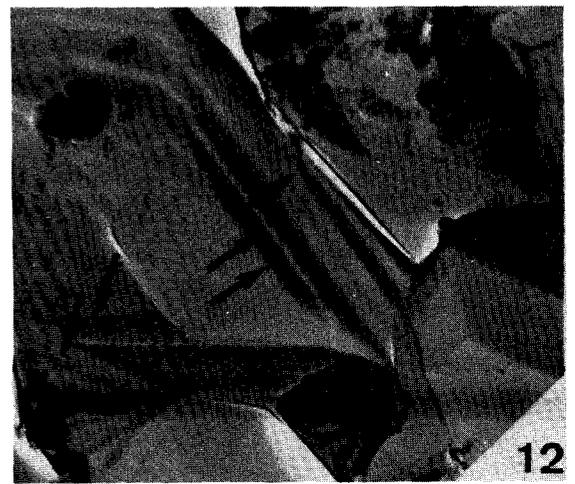
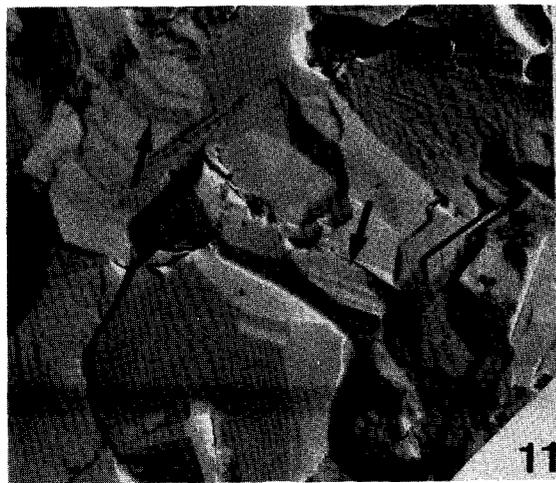
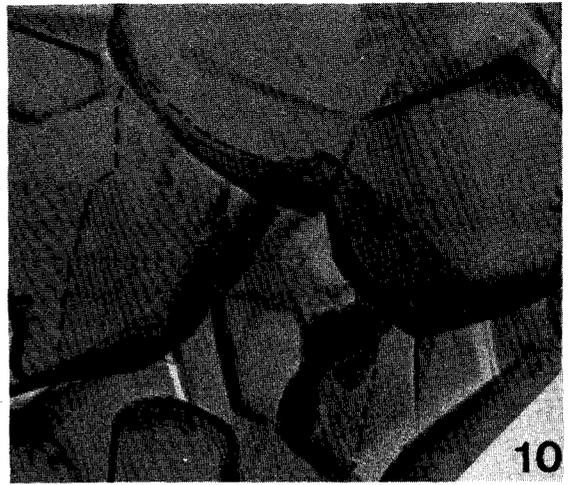
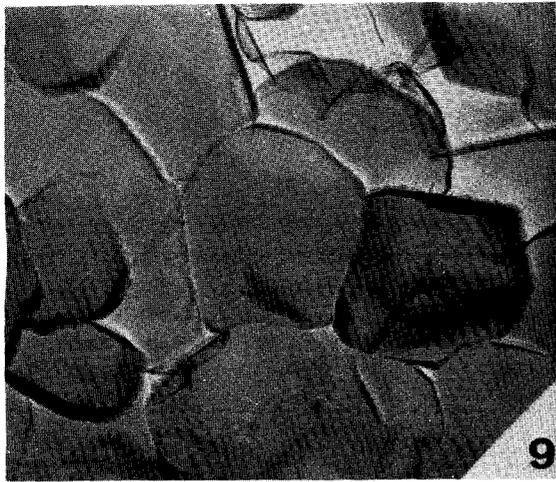
Remarque : 1) dans le cas où l'angle  $\alpha_i$  ( $\beta_i$  ou  $\gamma_i$ ) est nul ou égal à  $\pi$  la formule A.2.1 ne peut pas être utilisée et il faut avoir recours à la formule (A.2.4).

2) avant de commencer les calculs, on peut vérifier la validité des lectures sur les photos. Si l'on note  $\lambda_a$  la projection de l'arête  $e_a$  dans le plan (X, Y), l'on devra avoir :

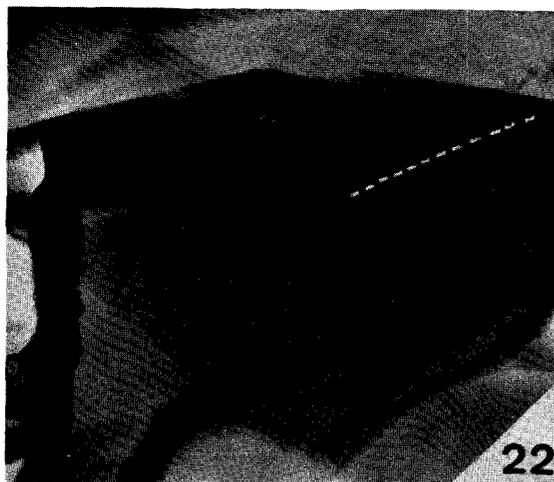
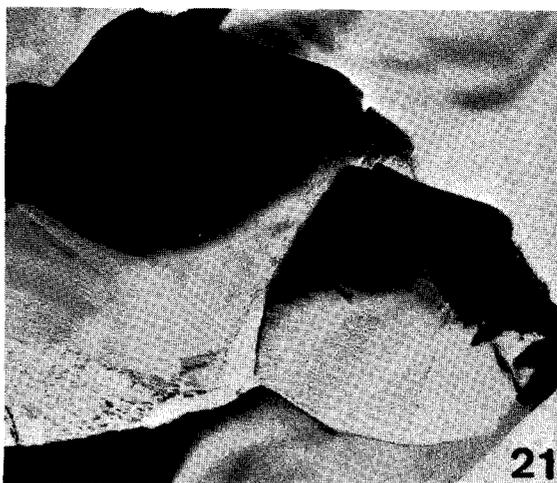
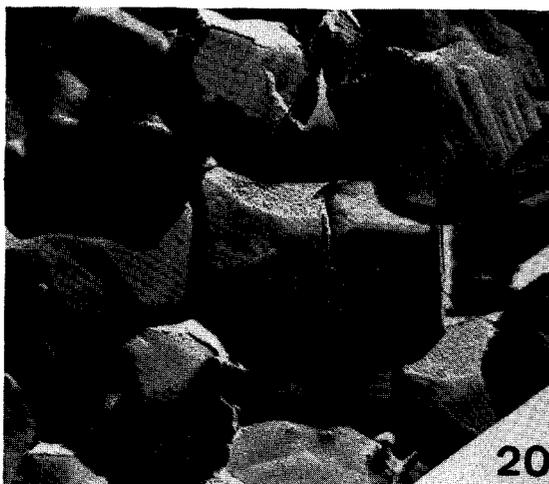
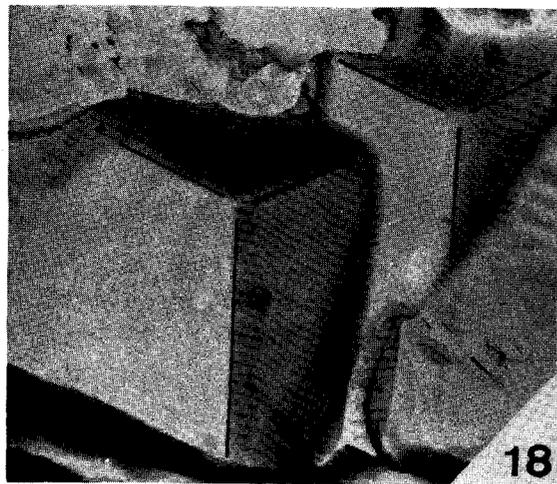
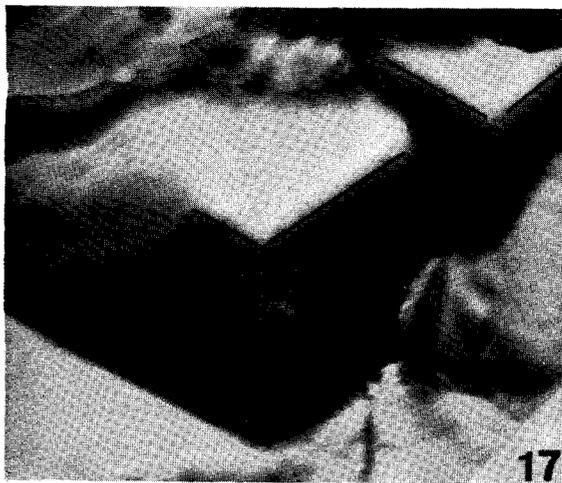
$$\frac{\lambda_{a1}}{\lambda_{a2}} = \frac{\sin \alpha_2}{\sin \alpha_1}$$

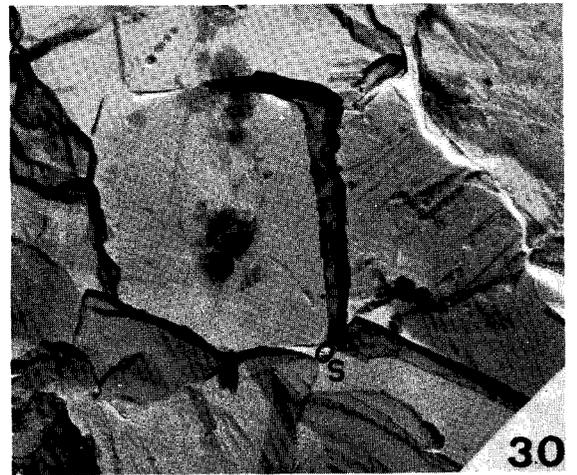
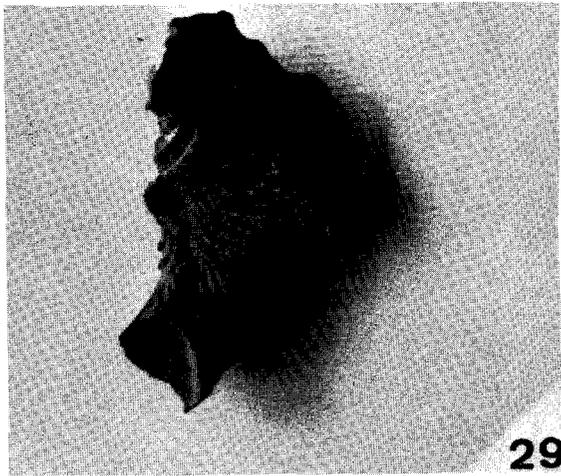
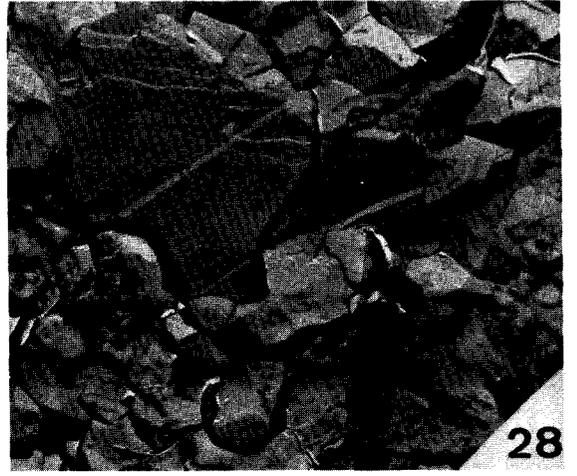
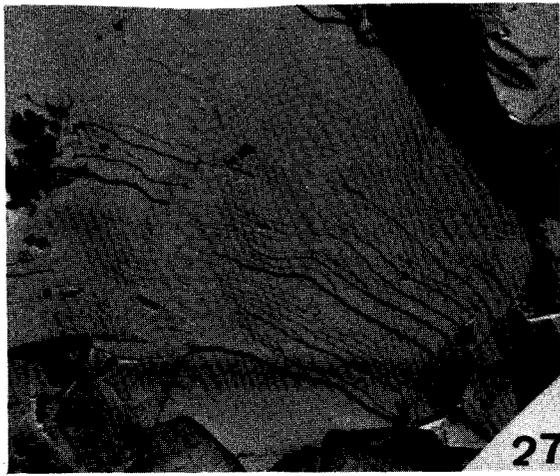
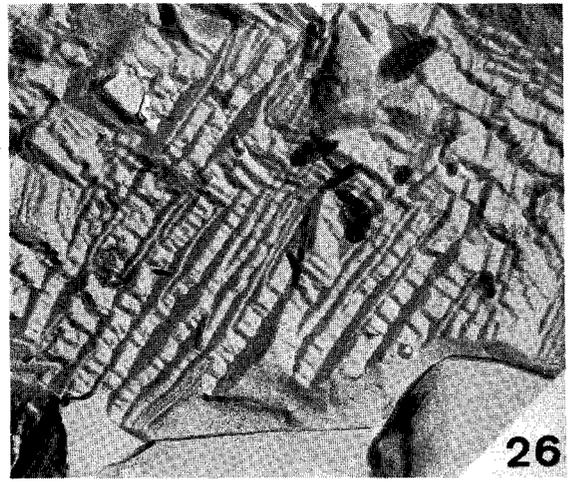
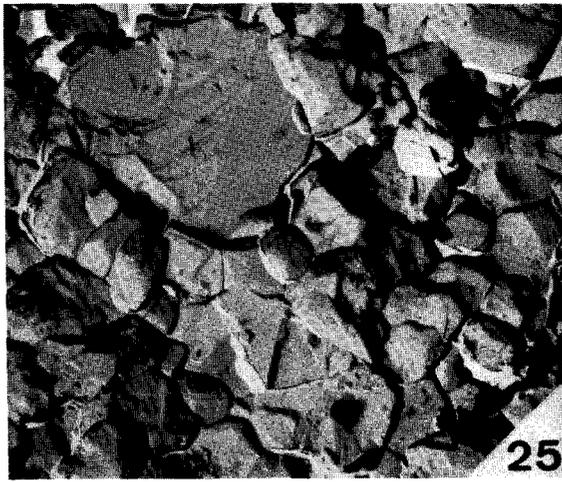




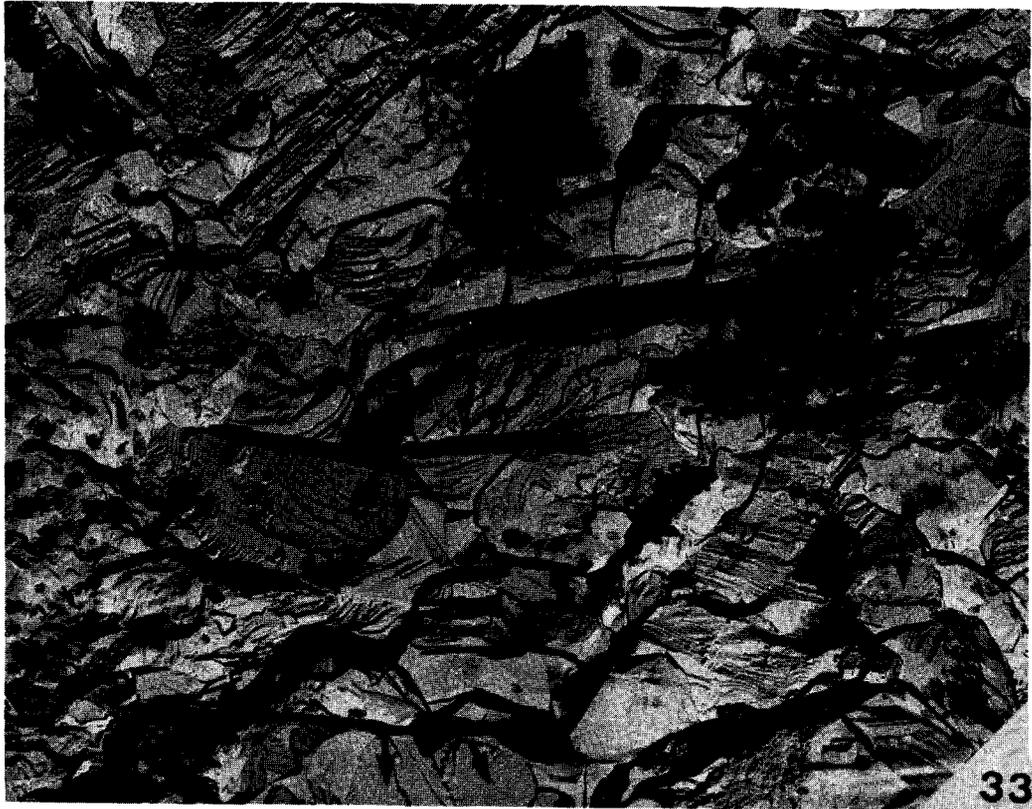


505  
LILLE





BIIS  
LILLE



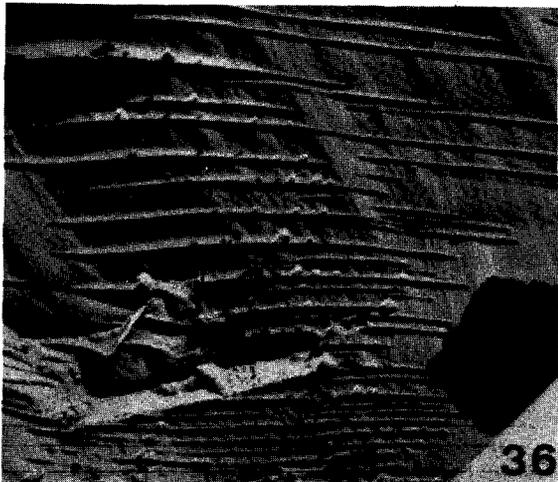
33



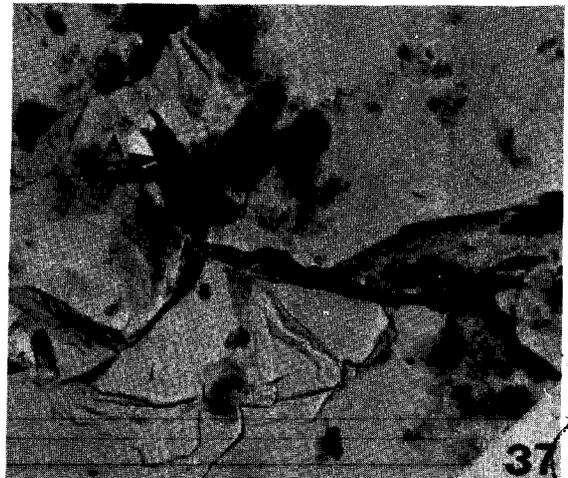
34



35

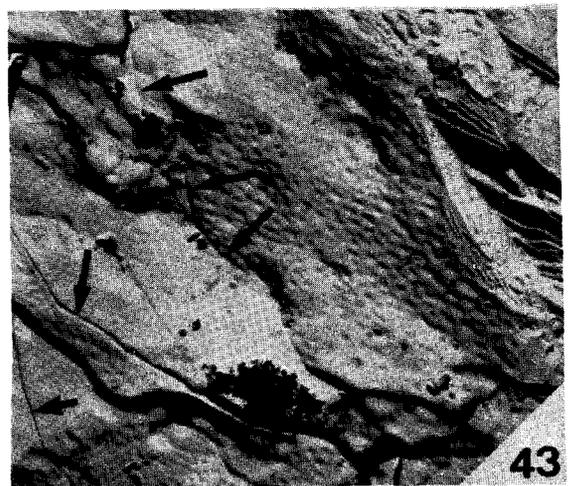
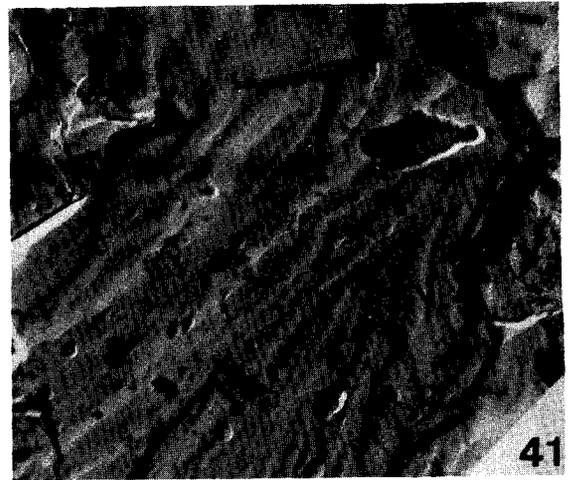
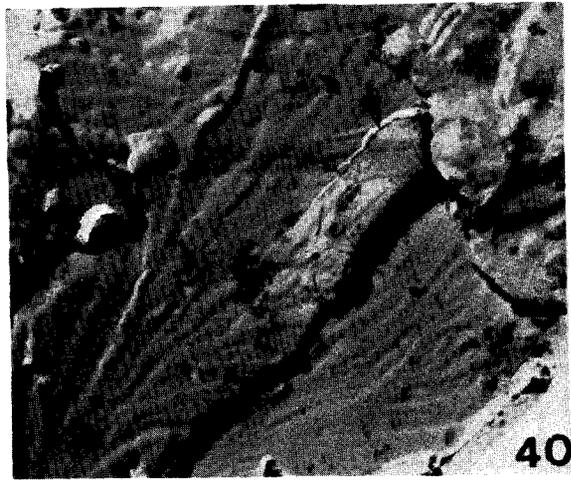
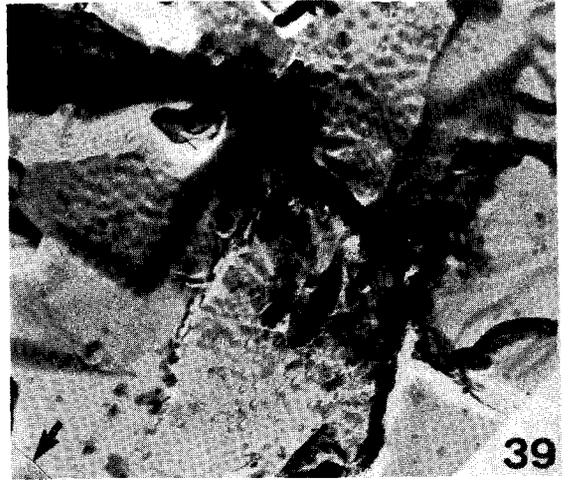
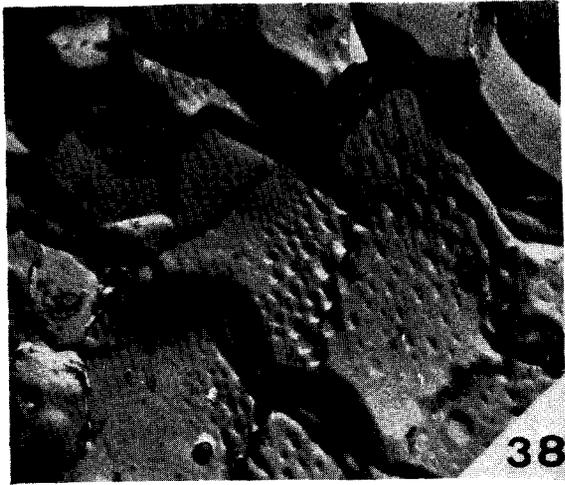


36



37

BIIS  
LILLE



BHS  
LILLE

## ANNEXE 2 : LEGENDE DES PHOTOGRAPHIES

### MICROSTRUCTURE

Photo 1. Surface de clivage d'un gros grain ; A : plaquettes argileuses, formées de très fins feuillets. R : rivières de très faible hauteur et dont les sources S sont alignées. (TEM. Gr = 10 000).

Photo 2. Concentration de particules argileuses en joints de grains. (TEM. Gr = 10 000).

Photo 3. Exemple de grosse particule argileuse incluse dans la matrice calcitique. Noter la structure en feuillet de cette plaquette. (SEM. Gr = 1 000).

Photo 4. Surface de rupture de la micrite c montrant une distribution quasi uniforme de trous (flèches). (SEM. Gr = 120).

Photo 5. Surface de rupture de la micrite b montrant des trous de formes diverses. (SEM. Gr = 400).

Photo 6. Détail d'un trou de forme sphéroïdale. (SEM x 1 500).

Photo 7. Vue générale d'une micrite : la taille des grains varie entre 0,3  $\mu\text{m}$  et 3  $\mu\text{m}$ . On remarquera que les petits grains ne sont pas clivés, et que les grains de 2 à 3  $\mu\text{m}$  apparaissent en partie fracturés. Les flèches indiquent la présence possible de très petits vides (TEM. Gr = 8 400).

Photo 8. Micrite d. Amas de petits grains de taille inférieure à 1  $\mu\text{m}$ . La taille de l'amas est de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$ . (TEM. Gr = 8 000).

Photo 9. Détail des grains inférieurs à 1  $\mu\text{m}$  montrant 2 types de faces : des faces planes et des faces ondulées ou courbes. (TEM. Gr = 45 000).

Photo 10. Détail de petits grains inférieurs à 1  $\mu\text{m}$  où les surfaces ondulées révèlent la présence d'un microvide délimité par les pointillés (TEM. Gr x 70 000).

Photo 11. Détail des grains de diamètre compris entre 1 et 3  $\mu\text{m}$  montrant la présence de gradins de croissance (flèches). (TEM. Gr = 8 000).

Photo 12. Détail des gradins de croissance (flèches) (TEM. Gr = 11 600).

Photo 13. Détail d'une face de grain montrant un piquetage qui pourrait correspondre à l'infraporosité de la roche. (TEM. Gr = 15 000).

Photo 14. Gros grain de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$ , entouré de grains de plus petite taille ; ce grain clivé révèle la présence d'inclusions. (SEM. Gr = 5 000).

Photo 15. Détail de surface clivée d'un gros grain montrant la présence de petites inclusions qui perturbent la propagation de la fracture de ce grain (TEM. Gr = 12 000).

Photo 16. Amas de petits grains inférieurs à 1  $\mu\text{m}$  entourés par des grains de plus grande taille. (TEM. Gr = 17 000).

Photos 17 et 18. Etude stéréométrique (variation du tilt) mettant en évidence deux rhomboédres accolés selon une face (1 0  $\bar{1}$  1), en coïncidence parfaite. (TEM. Gr = 52 000).

Photos 19, 20 et 21. Autres exemples de joints de coïncidence. (TEM. 19 : Gr = 33 000, 20 : Gr = 12 000, 21 : Gr = 42 000).

Photo 22. Détail des gradins de croissance dont la direction (en pointillés) fait un angle de 15 à 20° avec le plan cristallographique (1 0 T 1) souligné par les traits noirs. (TEM. Gr = 33 000).

Photo 23. Vide en forme de dièdre très aigu entre 2 grains délimités par des faces cristallographiques (F : fond de fissure ou arête du dièdre) (TEM. Gr = 33 000).

Photo 24. Microvide ou noeud tripe de trois grains (flèche) (TEM. Gr = 33 000).

### FACIES DE RUPTURE

Photo 25. Faciès général de rupture : rupture intergranulaire pour les petits grains et rupture intragranulaire (clivage) pour les plus gros. (TEM. Gr = 8 000).

Photo 26. Rupture intragranulaire selon les 3 directions possibles de clivage. (TEM. Gr = 13 500).

Photo 27. Rivières sur surface de clivage de gros grains ; noter que les sources de rivières sont alignées (TEM. Gr = 13 500).

Photo 28. Structure "plumeuse" sur face de clivage d'un gros grain - Noter les deux mâcles à l'intérieur de ce gros grain. (TEM. Gr = 8 000).

Photo 29. Structure plumeuse sur écaille de roche obtenue par fracture brutale au marteau.

Photo 30. Structure plumeuse dont la source ponctuelle, S, est un noeud triple de grain (TEM. Gr = 13 600).

Photo 31. Structure plumeuse dont la source étendue est un petit grain inclus. (TEM. Gr = 14 000).

Photo 32. Structure plumeuse dont l'origine est une microfissure, F, en forme de dièdre entre deux grains (TEM. Gr = 33 000).

Photo 33. Les structures plumeuses indiquent le sens local de propagation de la fracture (flèches), et montrent que la rupture procède par réamorçage avec des directions de propagation très différentes. (TEM. Gr = 10 000).

Photos 34 et 35. Réamorçage de la fracture en plusieurs points en joint de grain. (TEM. Gr = 17 000).

Photo 36. Structure périodique (Ribmarks) sur surface de clivage de gros grains. (TEM. Gr = 25 000).

Photo 37. Ribmarks obtenues après le blocage de la fracture sur une particule argileuse, A, en joint de grain. (TEM. Gr = 17 000).

### INFLUENCE DE LA TEMPERATURE (T = 500°C)

Photos 38 et 39. Piqûres de corrosion obtenues par décomposition thermique de la calcite. (TEM. Gr = 10 000).

Photos 40 et 41. Structures plumeuses. (TEM. Gr = 12 000).

Photos 42 et 43. Microfissuration (flèches) intense lors d'essais de compression. (voir aussi photos précédentes). (TEM. Gr = 12 000).

### Annexe 3.

## THEORIE DE L'ESSAI D.T. (Double Torsion Test)

Cet essai de caractérisation de la fissuration lente des matériaux a été récemment mis au point [ 43, 169, 191 ].

Une plaque du matériau à tester est posée sur deux appuis parallèles. Cette plaque est préentailée perpendiculairement aux grandes faces et le plan de la préentaille est parallèle aux appuis. La charge est appliquée symétriquement de part et d'autre de l'entaille en tête de la plaque (fig. A.3.1).

Dans ce type d'essai, la compliancé et le facteur d'intensité de contrainte ont des formes très particulières.

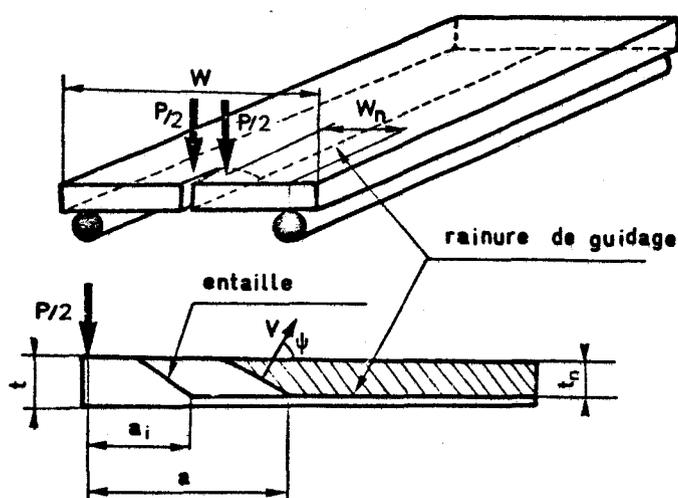


Figure A.3.1

Disposition schématique de l'essai DT.

### A.3.1. Compliance $y/P$ .

Soit la flèche de la plaque sous les points d'application des charges et la charge appliquée par la presse. De nombreuses expériences [ 77, 101, 119, 169, 191 ] ont montré que la compliancé  $C = y/p$  est *proportionnelle* à la longueur de fissure  $a$ , mesurée à partir du plan d'application des charges ou du bord de plaque (fig. 1.3.2). Ainsi :

$$(A.3.1) \quad C = y/P = Ba + D$$

avec  $B$  et  $D$ , des constantes dépendant de la géométrie de l'essai.

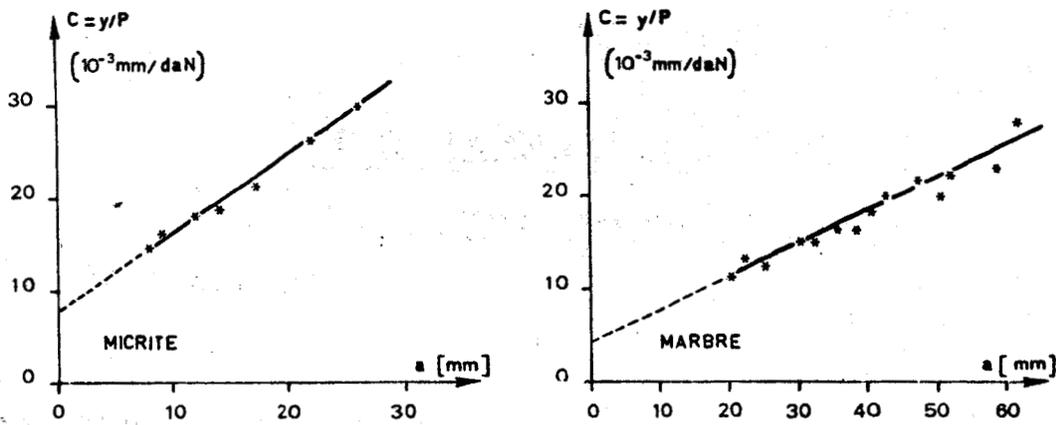


Figure A.3.2  
Variation de la compliance élastique des éprouvettes DT en fonction de la longueur de fissure a.

### A.3.2. Facteur d'intensité de contrainte K<sub>1</sub>.

Une analyse en énergie de la propagation de la fissure [73], [191] permet de montrer que le facteur d'intensité de contrainte en mode 1, K<sub>1</sub>, est *indépendant* de la longueur de fissure a et vaut :

$$(A.3.2) \quad K_1 = P \frac{E \cdot B}{2 \alpha \cdot t_n}$$

avec  $t_n$ , l'épaisseur de la fissure,  
E, le module d'Young,  
 $\alpha = 1 - \nu^2$ , en déformation plane,  
 $\alpha = 1$ , en contrainte plane.

Dans cet essai, on pourra prendre  $\alpha = 1$  si on suppose l'épaisseur  $t_n$  faible.

A partir des résultats de l'élasticité, la constante B peut être déterminée approximativement :

$$(A.3.3) \quad B = \frac{6(1+\nu)\alpha}{E} \frac{W_n^2}{W} \frac{1}{t^3}$$

Les longueurs  $W_n$ , W, t sont définies par la figure A.3.1. Cette valeur d'après WILLIAMS et EVANS [191] est exacte à quelques pour cent près. Les deux relations (A.3.1) et (A.3.2) sont les relations fondamentales de l'essai DT.

### A.3.3. Vitesse de fissuration en essai de relaxation.

La technique expérimentale fait appel à une relaxation de charge soit  $dy/dt = 0$  durant l'essai. La vitesse de propagation de la fissure,  $V = da/dt$ , apparaît dans la dérivation de la relation (A.3.1),

$$(A.3.4) \quad D = (Ba + D) \frac{dP}{dt} + B \cdot P \cdot V$$

En supposant que toute la relaxation de la charge P est due à l'avancement de la fissure. Cette équation n'est pas encore exploitable car la longueur de fissure intervient. L'élimination de a est rendue possible de deux façons :

(i) en utilisant la flèche y initiale imposée

$$(A.3.5) \quad v = \frac{-Wt^3 E}{6 W_n^2 (1+\nu) \alpha} \cdot y \cdot \frac{1}{p^2} \cdot \frac{dP}{dt}$$

(ii) en utilisant la propriété de l'essai de relaxation déduite de (A.3.1)

$$(A.3.6) \quad y = P (Ba + D) = P_i (Ba_i + D) = P_f (Ba_f + D)$$

Les indices i et f se réfèrent respectivement aux états initiaux et finaux de la relaxation. Ainsi, en reportant dans (A.3.4) :

$$(A.3.7) \quad v = P_i \left( a_i + \frac{D}{B} \right) \frac{1}{p^2} \frac{dP}{dt} = - P_f \left( a_f + \frac{D}{B} \right) \frac{1}{p^2} \frac{dP}{dt}$$

$$\frac{- P_i P_f (a_f - a_i)}{P_i - P_f} \frac{1}{p^2} \frac{dP}{dt}$$

A partir de la courbe de relaxation, on détermine à tout instant, pour une charge donnée P, la valeur de la pente dP/dt ; la vitesse de la fissure peut alors se calculer par les formules (A.3.5) ou (A.3.7) cependant si l'on suppose que a<sub>i</sub> D/B la vitesse peut alors s'obtenir aussi par :

$$(A.3.8) \quad v = \frac{-P_i a_i}{p^2} \frac{dP}{dt} = \frac{-P_f a_f}{p^2} \frac{dP}{dt}$$

### A.3.4. Forme du front de fissure . Correction de vitesse.

Le bord supérieur de la plaque (fig. 1.3.1) est en compression alors que le bord inférieur est en traction. Le champ de contrainte variable fait que le front de fissure n'est pas perpendiculaire aux faces de la plaque : la fissure se déplace plus rapidement dans les zones de traction et semble *accrochée* dans les zones de compression (ph. A.3.1). Expérimentalement, il est observé [124] que le profil du front de fissure dépend de la nature du matériau.

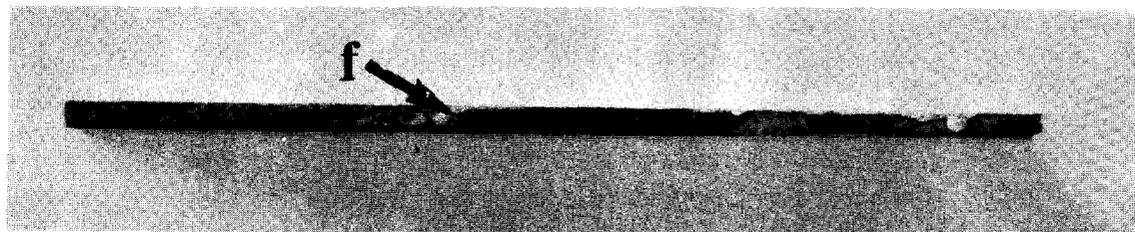


Photo A.3.1

Détail de la plaque d'essai et de la forme du front de fissure (f).

De par la forme du front de fissure, le vecteur vitesse qui est perpendiculaire au front, varie en module et en direction : la vitesse la plus élevée est située sur la face inférieure de la plaque, dans la zone de traction et la vitesse la plus basse à la face supérieure. Une telle variation du module de la vitesse rend donc par conséquent l'utilisation des formules (A.3.5) et (A.3.7) particulièrement délicate. En outre, VIRKAR et GORDON [169] montrent que la forme du front de fissure dépend lui-même de l'allure de la courbe  $V = V(K_1)$  que l'on va obtenir.

(1) si la vitesse de fissuration est du type :  $V = bK_1^n$  avec n constant, le front se déplace parallèlement à lui-même, seule la forme dépend de la valeur de l'exposant n,

(2) si la vitesse de fissuration est indépendante du facteur d'intensité de contrainte, le front tend à devenir linéaire.

Afin de trouver une formule de calcul de la vitesse, EVANS [43] propose de remplacer la forme courbe du front de fissure par une droite se déplaçant parallèlement à elle-même (fig. 1.3.3) à une vitesse moyenne  $V_m$  :

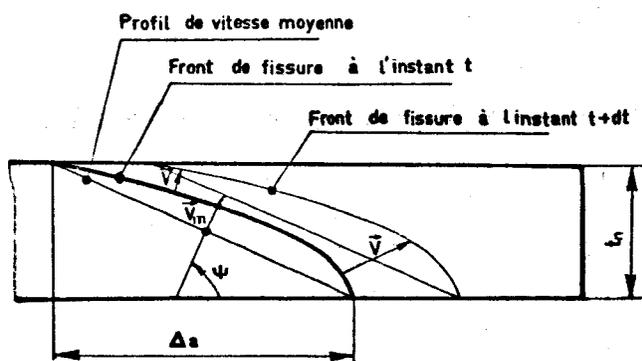


Figure A.3.3

Evolution du profil du fond de fissure, au cours de l'essai DT ; profil réel et profil de vitesse moyenne.

$$(A.3.9) \quad V_m = V \cos \psi = \frac{t_n}{\sqrt{t_n^2 + (\Delta a)^2}}$$

V est donnée par l'une des formules (A.3.5) ou (A.3.7). La valeur de a est déterminée à la fin de l'essai.

Il faut remarquer que cette substitution est à peu près correcte pour le premier cas de propagation décrit ci-dessus, alors que dans le deuxième cas du fait de l'évolution graduelle du front de fissure, elle doit conduire à des valeurs de la vitesse non adaptées. Cependant, EVANS [43] a comparé les résultats de propagation subcritique de défauts par les essais DCB et DT, et a montré que les deux techniques conduisaient à des résultats très semblables.

Dans le cas particulier des roches calcaires testées dans l'eau, le front de fissure (ph. A.3.A) est tel que  $\Delta a \approx 5 t_n$  c'est à dire  $\cos \psi \approx 0,2$ . Pour éviter des fluctuations importantes de  $\cos \psi$  pendant l'essai et notamment au début, la fissure initiale a été inclinée à  $45^\circ$  par rapport au plan des faces.

Remarque La formule (A.3.2) a été établie pour un front de fissure se déplaçant parallèlement à lui-même. S'il n'en n'est pas ainsi, l'erreur commise est là aussi inconnue.

### A.3.5. Influence de la raideur de la cellule de charge.

La mise en charge des plaques est effectuée sur une presse, type Instron 1115 dans ce travail. Les plaques étant très flexibles, il peut être supposé que la déformation du bâti est négligeable devant celle de la plaque, seule la cellule de force engendre des déformations non négligeables ; appelons  $y_c$  la flèche de la cellule,  $y_e$  la flèche de l'échantillon et  $y_t$  la flèche totale sous une charge  $P$ . Nous avons alors :

$$(A.3.10) \quad \begin{aligned} y_c &= P/K_c && \text{avec } K_c, \text{ la raideur de la cellule.} \\ y_e &= P(Ba + D) \\ y_t &= y_c + y_e \end{aligned}$$

L'essai de relaxation impose  $dy_t/dt = 0$ . La formule (A.3.5) est encore valable, il suffit de remplacer  $y$  par  $y_t$ , alors que la formule (A.3.7) reste inchangée. Par contre, l'utilisation des formules (A.3.8) suppose que le terme  $(\frac{D}{B} + \frac{1}{KB})$  est négligeable devant les longueurs de fissure  $a_i$  et  $a_f$ . Si la raideur de la cellule de mesure des charges est faible, il est donc préférable de ne pas utiliser les formules approchées.

### A.3.6. Techniques de l'essai DT en relaxation.

Les différentes techniques expérimentales adoptées se différencient sur trois points : obtention de l'entaille initiale, calcul du facteur d'intensité de contrainte  $K_1$  et calcul de la vitesse de fissuration.

Les caractéristiques principales de la procédure utilisée par WILLIAMS et EVANS [191] sont :

- mesure de la longueur finale,  $a_f$ , de la fissure par la mesure de la compliance en fin d'essai,
- détermination expérimentale de la relation entre  $K_1$  et  $P$  : à la fin de l'essai de relaxation la plaque est rechargée rapidement jusqu'à la rupture. La propagation de la fissure est alors instable et la relation  $K_1 = AP$  devient :

$$K_{1c} = A P_c$$

avec  $P_c$ , la charge de rupture instantanée et  $K_{1c}$ , le facteur d'intensité de contrainte critique déterminée expérimentalement par d'autres essais.

- calcul de la vitesse de fissuration par (A.3.8) en imposant des longues fissures initiales ( $a_i/t_n \approx 50$ ).

NADEAU *et al* [125] utilisent la procédure suivante :

- Première relaxation servant à créer une fissure très fine à partir de l'entaille usinée.
- Mesure de la compliance à la fin de cette première relaxation de façon à déterminer la longueur atteinte par la fissure, laquelle sera la longueur initiale  $a$ .
- A la fin de la seconde relaxation, relaxation permettant la construction du diagramme  $K_1 - V$ , la plaque est rechargée rapidement de façon à déterminer la valeur de  $K_{1c}$  par l'utilisation de la formule (A.3.2) à l'instabilité.

La vitesse  $V$  est alors calculée par la formule (A.3.7) et le facteur d'intensité de contrainte par (A.3.2).

La procédure utilisée dans ce travail est décrite en détail au paragraphe 3.1.2.

### A.3.7. Methodes incrementales .

Evans [169] propose une méthode complémentaire à la méthode de relaxation de charge permettant de déterminer la pente de la courbe  $V = V(K_1)$  et l'enthalpie d'activation.

Si l'on suppose que la vitesse de fissuration a la forme [169]

$$V = V'_0 \exp\left(\frac{-\Delta H}{RT}\right) K_1^n$$

avec  $V'_0$  constant,  $\Delta H$  enthalpie d'activation et  $R$  constante de Boltzmann, l'exposant  $n$  peut être déterminé en fracturant les plaques à une vitesse de déplacement  $\dot{y}_i$ , la charge de rupture étant  $P_i$  :

$$n = \frac{\ln \dot{y}_1 / \dot{y}_2}{\ln P_1 / P_2} - 1 \quad i = 1, 2$$

L'enthalpie d'activation peut être déterminée par deux essais à températures différentes  $T_1$  et  $T_2$  avec une vitesse de déplacement  $\dot{y}$  constante pour les deux essais

$$\Delta H = \frac{R T_2 T_1}{T_2 - T_1} (n + 1) \ln (P_1 / P_2)$$

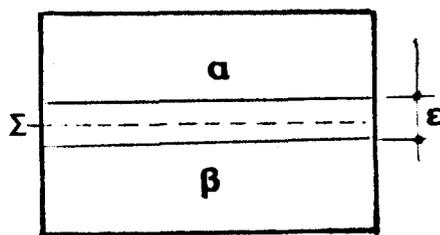
avec  $P_1$  et  $P_2$  charges de rupture respectivement dans chaque essai.

## Annexe 4

### RAPPELS SUR L'ÉNERGIE DE SURFACE

La définition thermodynamique de l'énergie de surface dans le cas de système soumis à une pression hydrostatique est présentée dans le cas de surfaces planes.

Soit une phase  $\alpha$  en équilibre avec une phase  $\beta$  la frontière entre ces deux phases étant supposée plane, on la remplace par une surface de séparation  $\Sigma$  (fig. 4.1). Avec cette notation, le nombre total de moles d'un constituant du système peut s'écrire :



(A.4.1)

$$N^i = n_{\alpha}^i V_{\alpha} + n_{\beta}^i V_{\beta} + n_{\Sigma}^i A$$

avec  $n_{\alpha}^i$ ,  $(n_{\beta}^i)$ , la densité de moles du constituant  $i$  dans la phase  $\alpha(\beta)$ ,  
 $V_{\alpha}$  ( $V_{\beta}$ ), le volume de la phase  $\alpha(\beta)$  étendue jusqu'à la surface de séparation,  
 $n_{\Sigma}^i$ , la densité superficielle ou excès superficiel du constituant  $i$ ,  
 $A$ , l'aire de la surface de séparation.

A cause de la perturbation apportée par la surface, les propriétés des phases  $\alpha$  et  $\beta$  ne sont pas rigoureusement homogènes jusqu'à la surface de séparation. Par conséquent  $(n_{\alpha}^i V_{\alpha} + n_{\beta}^i V_{\beta})$  n'est pas forcément égal au nombre total des moles. Dans la description simplifiée adoptée, on suppose que cette différence est répartie uniformément sur la surface de séparation, avec une densité superficielle  $n_{\Sigma}^i$ , que l'on appelle généralement excès superficiel.

Cette décomposition de Gibbs pour le nombre de moles peut être généralisée à toute propriété extensive  $Z$  du système :  $Z = Z_{\alpha} V_{\alpha} + Z_{\beta} V_{\beta} + Z_{\Sigma} A$ . Les termes de surfaces employés sont l'entropie superficielle  $S_{\Sigma}$  et l'énergie libre superficielle  $F_{\Sigma}$ .

Avec cette procédure, on peut attribuer à la surface une énergie interne  $E_{\Sigma} = e_{\Sigma} A$ , une énergie libre  $F_{\Sigma} = f_{\Sigma} A$ , et d'une façon plus générale toute fonction que l'on utilise pour les phases massives  $\alpha$  et  $\beta$ . La seule difficulté est que l'on ne peut définir ni le volume ni la pression de cette phase superficielle puisqu'elle n'a que deux dimensions. Mais on peut toutefois définir un tenseur superficiel d'excès du travail mécanique, que l'on appelle tension superficielle  $\gamma$  tel que :

$$W = pV_{\alpha} + pV_{\beta} + \gamma A$$

Quand la pression  $p$  tend vers 0, (cas des solides en équilibre avec leur saturante),  $\gamma$  ne tend pas vers 0 car la zone voisine de la surface reste fortement sous contrainte.  $\gamma$  représente l'énergie mécanique qu'il faut dépenser pour couper des liaisons et écarter les atomes de manière à créer une surface d'aire  $A$ .

Par conséquent, pour décrire thermodynamiquement les systèmes limités par des surfaces, il suffit de considérer un paramètre extensif supplémentaire - l'aire du système - et de lui associer un paramètre intensif - la tension superficielle.

La relation fondamentale de Gibbs s'écrit alors :

A.4.2 
$$dE = TdS - pdV + \gamma dA + \sum_i \mu_i dN_i$$

$E$  énergie interne du système,  
 $S$  entropie du système,  
 $\mu_i$  potentiel chimique de la phase  $i$ .

On obtient alors, en généralisant les potentiels thermodynamiques pour tenir compte de la surface, les relations entre les grandeurs superficielles d'excès :

A.4.3 
$$\begin{aligned} E_{\Sigma} &= TS_{\Sigma} + \gamma A + \sum_i \mu_{\Sigma}^i N_{\Sigma}^i && \text{énergie interne superficielle,} \\ F_{\Sigma} &= E_{\Sigma} - TS_{\Sigma} && \text{énergie libre superficielle,} \\ H_{\Sigma} &= E_{\Sigma} - \gamma A && \text{enthalpie superficielle,} \\ G_{\Sigma} &= H_{\Sigma} - TS_{\Sigma} && \text{enthalpie libre superficielle.} \end{aligned}$$

Remarque : par combinaison des relations précédentes on obtient :

$$F_{\Sigma} = \gamma A + \sum_i \mu_{\Sigma}^i N_{\Sigma}^i$$

ce qui montre, en divisant par  $A$ , que pour les systèmes à plusieurs composants, la densité d'énergie libre superficielle  $F_{\Sigma}/A$  et la tension superficielle ne sont pas égales.

La tension superficielle se déduit de la relation de Gibbs (A.4.3)

A.4.4 
$$\gamma = \left\{ \frac{\partial E}{\partial A} \right\}_{S, C, n_i}$$

ou encore en utilisant l'énergie libre

A.4.5 
$$\gamma = \left\{ \frac{\partial F}{\partial A} \right\}_{T, V, n_i}$$

Equation du Gibbs-Duhem - Influence de la température.

Dans le cas des systèmes avec interface, on généralise à partir des relations précédentes l'équation de Gibbs-Duhem, laquelle devient en ne considérant que les termes de surface :

A.4.6 
$$S_{\Sigma} dT + A d\gamma + \sum_i N_{\Sigma}^i d\mu_i = 0$$

Dans le cas d'un système à un seul composant nous aurons :

$$\frac{d\gamma}{dT} = - \frac{S_{\Sigma}}{A} = s_{\Sigma}$$

Ainsi, lorsque le système n'a qu'un seul constituant,  $d\gamma/dT$  est négatif, la tension superficielle est alors d'autant plus faible que la température est élevée.

Dans le cas de systèmes à plusieurs constituants, on trouve :

$$\frac{-d\gamma}{dT} = s_{\Sigma} - \sum_{i} n_{\Sigma}^i \frac{\partial S}{\partial N^i} + \sum_{j=i} n_{\Sigma}^j \frac{\partial \mu_i}{\partial N_{\alpha}^j} \frac{\partial N_{\alpha}^j}{\partial T}$$

*Le premier terme décrit l'effet purement entropique, le second celui de la variation de composition avec la température. Le premier terme est toujours positif, le second est en général négatif. Selon les cas,  $d\gamma/dT$  peut donc être positif ou négatif.*

Pour une étude de l'influence de la composition à température ambiante, de la courbure des surfaces, ... sur la tension superficielle, on se reportera à l'article |28|.

En conclusion, dans le cas des matériaux à un seul composant, ce qui est le cas en première approximation des roches calcaires à haute teneur en carbonate de calcium, car les impuretés sont des particules argileuses situées en joint de grain, la tension superficielle peut être confondue avec l'énergie libre de surface (nous utiliserons souvent alors indifféremment l'un ou l'autre vocable) et la tension superficielle doit diminuer avec la température.

The first part of the document discusses the importance of maintaining accurate records of all transactions. It emphasizes that every entry should be supported by proper documentation and that the books should be kept up to date at all times.

In the second section, the author outlines the various methods used to collect and analyze data. This includes field observations, interviews with key personnel, and the use of statistical techniques to identify trends and patterns in the data.

The third section provides a detailed account of the challenges faced during the study. These include limited access to certain areas, changes in personnel, and the need to adapt the research design as more information was gathered.

Finally, the document concludes with a summary of the findings and their implications. It highlights the significance of the data collected and offers recommendations for future research and policy-making based on the results of the study.

## BIBLIOGRAPHIE

- 1 | ADAMS R., Mac MILLAN P.W. (1977). - Review Static Fatigue in Glass. *J. Mater. Sci.* 12, p. 643-657.
- 2 | ALBISSIN M. D' (1963). - Les traces de la déformation dans les roches calcaires. *Revue Geogr. Phys. Geol. Dyn.*, fasc. Suppl. p. 3-155.
- 3 | BAETA R. D., HEAVENS J. W. et ASHBY K. H. G. (1968). - Microfractography of quartz., *Fourth Eur. Regional Conf. on Electronic Microsc.*, Rome, p. 507-508.
- 4 | BAILEY J. E. et HILL N. A. (1970). - The effect of porosity and microstructure on the mechanical properties of ceramics., *Proc. Brit. Ceram. Soc.*, 15, p. 15-35.
- 5 | BARBER D. J. et WENK H. R. (1973). - The microstructure of experimentally deformed limestones., *J. Mater. Sci.*, 8, p. 500-508.
- 6 | BARENBLATT G.I (19 )- The mathematical theory of equilibrium Cracks in Brittle fracture.
- 7 | BATHURST R. G. C. (1971). - Carbonate sediments on their diagenesis. Developments in sedimentary., t. 12. *Elsevier Pub.*
- 8 | BERDENNIKOV V. P. (1933). - *Physik. 2. Sowjet Union.* 4, p. 397.
- 9 | BERRY J.P. (1960). - Some Kinetics considerations of the Griffith criterion for fracture. I. Equations of motion at constant force. *J. Mech. Phys. Solids*, 8, p. 194-206.
- 10 | BERRY J.P. (1960). - Some kinetics considerations of the Griffith criterion for fracture. II. Equations of motion at constant deformation. *J. Mech. Phys. Solids.* 8, p. 207-216.
- 11 | BIENAWSKI Z.T. (1967). - Mechanism of brittle fracture of rock - Theory of the fracture process., *Int. J. Rock. Mech. Min. Sci.*, 4, p. 395-406.
- 12 | BIENAWSKI Z. T. (1967). - Stability concept of brittle fracture propagation in rock., *Eng. Geol.*, 2, p. 149-162.
- 13 | BOLLMAN W. (1973). - Crystal defects and crystalline interfaces., *Springer verlag Ed.*
- 14 | BOWIE O. L. (1956). - Analysis of an infinite plate containing radial crack originating of the boundary of an internal Hole., *J. Math. Phys.*, 35, p. 60.
- 15 | BRACE W. F. (1964). - Brittle fracture of rocks. *In stage of stress in the Earth's crust.* W.R. Judd (Ed.), N-York, Elsevier. p. 111-174.
- 16 | BRADY B. T., DUVALL W. I. et HORINO F. G. (1971). - A study of the post failure characteristics of brittle rock., *Proc. Symp. Rock. Fracture. Nancy.*, Paper II. 21.
- 17 | BROUTMAN L. J. et CORNISH R. H. (1965). - Effect of polyaxial stress on failure strength of alumina ceramics. *J. Amer. Ceram. Soc.*, 48, p. 519-524.
- 18 | BROWN E.T. et HUDSON J. A. (1971). - The influence of microstructure on rock fracture on the laboratory scale., *Proc. Symp. Rock. Fracture. Nancy.*, Paper II. 20.
- 19 | BROWN W. F. et SRAWLEY J. E. (1966). - Plane strain crack toughness of high strength materials. *AST. STP.* 410.

- | 20 | BURSHTEIN L. S. (1969). - Effect of moisture on the strength and deformability of sandstones. *Sov. Min. Sci.* 5, p. 573-576.
- | 21 | CARNIGLIA S. C. (1972). - Working model for porosity effects on the uniaxial strength of ceramics., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 56, p. 610-618.
- | 22 | CARTWRIGHT D. J. et ROOKE D. P. (1974). - Approximate stress intensity factors compounded from known solutions., *Eng. Fract. Mech.*, 6, p. 563-571.
- | 23 | CHAUDHARI P. et MATTHEWS J. W. (1971). - Coincidence twist boundaries between crystalline smoke particles., *J. Appl. Phys.*, 42, p. 3063-3066.
- | 24 | CLARKE F. J. P., TATTERSALL H. G. et TAPPIN G. (1966). - Toughness of ceramics and their work of fracture. *Proc. Brit. Ceram. Soc.*, 6, p. 163-172.
- | 25 | COLBACK P. S. B. et WILD B. L. (1965). - The Influence of moisture content on the compressive strength of rocks. *Proc. 3rd. Cong. Rock. Mech. Symp.*, Toronto. p. 65-83.
- | 26 | Collectif. (1973). - La craie - *Bulletin liaison Labo. P. et Ch. Spécial V.*
- | 27 | Collectif (1974). - Les procédés modernes de construction des tunnels., *Journées d'études 14-15 octobre 1971 - Centre des Tunnels - Lyon.*
- | 28 | Collectif. *Traité de Métallurgie - chapitre 20 : Thermodynamique des surfaces.*
- | 29 | CORNET F. H. (1977). - Comparative analysis by the displacement - Discontinuity method of two energy criteria of fracture (*A paraître*).
- | 30 | CORRENS C. W. (1949). - Growth and dissolution of crystals under linear pressure., *Discussions Faraday. Soc.*, 5, p. 267-271.
- | 31 | COTTERELL B. (1972). - Brittle fracture in compression. *Int. J. Frac. Mech.* 8, p. 195-208.
- | 32 | DAVIDGE R.W. et TAPPIN G. (1968). - The effective Surface Energy of brittle materials. *J. Mater. Sci.*, 3, p. 165-173.
- | 33 | DAVIDGE R. W. et TAPPIN G. (1970). - Effects of temperature and environment on the strength of two polycrystalline Aluminas. *Proc. Brit. Ceram. Soc.*, 15, p. 47-60.
- | 34 | DESSENNE J. L. (1971). - Etude rhéologique et géotechnique de la craie. *Thèse Docteur Ingénieur - Grenoble.*
- | 35 | DONATH F. A. et FRUTH L. S. (1971). - Dependence of strain rate effects on deformation mechanism and rock type. *J. Geol.*, 79, p. 347-371.
- | 36 | DOREMUS C., HENRY J. P. et PAQUET J. Porosité de craies - (*A paraître*).
- | 37 | DOREMUS C., HENRY J. P. et PAQUET J. - Propriétés mécaniques des calcaires microcristallins en relation avec leur microstructure (*A paraître*).
- | 38 | DOUKHAN J. C., HENRY J. P. et PAQUET J. (1976). - Microstructure and brittle behaviour of fine grain calcite (micrite). *J. Mat. Sci.* 11, p. 1884-1892.
- | 39 | DUBE A. K. et SINGH B. (1972). - Effect of humidity on tensile strength of sandstone. *J. Mines. Metals and Fuels.* 20, p. 8-10.
- | 40 | DUTHOIT B. et HAZEBROUCK R. (1976). - Propriétés mécaniques de craies. Relations avec leur microstructure - Rôle de l'environnement. *Thèse Docteur Ing. Lille.*
- | 41 | ELY R. E. (1965). - Strength of graphite type specimens under combined stresses. *J. Amer. Ceram. Soc.*, p. 505-508.

- 42 | EVANS A. G. (1970). - Energies for crack propagation in polycrystalline MgO. *Phil. Mag.*, 22, p. 841-852.
- 43 | EVANS A. G. (1972). - A method for evaluating the time dependant fracture characteristics of brittle materials and its applications to polycrystalline Aluminas. *J. Mater. Sci.*, 7, p. 1137-1146.
- 44 | EVANS A. G. (1976). - On the formation of a crack tip microcrack zone. *Scripta Metallurgica*. 10, p. 93-97.
- 45 | EVANS I et MURRELL S. A. F. (1962). - Wedge penetration into coal., *Colliery Eng.*, 39, p. 455.
- 46 | FAIRHURST C. (1964). On the validity of the Brazilian test for brittle materials. *Int. J. Rock. Mech. Min. Sci.* 1, p. 535-546.
- 47 | FLUGEL E., FRANZ H. E. et OTT W. F. (1968). - Review on electron microscope studies of limestones., *Recent Dev. in Carbonate Sediment. in Central Europe*. Springer Verlag ed., p. 85-97.
- 48 | FOLK R. L. (1959). - Pratical petrographic classification of limestones., *Bull. Am. Ass. Petrol. Geol.*, 43, p. 1-38.
- 49 | FOURMAINTRAUX F. (1972). - Machines foreuses pour tunnels et galeries. Techniques et bases théoriques de l'abattage mécanique des roches., *Rapport de recherche n° 20 - L.C.P.C.*
- 50 | FOURMENT D. (1973). - Le microscope électronique par transmission dans l'étude des calcaires., *Bull. Centre Rech. Pau, S.N.P.A.*, 7, p. 143-146.
- 51 | FRANCOIS D. (1975). - Notions de mécanique de la rupture. *Ann. Soc. Geol. Nord.* XCV, 3, p. 113-117.
- 52 | FRANCOIS D. (1976). - Tentative de théorie de la rupture des matériaux poreux (*Communication personnelle*).
- 53 | FREIMAN S. W. (1974). - Effect of Alchols on crack propagation in Glass., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 57, p. 350-353.
- 54 | FREIMAN S. W., MULVILLE D. R. et MAST P. W. (1973). - Crack propagation studies in brittle materials., *J. Mater. Sci.*, 8, p. 1127-1133.
- 55 | FREIMAN S. W., MECHOLSKI J. J., RICE R. W. et WURST J. C. (1975). - Influence of microstructure on crack propagation in ZnSe., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 58, p. 406-409.
- 56 | FRIEDMAN M., HANDIN J. et ALANI G. (1972). - Fracture Surface energy of rocks. *Int. J. Rock. Mech. Min. Sci.*, 9, p. 757-766.
- 57 | GILMAN J. J. (1960). - Direct measurement of surface energy of cristals. *J. Appl. Phys.*, 31, p. 2208-2218.
- 58 | GNIRK K. (1966). - An experimental study of single bit tool penetration into dry rock at confining pressure of 0 to 7500 psi., *Proc. 1rst. Int. Cong. Rock. Mech. Lisbon.*, p. 121-129.
- 59 | GORTIKOV V. M. et PANTELEVA L. I. (1937). - Kinetics of solvation of calcium carbonate., *J. Gen. Chem. USSR.*, 7, p. 56-64.
- 60 | GRIFFITH A. A. (1921). - The phenomena of rupture and flow in solids. *Phil. Trans. Royal. Soc. A.* 221, p. 163.
- 61 | GRIFFITH A.A. (1924). - Theory of rupture. *Proc. 1.st Int. Cong. Appl. Mech. Delft*, P. 55-63.
- 62 | GRIGGS D. et MILLER W.B. (1951). - Deformation of Yule Marble. Part 1. Compression and extension experiments on dry Yule Marble at 10 000 atmospheres confining pressure, room temperature - *Geol. Soc. Ann. Bull.* 2, p. 853-862.

- | 63 | Groupe Français de Rhéologie (1968). - Dictionnaire de Rhéologie - *Annales ITBTP*. p. 252.
- | 64 | GRUVER R. M. et KIRCHNER H. P. (1974). - Effect of environment on penetration of surface damage and remaining strength of  $Al_2O_3$ . *J. Amer. Ceram. Soc.*, 57, p. 220-223.
- | 65 | GUTSHALL P. L. et GROSS G. E. (1969). - Observations and Mechanisms of fracture in Polycrystalline Alumina. *Eng. Fract. Mech.*, 1, p. 463-471.
- | 66 | HANDIN J., HEARD H. C. et MAGOUIRK J. N. (1967). - Effects of the intermediate principal stress on the failure of limestone, dolomite and glass at different temperature and strain rates. *J. Geophys. Res.*, 72, p. 611-640.
- | 67 | HARDY M.P. (1973). - Fracture Mechanics applied to rock. *Ph. D. Thesis. Un. Minnesota. USA*.
- | 68 | HARDY M.P., HUDSON J.A. et FAIRHURST C. (1973). - The failure of rock beams - Theoretical studies. *Int. J. Rock. Mech. Min. Sci.* 10, p. 69-82.
- | 69 | HASSELMAN D. P. H. et FULRATH R. M. (1967). - Micromechanical stress concentrations in two phases brittle matrix Ceramic Composites., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 50, p. 399-404.
- | 70 | HAWKES I. et MELLOR M. (1970). - Uniaxial testing in rock Mechanics laboratories. *Eng. Geol.*, 4, p. 177-285.
- | 71 | HENRY G. et PLATEAU J. (1972). - La microfractographie : méthodes et applications., *Dans "Rupture des métaux"*. Masson Ed., p. 127-164.
- | 72 | HENRY G., PLATEAU J. et ROESCH L. (1966). *La microfractographie. Editions métaux.*
- | 73 | HENRY J. P. et PAQUET J. (1975). - Le problème de la rupture des roches : rupture brutale et cinétique de fissuration. *Bull. Soc. Geol. Nord.* XCV, p. 119-137.
- | 74 | HENRY J. P. et PAQUET J. (1976). - Mécanique de la rupture de roches calcaires. *Bull. Soc. Geol. France - XVIII*, p. 1573-1582.
- | 75 | HENRY J. P. et PAQUET J. (1977). - Rôle de l'environnement sur la forabilité de calcaires viséens du Boulonnais., *Ann. Soc. Geol. Nord.*, XCVII p. 153-158.
- | 76 | HENRY J. P. et PAQUET J. (1977). - Mécanique de la rupture appliquée aux dépouillements des essais Brésiliens sur disques et anneaux de roches., *C.R.A.S.*, 284, série B, p. 511-514.
- | 77 | HENRY J. P. , PAQUET J. et TANCREZ J. P. (1977). - Experimental Study of crack propagation in calcite rocks. *Int. J. Rock. Mech. Min. Sci.* 14, p. 85-91.
- | 78 | HENRY J. P. et PAQUET J. (1977). - Influence de l'environnement sur les caractéristiques en traction des roches calcaires. *Colloque. Int. "Sciences de la Terre et Mesures"*. Orléans - Résumé p. 66.
- | 79 | HENRY J. P. et PAQUET J., Fracture brutale et fissuration lente dans les roches calcaires : Influence de l'environnement. Applications. *J. Geotechnique (A paraître)*.
- | 80 | HENRY J. Y., HENRY J. P. et PAQUET J. Rupture en compression à partir d'un trou., *A paraître*.
- | 81 | HILLIG W. B. et CHARLES R. J. (1965). - Surfaces, stress-dependent surface reactions and strength. *In High Strength Materials. V.F. Zockey (Ed.) J. Wiley*. p. 682-705.
- | 82 | HIRAMATSU Y. et OKA Y. (1970). - Oisc test, ring test, rectangular plate test and irregular test for determining the tensile strength of rocks., *Proc. 2. nd. Cong. Int. Soc. Rock. Mech. Belgrade.*, Vol. 2, p. 199-206.

- 83 | HOAGLAND R.G., HAHN G.T. et ROSENFELD A.R. (1973). - Influence of microstructure on fracture propagation in rock. *Rock. Mech.* 5, p. 77-106.
- 84 | HOBBS D. W. (1974). - The tensile strength of rocks., *Int. J. Rock. Mech. Min. Sci.*, 1, p. 385-396.
- 85 | HOUPERT R. (1973). - Comportement mécanique des roches cristallines à structure quasi isotrope. *Thèse Doct. es. Sci. Nancy.*
- 86 | HSIEH C. et THOMPSON R. (1973). - Lattice theory of fracture and crack creep. *J. Appl. Phys.* 44, p. 2051-2063.
- 87 | HRMA P. et SATOVA V. (1974). - Model for strength of brittle porous materials., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 57, p. 71-73.
- 88 | HURNER H. et JILLEK W. (1977). - Subcritical crack extension and crack resistance in polycrystalline alumina. *J. Mater. Sci.* 12, p. 117-125.
- 89 | HUDSON J.A, HARDY M.P et FAIRHURST C. (1973). - The failure of rock beams. Experimental studies. *Int. J. Rock. Mech. Min. Sci.* 10, p. 69-82.
- 90 | HUDSON J. A., CROUCH S. L. et FAIRHURST C. (1972). - Soft, stiff and servo-controlled testing machines : A review with reference to rock failure., *Eng. Geol.*, 6, p. 155-189.
- 91 | HUET C. (1973). - Méthode de détermination de l'énergie spécifique de rupture et application aux céramiques et à divers matériaux minéraux - Bases théoriques - *Cahiers du Groupe Français de Rhéologie*, 3, p. 128-142.
- 92 | HUET C. (1974). - Méthode de détermination de l'énergie spécifique de rupture et application aux céramiques et à divers minéraux - Conséquences pratiques et expérimentation. *Cahiers du Groupe Français de Rhéologie* - 4, p. 164-176.
- 93 | INGRAFFEA A.R. (1977). - Discrete fracture propagation in rock : Laboratory tests and finite element analysis. *Ph. D. Univ. Colorado. Colorado.*
- 94 | IRWIN G.R. (1957). - Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plane. *J. Appl. Mech.* 24, p. 361-364.
- 95 | ISIDA M. (1975). - Arbitrary loading problem of doubly symmetric regions containing a central crack., *Eng. Fract. Mech.*, 7, p. 504-514.
- 96 | JAEGER J. C. et COOK N. G. W. (1969). - Fundamentals of rock mechanics. *Methuen (Ed).* p. 159.
- 97 | JAEGER J. C. et HOSKINS E. R. (1966). - Rock failure under the confined Brazilian test. *J. Geophys. Res.*, 71, p. 2651-2659.
- 98 | JOFFE A. M., KIRPITSHEVA M. W. et LENINSKY M. A. (1924). - *2. Physik.*, 22, p. 286.
- 99 | JONES A. J. (1974). - A radially cracked, cylindrical fracture toughness specimen., *Eng. Fract. Mech.*, 6, p. 435-446.
- 100 | KARMAN Th. VON (1911). - Festigkeitsversuche unter allseitigem Druck. *Z. Ver. dt. Ing.* 55, p. 1749-1757.
- 101 | KIES J. A. et CLARK A. B. J. (1969). - Fracture propagation rates and time to fail following proof stress in bulk galss. *Proceedings of the Second Intern. Conf. on fracture. Brighton.* Paper 42.
- 102 | KNUDSEN F.P. (1959). - Dependence of mechanical strength of brittle polycrystalline Specimens on porosity and grain size., *J. Amer. Ceram. Soc.* 42, p. 376-387.
- 103 | KRECH W. W. (1974). - The energy balance theory and rock fracture energy measurements for uniaxial tension. *Proc. Third. Cong. Intern. Soc. Rock. Mech.*, 2, p. 167-173.

- | 104 | KROKOSKY E. M. et HUSAK A. (1968). - Strength characteristics of basalt in ultra high vacuum. *J. Geoph. Res.* 73, p. 2237-2247.
- | 105 | KUTTER H. K. (1970). - Stress analysis of a pressurized circular hole with radial cracks in an infinite elastic plate., *Int. J. Fract. Mech.* 6, p. 233.
- | 106 | LATJAI V. N. (1975). - The collapse of cavities., *Int. J. Rock. Mech. Min. Sci.*, 12, p. 81-86.
- | 107 | LAUNAY P., GACHON H. et POITEVIN P. (1970). - Deformation et résistance ultime du béton sous étreinte triaxiale. *Ann. I.T.B.T.P.*, 269, p. 23-48.
- | 108 | LEROUX A. (1972). - Caractéristiques mécaniques des roches argileuses en relation avec leur texture. *Bull. liaison Labo P. et Ch.*, 61, p. 155-178.
- | 109 | LOGAN J. M. et HANDIN J., (1970). - Triaxial compression testing at intermediate strain rates. *Proc. 12TH. Symp. Rock. Mech., Roller Missouri.* p. 167-194.
- | 110 | LURE A. I. (1964). - Three dimensional problems of the theory of elasticity., *Interscience - New-York*, p. 343.
- | 111 | MAC CLINTOCK F. A. et WALSH J. B. (1962). - Friction on Griffith cracks under pressure. *Proc. 4th U.S. Nat. Cong. Appl. Mech. Berkeley, California.* 2, p. 1015-1021.
- | 112 | MAC HENRY K.D. et TRESSLER (1977). - Subcritical crack growth in silicon carbide. *J. Mater. Sci.* 12, p. 1272-1278.
- | 113 | MAC MILLAN et WESTWOOD A. R. C. (1974). *Surfaces and interfaces of Glass and ceramics.* Plenum. New-York., p. 493.
- | 114 | MAGNAS J. P. et AUDIBERT A. (1971). - Critère de résistance de béton sous sollicitations multiaxiales. *Ann. I.T.B.T.P.*, 287, p. 21-44.
- | 115 | MALKIN J. (1972). - Mécanique linéaire de la rupture. *Dans Rupture des métaux.* Masson (Ed.). p. 11-32.
- | 116 | MELLOR M. et HAWKES I. (1971). - Measurement of tensile strength by diametral compression of discs and annuli. *Eng. Geol.*, p. 173-225.
- | 117 | MOGI K. (1971). - Effect of the triaxial stress system on the failure of dolomite and limestone. *Tectonophysics*, 11, p. 111-127.
- | 118 | MOKHNACHEV M. P. et GROMOVA N. V. (1970). - Laws of variation of tensile strength indices and deformation properties of rocks with rate and duration of load., *Sov. Min. Sci.*, 6, p. 609-612.
- | 119 | MORLIER P. (1968). - Relation quantitative entre la célérité des ondes fissuration et la célérité des ondes dans les roches fissurées. *Rev. Indust. Min. Numéro Spécial*, p. 16-20.
- | 120 | MORLIER P. (1969). - Description de la fissuration d'une roche à partir d'essais mécaniques. *Colloque Geotechnique - Toulouse*, p. 157-168.
- | 121 | MUNIER J. (1973). - Déformation plastique de cristaux de calcite. *Thèse de 3ème cycle - Lyon.*
- | 122 | MURRELL S. A. F. (1963). A criterion for brittle fracture of rocks and concrete under triaxial stress and the effect of pore pressure on the criterion. *Proc. Fifth Rock. Mech. Symp. University of Minnesota. In Rocks Mechanics, Fairhurst ed., Oxford, Pergamon*, p. 563-577.
- | 123 | NADAI A. (1950). - Theory of flow and fracture of solids. *Vol. 1, N-York, Mac Graw-Hill.*

- 124 | NADEAU J. S. (1974). - Subcritical crack growth in vitreous Carbon at Room Temperature. *J. Amer. Ceram. Soc.*, 57, p. 303-306.
- 125 | NADEAU J. S. MINDESS S. et HAY J. M. (1974). - Slow crack growth in cement Past. *J. Amer. Ceram. Soc.*, 57 (2) p. 51-54.
- 126 | NGUYEN MINH D. (1975). - Contribution à l'étude de la taille des roches., *Rev. Inst. Franc. Petr.*, XXX, p. 473-498.
- 127 | NISHI MATSU U. (1972). - The mechanics of rock cutting., *Int. J. Rock. Mech. Min. Sci.*, 9, p. 261-270.
- 128 | PANET M. (1973). - La stabilité des ouvrages souterrains - Soutènement et revêtement. *Rapport de recherche L.C.P.C. n° 28.*
- 129 | PARIS P. C. et SIH G. C. (1966). - Stress analysis of cracks. *In Fracture Toughness testing. ASTM. STP.* 381, p. 30-81.
- 130 | PAUL B. (1961). - Modification of the Coulomb - Mohr theory of fracture. *J. Appl. Mech.*, 28, p. 259-268.
- 131 | PAUL B. et SIKARKIE D. L. (1965). - A preliminary theory of static penetration by a rigid wedge into a brittle material., *Trans. Soc. Min. Eng. Amer. Inst. Min., Metallurg. Petrol. Eng.*, p. 372-382.
- 132 | DELLOUX R. (1972). - Corrosion sous tension. *Dans Rupture des métaux. Masson (Ed).*
- 133 | DELLOUX R. (1972). - La fatigue. *Dans Rupture des métaux. Masson (Ed).*
- 134 | PEN G.S. PODNIEKS E. R. (1972). - Relaxation and the behavior of failed rock. *Int. J. Rock. Mech. Min. Sci.*, 9, p. 699-712.
- 135 | PERAMI R. (1971). - Contribution à l'étude expérimentale de la microfissuration des roches sous actions mécaniques et thermiques. *Thèse Sciences, Toulouse.* 276 p.
- 136 | PERAMI R. et THENOZ B., (1968). - Perméabilité et porosité des roches. *Rev. Ind. Min. Numéro spécial. Mai*, p. 38-47.
- 137 | PERKINS T. K. et BARLETT L. E. (1963). - Surface energies of rocks measured during cleavage. *Soc. Petrol. Engrs. J.*, 4, p. 307.
- 138 | PERKINS T. K. et BARLETT L. E. (1966). - Effect of cleavage rate and stress level on apparent surface energies of rocks. *Soc. Petrol. Engrs. J.*, 6, p. 308-314.
- 139 | PRICE D. G. et KNILL J. L. (1966). - A study of the tensile strength of isotropic rocks. *Proc. 1. ST Cong. Int. Soc. Rock. Mech., Lisbon*, 1, p. 439-442.
- 140 | PUGH S. F. (1967). - The fracture of brittle Materials. *Br. J. Appl. Phys.*, 18, p. 129-162.
- 141 | PUKH V. P., LATERNER S. A. et INGAL V. N. (1970). - Growth kinetics of cracks in Glass., *Sov. Phys. Solid. State.*, 12, p. 881.
- 142 | REBINDER P. A., SCHREINER L. A. et ZHIGACH S. P. (1944). - Hardness reducers in rock drilling., *USSR Moscow.*
- 143 | ROBERTS D.K. et WELLS A.A. (1954). - Velocity of brittle fracture, *Engineering*, 178, p. 820-821.
- 144 | ROBINSON L. H. (1967). - Effect of hardness reducers on failure characteristics of rock. *Soc. Pet. Eng. J.* 7, p. 295-298.
- 145 | RUTTER E. H. (1974). - The influence of temperature, strain rate and interstitial water in the experimental deformation of calcite rocks. *Tectonophysics.*, 22, p. 311-334.

- | 146 | RYSHKEVITCH E. (1953). - Compression strength of porous sintered Alumina and Zirconia., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 36, p. 65-68.
- | 147 | SANTHANAN A. T. et GUPTA Y. P. (1968). - Cleavage surface energy of calcite. *Int. J. Rock. Mech. Min. Sc.*, 5, p. 253-259.
- | 148 | SANZ G. (1972). - Méthodes pratiques d'étude de la résistance à la propagation brutale des fissures dans les aciers à très haute résistance. *Dans Rupture des Métaux*. Masson Ed. p. 61-99.
- | 149 | SCHMIDT R. A. (1976). - Fracture toughness testing of limestone. *Expl. Mech.* 16, p. 161-167.
- | 150 | SENNETT P. et OLIVIER J. P. (1965). - Colloidal dispersions - Electro-Kinetic effects and the concept of zeta potential. *Chemistry and Physics of Interfaces*, Sennett - Oliver Ed., Americhem. Soc. Washington D. C.
- | 151 | SERDENGECTI S. et BOOZER G. D. (1961). - The effects of strain rate and temperature on the rock subjected to triaxial compression. *Proc. 4 th. Symp. Rock. Mech., Univ. Park Penn.*, p. 83-97.
- | 152 | SHOMERT N., UMHAUER H. et KLEMM W. (1969). - The influence of temperature and environment on the slow crack propagation., *Proceedings of the Second Int. Conf. on fracture - Brighton*. paper 41.
- | 153 | SIH G. C. (1973). - Mechanics of fracture. Vol. 1. *Noordholb Int. Publ. Leyden*.
- | 154 | SIMPSON D. R. et FERGUS J. H. (1968). - The effect of water on the compressive strength of diabase. *J. Geophys. Res.* 73, p. 6591-6594.
- | 155 | SIMPSON L. A. (1973). - Effect of microstructure on Measurements on fracture energy of  $Al_2O_3$ . *J. Amer. Ceram. Soc.*, 56, p. 7-11.
- | 156 | SIPPEL R. F. et GLOVER E. D. (1964). - The solution alteration of carbonate rocks, the effect of temperature and pressure. *Feochim. Cosmochim. Acta.*, 28, p. 1401-1417.
- | 157 | SPRIGGS R. M. (1961). - Expression for effect of porosity on elastic modulus of polycrystalline refractory materials, particularly aluminium oxyde. *J. Amer. Ceram. Soc.*, 44, p. 628-629.
- | 158 | STEVENS R. N. et OUTON R. (1971). - The propagation of Griffith Cracks at High Temperatures by Mass transport Processes. *Mat. Sci. Eng.* 8, p. 220-234.
- | 159 | STREET N. et WANG F. D. (1966). - Surface potentials and rock strength. *Proc. 1st. Cong. Int. Soc. Rock. Mech., Lisbon*. 1 p. 451-456.
- | 160 | SWANSON G. D. (1972). - Fracture energies of ceramics. *J. Amer. Ceram. Soc.*, 55, p. 48-49.
- | 161 | SYMEGASH P. J. (1971). - A study of surface features relating to brittle and semi brittle fracture., *Tectonophysics.*, 12, p. 349-391.
- | 162 | SZECHY K. (1970). - Traité de construction des Tunnels. *Dunod. Paris*.
- | 163 | TALOBRE J. (1957). - La mécanique des roches. *Dunod. Paris*.
- | 164 | TAPONNIER P. et BRACE W.F. (1976). - Development of stress induced micro-cracks in westerly granite. *Int. J. Rock. Mech. Min. Sci.* 13, p. 103-112.
- | 165 | TATTERSALL H. G. et TAPPIN G. (1966). - The work of fracture and its measurement in metals, Ceramics and other Materials. *J. Mater. Sci.*, 1, p. 296-301.
- | 166 | TETELMAN A. S. et MAC EVILY A. J. (1967). - Fracture of structural materials. *J. Wiley (Ed)*.

- 167 | TWEED J. et ROOKE D. P. (1973). - The distribution of stress near the tip of a radial crack at the edge of a circular Hole., *Int. J. Eng. Sci.*, 11, p. 1185.
- 168 | TWEED J. et ROOKE D. P. (1975). - The stress intensity factor for a crack in a symmetric array originating at a circular hole in an infinite elastic solid., *Int. J. Eng. Sci.*, 13, p. 653-661.
- 169 | VIRKAR A. V. et GORDON R. S. (1975). - Crack front profil in Double Torsion specimens., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 58, p. 536-537.
- 170 | VIRKAR A. V. et GRODON R. S. (1976). - Application of load relaxation Techniques to study subcritical crack growth in brittle materials. *J. Amer. Ceram. Soc.*, 59, p. 68-71.
- 171 | VUKUTURI V. S. (1974). - Effects of Aluminium Chloride solutions on the tensile strength of quartzite. *Trans. AJ. ME.* 252, p. 407-409.
- 172 | VUKUTURI V. S. (1974). - The effect of liquids on the tensile strength of limestone. *Int. J. Rock. Mech. Min. Sci. and Geomech. Abst.* 11, p. 27-29.
- 173 | VUKUTURI U.S., LAMA R. D. et SALUJA S. S. (1976). - Handbook on mechanical properties of rocks - vol 1 - *Trans. Tech. Publ.*
- 174 | WALLNER H. (1937). - Linienstrukturen an Bruchflächen., 2. *Physick.* 114, p. 368-378.
- 175 | WAWERSIK W. R. et BRACE W. F. (1971). - Post failure behaviour of a granite and diabase., *Rock. Mech.*, 3, p. 61-85.
- 176 | WESTWOOD A. R. C. (1965). - Sensitive mechanical properties., *Chemistry and Physics of Interfaces. Sennett - Oliver Ed.*, Amer. Chem. Soc., Washington D.C., p. 161 - 172.
- 177 | WESTWOOD A. R. C. (1974). - Control and application of environment sensitive fracture processes., *J. Mater. Sci.*, 9, p. 1871-1895.
- 178 | WESTWOOD A. R. C., GOLDHEIM D. L. et LYE R. G. (1967). - Rebinder effects in MgO. *Phil. Mag.* 16, p. 505-519.
- 179 | WESTWOOD A. R. C. et MILLS J. J. (1977). - Application of chemomechanical effects to fracture dependent industrial processes., *Dans Surface effects in crystal Plasticity - Latansion Ed. Noordhoff.*, p. 835-862.
- 180 | WEYL P. K. (1958). - The solution Kinetics of calcite., *J. Geol.*, 66, p. 163-176.
- 181 | WIEDERHORN S. M. (1968). - Moisture assisted crack growth in ceramics. *Int. J. Fract. Mech.*, 4, p. 171-177.
- 182 | WIEDERHORN S. M. (1969). - Fracture of Ceramics. *N.B.S. Spec. Publ.* 903, p. 217-241.
- 183 | WIEDERHORN S. M. (1969). - Fracture surface energy of glass., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 52, p. 99-105.
- 184 | WIEDERHORN S. M. (1972). - Environmental stress corrosion cracking of glass. *Corrosion - Fatigue NACE - 2.*, p. 731-742.
- 185 | WIEDERHORN S. M. et BOLZ L. H. (1970) . - Stress corrosion and static fatigue of glass., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 53, p. 543-48.
- 186 | WIEDERHORN S. M., EVANS A.G., FULLER E. R. et JOHNSON H. (1974). - Application of fracture mechanics to space Shuttle windows - *J. Amer. Ceram. Soc.*, 57, p. 319-328.

- | 187 | WIEDERHORN S. M. et JOHNSON H. (1973). - Effect of electrolyte pH on crack propagation in glass., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 56, p. 192-197.
- | 188 | WIEDERHORN S. M. et JOHNSON H. (1975). - Effect of zeta potential on crack propagation in glass in aqueous solutions., *J. Amer. Ceram. Soc.* 58, p. 342.
- | 189 | WIEDERHORN S. M., JOHNSON H., DINESSS A. M. et HELLER A. H. (1974). - Fracture of glass in vacuum., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 57, p. 336-341.
- | 190 | WIEDERHORN S. H., SNORB A. M. et MOSES R. L. (1968). - Critical analysis of the theorie of the double Cantilever Beam Method of Measuring fracture surface energies. *J. Appl. Phys.* 39 3 p. 1569-72.
- | 191 | WILLIAMS D. P. et EVANS A. G. (1973). - Simple method for studying Slow crack growth., *J. Test. Eval.*, 1 p. 264-270.

<u>INTRODUCTION</u> .....	p. 1
 <u>CHAPITRE I - LA RUPTURE DANS LES MATÉRIAUX FRAGILES : CRITÈRES</u> .....	 p. 5
1.1 Critères de rupture exprimés à partir de défauts non évolutifs .....	p. 5
1.1.1 Rappels des principaux critères pour les matériaux fragiles ..	p. 5
<i>Critère de GRIFFITH, critère de MAC CLINTOCK-WALSH,</i> <i>généralisations du critère de GRIFFITH.</i>	
1.1.2 Critiques .....	p. 7
1.2 Critères de rupture liés à des défauts évolutifs .....	p. 9
1.2.1 Champ de contrainte associé à une fissure. Modes de propaga- tion d'une fissure - Facteur d'intensité de contrainte.....	p. 9
1.2.2 Critère de GRIFFITH de propagation des défauts .....	p. 11
1.2.3 Autre critère de propagation de fissure - Comparaison .....	p. 13
1.2.4 Stabilité et instabilité de la propagation - Cas du critère de GRIFFITH.....	
1.3 Propagation lente de fissures .....	p. 14
1.3.1 Théorie de CHARLES et HILLIG .....	p. 15
1.3.2 Autres théories .....	p. 17
1.4 Conclusion .....	p. 17
 <u>CHAPITRE 2 - CONDITIONS ÉNERGÉTIQUES DE PROPAGATION DE FISSURES DANS LES ROCHES CALCAIRES : INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE ET INFLUENCE DE L'ENVIRONNEMENT</u> .....	   p. 19
2.1 Rappels des conditions de propagation.....	
2.2 Détermination expérimentale des conditions de propagation de fissu- res .....	p. 22
2.2.1 Méthode analytique - Energie de surface $\gamma_G$ .....	p. 22
Essai et calcul de $K_{1c}$ ; Détermination du module d'Young E	
2.2.2 Méthode de la compliance - Energie $\gamma_c$ .....	p. 24
2.2.3 Détermination expérimentale de l'énergie de fracture $\gamma_F$ .....	p. 26
<i>Entaille en V ; entaille simple ; Influence de la vitesse ;</i> <i>Influence de la profondeur d'entaille.</i>	
2.2.4 Comparaison des résultats expérimentaux des énergies d'initia- tion de fracture $\gamma_G$ et $\gamma_c$ et des énergies de fracture $\gamma_F$ .....	p. 30
2.2.5 Remarque et choix des éprouvettes .....	p. 32
2.3 Influence de la porosité .....	p. 33
2.3.1 Relation expérimentale entre $K_{1c}$ et la porosité $\eta$ .....	p. 33
2.3.2 Interprétation .....	p. 34
2.3.3 Energie critique d'avancement de fissure $G_{1c}$ - Energie $\gamma_G$ ....	p. 35
2.4 Anisotropies naturelles. Influence de l'état de fissuration.....	p. 39

2.4.1	Influence de la foliation .....	p. 39
	<i>Caractérisation de la fissuration naturelle et valeurs de <math>K_{1c}</math>, Interprétation.</i>	
2.4.2	Influence de la stratification .....	p. 42
2.5	Influence de la granularité et de l'état de fissuration.....	
2.5.1	Résultats des essais à "sec" .....	p.43
2.5.2	Interprétation .....	p.45
2.6	Influence de la température .....	p.46
2.6.1	Résultats .....	p.46
2.6.2	Interprétation dans le cas de la micrite et du marbre .....	p.48
2.6.3	Cas de la craie .....	p.48
2.6.4	Energie de fracture $\gamma_F$ . Cas du marbre .....	p.48
2.7	Influence des liquides .....	p.50
2.7.1	Effet de l'eau .....	p.50
2.7.2	Influence des alcools sur $K_{1c}$ .....	p.51
2.7.3	Interprétation des résultats concernant les valeurs de $K_{1c}$ et $G_{1c}$ dans les liquides divers .....	p.52
2.7.4	Cas des marbres - Influence de l'eau .....	p.53
2.8	Fractographies .....	p.53
2.8.1	Fractographie sur les marbres .....	p.53
2.8.2	Fractographie sur les micrites .....	p.54
2.9	Conclusion .....	p.59

**CHAPITRE 3 - FISSURATION LENTE - INFLUENCE DE L'ENVIRONNEMENT .....** p.61

3.1	Techniques expérimentales de mesure de la vitesse de fissuration - Essai DT .....	p.61
3.1.1	Méthodes classiques .....	p.61
	<i>Essais sur poutre cantilever "CT" ou "DCB" à charge constante, en relaxation ; Essai sur éprouvette de flexion à entaille simple ; Essai en double torsion ou "DT Test".</i>	
3.1.2	Essai en Double Torsion .....	p.62
	<i>Généralités sur l'essai DT ; Dispositions particulières de l'essai ; Procédure particulière de l'essai ; Dépouillement des essais.</i>	
3.2	Courbes $V = V(K_1)$ . Description de l'influence de l'environnement ....	p.67
3.2.1	Résultats dans l'air et l'eau à température ambiante .....	p.67
3.2.2	Essais dans les alcools .....	p.70
3.2.3	Essais à pH variable .....	p.71
3.2.4	Influence de la température - Essais dans l'eau .....	p.73
3.3	Interprétation .....	p.74
3.3.1	Les roches calcaires et les réactions de dissolution et crist- tallisation .....	p.74

3.3.2 Etude du palier II des courbes $V = V(K_1)$ .....	p.76
3.3.3 Etude de la zone III des courbes $V = V(K_1)$ .....	p.76
3.3.4 Energie d'activation .....	p.77
3.4 Définition du $K_{Icsc}$ .....	p.78

**CHAPITRE 4 - RÉSISTANCES À LA TRACTION ET À LA COMPRESSION - RELATIONS AVEC LA MICROSTRUCTURE ET LA TEMPÉRATURE .....** p. 79

4.1 Relation entre la résistance à la traction et la microstructure - Cas des micrites .....	p. 80
4.2 Résistance à la compression .....	p. 83
4.2.1 Influence de la microstructure sur la résistance à la compression .....	p. 83
4.2.2 Energie de propagation de fracture en compression .....	p. 87
4.3 Influence de la température .....	p. 90
4.3.1 Résistance à la traction .....	p. 90
4.3.2 Résistance à la compression .....	p. 92

**CHAPITRE 5 - INTERPRÉTATION DES ESSAIS BRÉSILIENS SUR DISQUES ET ANNEAUX ....** p. 95

5.1 Mise en oeuvre des essais .....	p. 96
5.2 Dépouillement classique et comparaison des résultats .....	p. 96
5.2.1 Essais sur disques pleins .....	p. 96
5.2.2 Essais sur anneaux .....	p. 96
5.2.3 Comparaison des résultats avec ceux d'essais de traction directe .....	p. 97
5.3 Interprétation par la mécanique de la rupture .....	p. 99
5.3.1 Modèles utilisés et valeurs de $K_{Ic}$ .....	p. 99
5.3.2 Interprétation de l'essai sur disque plein .....	p. 100
5.3.3 Interprétation de l'essai sur anneau .....	p. 101
5.3.4 Exploitation des résultats - Interprétation par la mécanique de la rupture .....	p. 106
5.3.5 Conclusions et critiques .....	p. 109

**CHAPITRE 6 - APPLICATIONS DIRECTES DE LA FISSURATION LENTE .....** p. 111

6.1 Relation entre la contrainte de rupture et la vitesse de déformation. ....	p. 111
6.1.1 Calcul de la relation entre la contrainte de rupture en traction et la vitesse de déformation .....	p. 111
6.1.2 Comparaison avec les résultats expérimentaux .....	p. 112
6.1.3 Détermination indirecte, de la loi $V = V(K_1)$ pour un environnement donné .....	p. 114
6.2 Fatigue statique .....	p. 118
6.2.1 Détermination de la relation contrainte appliquée - temps à la rupture .....	p. 118
6.2.2 Comparaison avec les résultats expérimentaux .....	p. 119
6.3 Incidences pratiques .....	p. 120

**CHAPITRE 7 - FORABILITÉ DE ROCHES CALCAIRES MICRITQUES - INFLUENCE DE L'ENVIRONNEMENT** ..... p.123

7.1. Travail des outils ..... p.123

7.1.1 Généralités ..... p.123

7.1.2 Aspect physique ..... p.124

7.1.3 Mécanisme fondamental en tête d'outil ..... p.125

7.2. Résultats expérimentaux - Interprétation ..... p. 126

7.2.1 Dispositif expérimental ..... p. 126

7.2.2 Résultats ..... p. 126

7.2.3 Interprétation ..... p. 127

**CONCLUSION** ..... 129

**ANNEXE 1 - DESCRIPTION DES ROCHES CALCAIRES ÉTUDIÉES** ..... p. 133

A.1.1 Description sommaire - Composition chimique ..... p. 133

A.1.2 Porosité ..... p. 134

A.1.3 Structure des marbres ..... p. 137

**ANNEXE 2 -**

**1ÈRE PARTIE : RELATIONS ENTRE LA MICROSTRUCTURE DE CALCAIRES MICRITQUES ET LEURS FACIÈS DE RUPTURE EXPÉRIMENTALE** ..... p. 141

A.2.1 Préparation des échantillons ..... p. 141

A.2.2 Caractérisation des impuretés et de la porosité ..... p. 141

A.2.3 Texture ..... p. 142

*Granulométrie ; Forme des grains ; Nature des limites de grains ; joints de coïncidence ;*

A.2.4 Faciès de rupture expérimentale ..... p. 145

*Les faciès de rupture intergranulaire ; Influence de la température.*

**2ÈME PARTIE : STÉRÉOMÉTRIE** ..... p 147

**ANNEXE 3 - THÉORIE DE L'ESSAI DT (DOUBLE TORSION TEST)** ..... p. 159

A.3.1 Compliance  $y/P$  ..... p. 159

A.3.2 Facteur d'intensité de contrainte  $K_I$  ..... p. 160

A.3.3 Vitesse de fissuration en essai de relaxation ..... p. 160

A.3.4 Forme du front de fissure - Correction de vitesse ..... p. 161

A.3.5 Influence de la raideur de la cellule de charge ..... p. 163

A.3.6 Techniques de l'essai DT en relaxation ..... p. 163

A.3.7 Méthodes incrementales ..... p. 164

**ANNEXE 4 - RAPPEL SUR L'ENERGIE DE SURFACE** ..... p. 165

**BIBLIOGRAPHIE** ..... p. 169

