UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

N° d'ordre 700

50

50376 1978 59



THESE

présentée par CHRISTIAN DOREMUS

pour obtenir le titre de DOCTEUR DE 3^{eme} CYCLE MENTION GEOLOGIE APPLIQUEE

LES CRAIES DU NORD DE LA FRANCE Correlations entre la Lithostratigraphie, la Microstructure et les Propriétés Mécaniques





Soutenue le 4 juillet 1978 devant la Commission d'examen

Membres du Jury : M. PAQUET

Jan Land

M. DEBRABANT

M. DUFFAUT

M. HENRY

M. RESENDE

Président

Examinateurs

U.E.R. DES SCIENCES DE LA TERRE

A ma femme

AVANT - PROPOS

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés dans le cadre des recherches menées par le groupe "Roches" du Laboratoire "Structure et Propriétés de l'Etat Solide" associé au C.N.R.S. (LA 234).

Je remercie Monsieur le Professeur J. PAQUET d'avoir bien voulu m'accorder sa confiance et me confier c**e**tte étude. Je lui sais gré de m'avoir dirigé dans ce travail.

Ma gratitude va à Monsieur le Professeur P. DEBRABANT, Directeur de l'Institut de Géotechnique (E.U.D.I.L.) qui m'a permis d'utiliser le Laboratoire de Mécanique des Roches et a accepté de faire partie de ce jury de thèse.

J'adresse tous mes remerciements à Messieurs P. DUFFAUT du B.R.G.M.-Orléans et S. RESENDE du C.E.T.E.-St Quentin qui ont bien voulu examiner ce mémoire.

J'exprime ma vive reconnaissance à Monsieur J.P. HENRY qui m'a initié à la Mécanique des roches et m'a guidé tout au long de cette étude.

Ma reconnaissance va également à Monsieur R. CUVELIER de l'usine de Dannes, à Monsieur VAN PRAET de l'usine de Barlin et à Messieurs les Chefs de chantier de l'usine d'Haubourdin pour l'accueil bienveillant et pour les facilités d'accès aux carrières, qu'ils m'ont accordés.

C'est avec plaisir que j'adresse tous mes remerciements à mes collègues et amis et à l'ensemble des services tant du Laboratoire associé que de l'Institut de Géotechnique pour le soutien moral et matériel qu'ils m'ont apporté pendant toute la durée de ce travail.

Enfin je remercie particulièrement Madame MASSINON qui a dactylographié ce manuscrit, ainsi que Monsieur DERACHE qui en a assuré le tirage.

SOMMAIRE

Pages

INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1. GEOLOGIE DE LA CRAIE	3
11. GENERALITES	5
12. CARACTERISTIQUES PETROGRAPHIQUES	6
121. Choix et localisation des échantillons	6
1211. <u>Craies d'Haubourdin</u>	6
1212. <u>Craies de Dannes-Camiers</u>	7
1213. <u>Autres craies</u>	9
122. <u>Analyse par diffractométrie X du résidu insoluble à HC1 dilué</u>	10
123. <u>Analyses chimiques</u>	10
124. Observation aux microscopes optique et électronique	1.2
	1.7
	14
1251. Les carbonates	14
a) la calcite b) la dolomie	
1252. La silice et les phyllites	15
1253. Les minéraux accessoires	15
CHAPITRE 2. MICROSTRUCTURE DE LA CRAIE	17
	10
211 Morphologia des éléments conherstés	19
2111 Morphologie des elements carbonates	19
2111. <u>Nannotossiles</u>	19
2112. Particules issues de la destruction des fossiles.	19
2113. <u>Particules néoformées</u>	19
212. <u>Relations intergranulaires</u>	19
213. Situation et Morphologie des argiles	20
214. <u>Anisotropie de structure</u>	21
22. IDENTIFICATION GEOTECHNIQUE - PARAMETRES DE MICROSTRUCTURE	22

Pages

23. CARACTERISATION INDIRECTE DE LA MICROSTRUCTURE :	
POROSIMETRIE AU MERCURE	23
231. Technique expérimentale de mesure de la porosité	
ouverte	24
2311. <u>Méthode classique</u>	24
2312. <u>Méthode utilisée</u>	26
a) généralités b) dispositions particulières	
 correction de mercure régulation thermique temporisation 	
232. Transcription des résultats et interprétation	29
2321. Hysteresis compression-décompression	29
a) conditions thermodynamiques b) microstructure	
2322. Interprétation morphologique des courbes cumulativ de porosité	<u>es</u> 30
a) compression b) décompression	
2323. Interprétation morphologique des diagrammes de <u>fréquence</u>	34
2324. Analyse thermodynamique	34
2325. <u>Surfaces spécifiques</u>	38
CHAPITRE 3. LE GONFLEMENT DES CRAIES	39
31. TECHNIQUES EXPERIMENTALES DE MESURE DE GONFLEMENT	41
311. Méthodes existantes	41
3111. En atmosphère humide	41
3112. <u>A saturation</u>	42
312. Méthode utilisée	42
3121. <u>Généralités</u>	42
3122. <u>Dispositions particulières</u>	43
a) stabilité thermique	

b) atmosphère saturée en vapeurs

32. RESULTATS	44
321. Gonflement dans l'eau. Analyse des courbes Gf=f (temps)	44
3211. Gonflement instantané	44
3212. Croissance et stabilisation	44
3213. <u>Ruptures</u>	45
3214. Dispersion des résultats	46
322. Effets des liquides. Alcools et Benzène	46
33. TRANSCRIPTION DES RESULTATS ET INTERPRETATION	52
331. <u>Rôle du matériau craie</u>	52
3311. Influence de la porosité et de la surface spécifique	52
3312. Effet de la teneur en argile	53
332. Effet des liquides	53
3321. Tension superficielle	53
3322. Constante diélectrique	54
333. <u>Mécanisme de gonflement</u>	54
CHAPITRE 4. COMPORTEMENT SOUS SOLLICITATION TRIAXIALE ISOTROPE	59
41. THEORIE DE L'ESSAI SUR CUBE	61
42. TECHNOLOGIE DE L'ESSAI	63
43. RESULTATS ET INTERPRETATION	64
431. Craie blanche cénomanienne DC4	64
432. <u>Autres craies</u>	65
4321. Porosité de fissure	65
4322. Anisotropie mécanique	65
4323. Changement de comportement	68
CHAPITRE 5. COMPORTEMENT SOUS CONTRAINTE UNIAXIALE	69
51. RESISTANCE A LA TRACTION	72
511. Types d'essais réalisés	72
5111. Traction directe	72
5112. <u>Essais brésiliens sur disques</u>	73
5113. <u>Essais de flexion</u>	74
5114. Remarques sur les essais de traction	74

512. Relation entre la résistance à la traction et la	
microstructure	7
5121. <u>Rappel des différents modèles de rupture</u>	7
a) modèle de surface portante b) modèle de concentration de contraintes c) défaut critique	
5122. <u>Relation_avec_la_porosité. Comparaison_avec_les_</u> modèles_précédents	7
5123. <u>Défaut critique et rupture en traction. Relation</u> avec la microstructure	8
a) mesure de K _{lc} . Détermination des conditions	
de propagation de fissure	
b) relation avec la microstructure c) rupture en flexion 3 points	
513. Influence de l'eau	8
5131. Comparaison des essais secs et saturés	8
5132. <u>Défaut critique. Comparaison K_{lc}/ot sec et saturé</u>	8
514. Influence des alcools	8
5141. <u>Résultats</u>	8
5142. <u>Rôle_des_liquides</u>	8
52. RESISTANCE A LA COMPRESSION	8
521. Essais avec mesures de déformations longitudinale	
et transversale	8
522. Relation entre module d'Young et porosité	8
5221. Rappel des formulations mathématiques	8
5222. Paramètres d'influence	ç
5223. <u>Résultats</u>	ç
523. Influence de la microstructure sur la résistance en	
compression	ç
5231. Relation_résistance - porosité	Ģ
5232. Défaut critique et résistance à la compression	(

Pages

524. <u>Inf</u>	luence des liquides	98
5241.	Effet de l'eau et des alcools sur les caractéris-	
	tiques mécaniques	- 98
5242.	Influence de la vitesse de chargement	99
5243.	Influence de la teneur en argile	101

CONCLUSION	103
LISTE DES FIGURES	107
SYMBOLES ET UNITES	111
PLANCHES PHOTOGRAPHIQUES	113
BIBLIOGRAPHIE	123

ł

INTRODUCTION

Les craies constituent le substrat de la plupart des ouvrages importants de génie civil à venir dans la région Nord (Flandre-Artois-Picardie). Leur étude est donc d'un grand intérêt. Elles apparaissent comme un matériau au comportement mécanique intermédiaire entre celui d'un sol et celui d'une roche. Elles sont caractérisées par une granulométrie très fine et une porosité variable. Les craies peuvent être considérées comme un matériau monominéral, mais les quelques impuretés qu'elles contiennent sont responsables, avec la microstructure, des particularités de leur comportement mécanique.

Nous avons abordé cette étude de façon classique, de la même manière que de nombreux auteurs (23) et nous avons multiplié les essais comparatifs.

Nous nous sommes attachés tout d'abord à caractériser de façon précise la microstructure des craies en usant du microscope électronique et du porosimètre à mercure.

Avant d'aborder les essais classiques (σ_{rt} , σ_{rc} , K_{lc}) nous avons tenté de relier le gonflement à un effet microstructural de l'action de l'environnement physico-chimique et la compressibilité à un effet microstructural dû à une contrainte.

Nous avons ensuite essayé d'interpréter les résultats de ces essais mécaniques en fonction de la microstructure.

Chapitre 1.

GEOLOGIE DE LA CRAIE

1. GEOLOGIE DE LA CRAIE

11. GENERALITES

Les craies du Nord de la France ont déjà fait l'objet de nombreuses études et publications géologiques. On se reportera avec profit aux ouvrages du début du siècle dont les descriptions précises sont toujours d'actualité tant pour la stratigraphie (42) que pour la pétrographie (18). Quelques articles plus récents surtout relatifs à la paléogéographie et aux données de synthèse (22, 77, 10) apporteront de plus un récapitulatif de toute la bibliographie relative aux craies du Bassin de Paris.

Pour les lecteurs peu familiarisés avec la géologie de la craie, les paragraphes suivants leur apporteront quelques traits caractéristiques parmi les plus importants.

La craie dans le Nord de la France couvre près de 100.000 km2, souvent sous un recouvrement superficiel limoneux. La direction générale de la transgression crétacée étant orientée sensiblement SE-NW, la sédimentation crayeuse apparait dès le Cénomanien dans le Boulonnais où les mers sont déjà installées depuis l'Aptien-Albien.

Ailleurs, l'invasion marine est plus tardive et les £aciès correspondants ont un caractère plus littoral. Ces dépôts reposent sur un conglomérat de base appelé "tourtia" par les mineurs du bassin houiller Nord-Pas-de-Calais; ce conglomérat de plus en plus récent à mesure que l'on progresse vers le NE, marque l'avancée graduelle de la mer sur le continent ardennais.

Les dépôts crayeux se généralisent au Turonien supérieur. Les craies de ce niveau sont souvent assez grossières, d'une teinte blanc-grisâtre. Elles contiennent de nombreux silex cornus. Enfin, au Sénonien, la mer atteint son extension maximale et dépose la craie blanche.

Ainsi donc les craies du Nord de la France appartiennent à trois étages géologiques différents.

Certaines limites d'étages ou de sous-étages sont fréquemment marquées par l'existence de faciès crayeux assez différents des craies habituelles. Le cas le plus évident est celui du passage Turonien-Sénonien qui se réalise le plus souvent par l'intermédiaire de couches de craie chargée de grains de glauconie et de phosphate de chaux, et de bancs durcis, de niveaux noduleux (meules et tuns) qui traduisent éventuellement une instabilité plus prononcée du fond marin. La limite Cénomanien-Turonien (Boulonnais) est elle aussi marquée par une couche noduleuse et même un conglomérat noduleux.

12. CARACTERISATION PETROGRAPHIQUE

121. Choix et localisation des échantillons

Les craies blanches sont bien connues tant du point de vue pétrographique (5) que de leurs propriétés mécaniques (23). Il en est tout autrement des craies dites atypiques (17) dont seuls les faciès ont fait l'objet de descriptions précises.

Les craies ont été définies par leur faciès, essentiellement marneux. Certains niveaux de faible puissance ont été retenus de manière à constituer un échantillonnage, le plus complet possible, des différents faciès crayeux.

Les blocs choisis sont sains, non fissurés , permettant le façonnage d'éprouvettes identiques.

1211. Craies d'Haubourdin

La carrière d'Haubourdin (Nord) exploitée par la Société des Ciments du Nord-Groupe Lafarge présente la limite Turonien-Sénonien, masquée par des bancs chargés de glauconie et par des bancs durcis de tun. Cette limite a été bien reconnue dans la région (21).

La craie blanche sénonienne échantillonnée dans cette carrière d'Haubourdin et notée HI est la craie typique : elle est très pure; il s'agit d'une craie franche de référence. A Haubourdin, cette craie est diaclasée : seuls de petits blocs ont pu être prélevés. Par ailleurs, l'étude détaillée des propriétés mécaniques révélera l'existence, dans ce type de craie, d'un faciès plus dur et moins poreux noté HI'.

Remarque : Dans le but de mieux caractériser cette craie typique, le même faciès a été échantillonné dans la carrière de Fretin (Nord). Cette craie est notée Fl.

Bien qu'offrant un aspect et des propriétés très différentes, des craies au sens strict , le tun a été échantillonné pour son caractère régional. Les niveaux durcis sont en effet relativement nombreux dans la stratigraphie des craies. Le tun constitue un élément de transition intéressant entre les craies et les calcaires francs.

L'exploitation de la carrière d'Haubourdin nous a permis d'échantillonner, sous les niveaux de tun, une craie grise marneuse turonienne (Turonien supérieur) notée H2.

1212. Craiesde Dannes-Camiers

La carrière se situe sur les communes de Dannes et Camiers (Pas-de-Calais). Elle appartient au bord sud du Boulonnais, à la limite du Bassin de la Canche (44). La Société des Ciments de Dannes et Lavocat y exploite presque exclusivement des craies cénomaniennes. Celles-ci ont l'intérêt d'offrir des teneurs variables en carbonates. De plus, les faciès sont très voisins de ceux du bord nord de la boutonnière du Boulonnais (27) et de ce fait, présentent des caractéristiques proches de celles des craies où se situerait le tunnel sous la Manche.

Les prélèvements se rapportent à la coupe géologique levée en 1976 (28) et complétée ultérieurément grâce aux documents fournis par la carrière (sondages de reconnaissance)(3) et à quelques observations complémentaires.

La carrière est traversée par deux structures anticlinales d'axes orientés NW-SE et NE-SW. Le pendage des couches est faible; la structure est morcelée de petites failles de faible rejet.

La pente d'exploitation (extraction par scraper) forme un angle de quelques degrés avec la pente structurale et laisse donc apparaître chaque banc sur le flanc, flanc continuellement décapé par les engins. Les blocs échantillonnés ont donc été prélevés sur cette pente.

La coupe lithologique (fig. 1.1) permet de localiser les niveaux de prélèvement. Elle appelle quelques commentaires :

- * La limite Cénomanien-Turonien est marquée par un conglomérat noduleux, témoin de la légère discordance Turonien/Cénomanien (Gosselet, 1905, rapporté dans (44)). Les niveaux sous-jacents sont plus ou moins durcis.
- * La craie blanche est peu marneuse
- * La craie grise, à nombreuses "marcassites" présente des cycles sédimentaires épais souvent peu reconnaissables, parfois marqués par des niveaux durcis (DC7)
- * La craie "bleue" est très marneuse; on y observe en tête deux niveaux crayeux très sombres, noirâtres (DC9-DC 12) particulièrement sensibles à l'eau sur le terrain. Cette craie est marquée par une quantité importante de pyrite finement divisée, ainsi que par des niveaux fossilifères.

* La craie glauconieuse n'a pas été reconnue sur le terrain, mais uniquement par sondage.

L'exploitation actuelle tendant à décaper la pente en amont de la carrière, le Turonien inférieur est maintenant accessible : il est constitué de craie marneuse verdâtre (dièves vertes), se débitant en plaquettes de puissance variable. Plus en amont encore, on reconnait par place les marnes crayeuses verdâtres du Turonien moyen ainsi que la craie blanche à silex du Turonien supérieur/ Sénonien inférieur.

CaCO₃

N°

d'échantillonnage



Carrière de Dannes-Camiers (Pas-de-Calais)

1213. Autres craies

De manière à compléter l'éventail des craies étudiées, la carrière de la Loisne à Barlin (Pas-de-Calais), exploitée par la Société des Ciments Français, a fait l'objet de prélèvements : des craies marneuses du Turonien supérieur ont été prélevées sur un flanc orienté NW-SE, au Nord-Est de la carrière.

On distingue deux bancs superposés (B76 et B77); des caractéristiques mécaniques différentes ont conduit à différencier un faciès noté B77d.

Les craies prélevées en gros blocs ont permis l'étude fine de quelques propriétés mécaniques.

La correspondance entre faciès et numéro d'ordre est rappelée dans le tableau 1.2; par la suite, textes et figures se référeront le plus souvent à cette numérotation.

Provenance	N°	Lithologie	Position stratigraphique	CaCO ₃ %
HAUBOURDIN (Nord)	HI H2 HT	Craie blanche Craie grise Tun niveau durci	SENONIEN (Coniacien) TURONIEN sup. ""	96,6 83,4 95,4
DANNES- CAMIERS (Pas-de- Calais)	DC3 DC1 DC2 DC4 DC6 DC7 DC8 DC9 DC12 DC10	Craie marneuse, verdâtre microlitée Niveaux durcis dans la craie blanche Craie blanche à jaunâtre niveau durci dans la craie grise craie grise, marneuse, à marcassite craie dure, très marneuse noirâtre craie "bleue" très marneuse	TURONIEN inf. CENOMANIEN sup. """ CENOMANIEN moyen """ CENOMANIEN Inf.	92 90,2 92,7 89,3 83,2 88,7 82;6 72,5 64,1 72,9
BARLIN (Pas-de- Calais)	B76 B77	<pre>craie marneuse grisâtre</pre>	TURONIEN sup.	86,4
FRETIN (Nord)	Fl	craie blanche	SENONIEN (Coniacien)	89,5

Fig. 1.2. - Définition des craies étudiées

122. Analyse par diffractométrie X du résidu insoluble à HCl dilué

Le résidu insoluble est obtenu par attaque ménagée à l'acide chlorhydrique d'une solution d'eau distillée (llitre) contenant en suspension quelques dizaines de grammes de craie finement broyée à 200 μ m.

Le résidu insoluble obtenu au bout de 24 à 48 h, lorsque le pH de la solution est stable, est alors traité comme le sont classiquement les argiles.

Trois lames orientées sont alors confectionnées. L'une est analysée directement, la deuxième est préalablement glycolée, son observation permettra de déceler les argiles gonflantes; la troisième est chauffée à 550°C, ce qui a pour effet de détruire la kaolinite et de confirmer la présence des argiles gonflantes.

La présence de microcristaux de quartz ou de feldspaths est à l'origine de l'orientation non parfaite des lames.

Le tableau de la figure 1.3 présente, pour chaque craie, les principaux éléments décelés par dépouillement des diffractogrammes grâce aux abaques (86,95). Si la netteté d'un pic est représentative de l'état de cristallisation des argiles, l'aire relative de certains pics principaux donne une idée de l'abondance de l'espèce minéralogique considérée. La plus grande prudence est à adopter dans la formulation semi quantitative des résultats; celle-ci est illustrée de la manière suivante :

> + présence en très faible quantité dans le résidu insoluble ++ " nette +++ " très marquée

Les commentaires relatifs à ces résultats sont intégrés au paragraphe 1.25.

123. Analyse chimique

Dans le cas présent, les analyses chimiques ont été entreprises dans le but de définir la teneur en matériaux argileux . Le dosage du CaCO₃ (calcimétrie Bernard) conduit au pourcentage d'insolubles.

Pour préciser la nature et l'importance des éléments non carbonatés, l'analyse chimique des diverses craies a été réalisée par l'I.N.R.A. à Arras. Ont été dosés :

> - Ca, Mg, K, Na, Fe, P par HF - Si et Al par fluorescence X

	Smectites	Kaolinite	(Illite) Muscovite	Chlorite	Qz	Glauconite	Divers
HI			++		++		
H2	+	+	++		++		
HT					++	++	
DC3		++	++		++		
DC1	+	++	++	· · •	++		
DC2	+	++	++	• +	++		
DC4	•	++	++ `	+	++		
DC6	+	++	++	+	++		+cristobalite
DC7	+	++	++		· ++		+clinoptilo-
DC8	++	+	++	-	++		lite +cristobalite
DC 9	++++7	+	++		++		+clinoptilo-
DC12	+++	+	++		++	. +	1176
DC10	• ++	+	++		++	· +	
B77	++	++	++		++	+	
. F1			++	++ "-	++	+	

Fig.1.3 - Principaux constituants des craies décelés par l'analyse diffractométrique aux RX, du résidu insoluble à HC1.

L'interprétation minéralogique des analyses chimiques n'est pas chose aisée, compte tenu du nombre de minéraux en présence et de la diversité des compositions possibles pour certains d'entre eux.

Nous nous sommes inspirés du programme de dépouillement MINERAUX mis au point par le L.C.P.C. (25). Le calcul réalisé en FORTRAN IV procède par boucles successives, chacune d'elles correspondant au calcul en pourcentage d'un minéral à partir d'un oxyde déterminé, ainsi qu'au calcul des oxydes restant disponibles. Si les balances en oxydes sont nulles, en fin de calcul, la répartition est supposée correcte; sinon il faut modifier le calcul, soit en changeant l'ordre de passage des minéraux, soit en changeant l'oxyde de départ, soit en adoptant une formule stoechiométrique différente pour certains minéraux complexes.

En pratique, après de nombreuses boucles de calcul et compte tenu de la complexité des alumino -silicates en présence, nous avons adopté des formules stoechiométriques/globales pour l'ensemble des alumino-silicates argileux présents (fig. 1.4). Le calcul a montré que des formules différentes appliquées selon les cas étaient en bonne corrélation avec les données semi-quantitatives fournies par les rayons X.

Données des RX (teneur en argiles gonflantes)	Formule stoechiométrique moyenne	Minéraux dominants
0 (< 5% résidu) + ++ +++	$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	(Illite)-Muscovite Kaolinite

Fig. 1.4 - Formules stoechiométriques moyennes employées dans les calculs, selon l'importance de chacun des alumino-silicates argileux.

Les principaux résultats sont reportées dans la figure 1.5. Les remarques suivantes s'imposent à la lecture de ces résultats :

- la silice disponible après calcul des argiles est parfois trop importante (10 % en DC 10) pour n'être que de la silice libre;
- les teneurs maximales en silice disponible correspondent aux craies les plus argileuses;
- cette silice est en partie consommée par les feldspaths et les micas.
 Par exemple, la silice disponible en Hl est entièrement captée par 2,5 % de micas. Par ailleurs, ceci implique que de l'alumine soit disponible, ce qui diminue d'autant la teneur en argiles.
- le calcul des argiles ne prend pas en compte la présence d'aluminosilicates non argileux mais grands consommateurs de silice. C'est le cas de la glauconite en DC 10 (la teneur en argile y est surfaite).

La méthode simplifiée, à laquelle le calcul nous a conduit, reste très approximative. Les valeurs obtenues,correlées aux teneurs en élements non carbonatés, ne souffrent que quelques exceptions (correspondant aux cas particuliers cités ci-dessus).

	%	P205	CaCO3	Argiles	Si disponible
	HI	0,39	96,6	0	0,6
	н2	0,16	83,4	8,4	2;9
	нт	2,11	95,4	0	0,8 .
-	DC3	0,11	92	2,4	1,2
	DC1	0,14	90,2	7,4	1,5
	DC2	0,09	92,7	4,5	1,1
	DC4	0,21	89,3	3,9	1,5
the state of the second	DC6	0,25	83,2	4,7	1,7
5	DC7	0,23	88,7	4,8	3,8
	DC8	0,39	82,6	5,3	6,9
	DC9	0,32	72,5	13,5	8,9
	DC12	0,18	64,1	25,2	4,8
	DC10	0,34	72,9	19,6	10,4
	B77	0,18	86,4	11,2	0,8
	Fl	0,34	89,5	0	1,7

Fig. 1.5 - Principaux résultats issus des analyses chimiques.

124. Observations en microscopie optique et électronique

L'observation de quelques lames minces au microscope optique constitue une étape préalable aux observations en microscopie électronique. Elle permet d'apprécier l'abondance et la disposition des fragments fossiles, des minéraux non carbonatés.

L'observation au microscope électronique à balayage porte sur des cassures fraiches d'échantillons préalablement séchés. Les échantillons sont inclus dans une résine synthétique adaptée aux porte-objets de la platine du microscope. L'ensemble est placé dans une enceinte à vide poussé où a lieu la métallisation. Celle-ci s'effectue en deux temps pour les craies : condensation sur la surface de l'échantillon d'un dépôt continu de carbone, puis métallisation par l'aluminium.

Nous reviendrons en détail sur les observations spécifiques à la microstructure (2.2) et nous nous contentons pour l'instant d'évoquer dans le paragraphe suivant les seules observations à caractère minéralogique.

125. Résultats

A côté de la phase carbonatée prépondérante, les minéraux appartenant au résidu insoluble peuvent se scinder en deux groupes :

- les éléments siliceux et phylliteux,

- les minéraux accessoires.

1251. Les carbonates

a) La calcite :

Elle constitue de 65 à 97 % de la roche selon les craies. Elle apparait comme le constituant quasi unique des macrofossiles et foraminifères emballés dans la matrice crayeuse. Seuls quelques fragments sont siliceux ou silicifiés (spicules d'éponges).

Les particules élémentaires observées au MEB ont des dimensions variables, la fraction granulométrique la mieux représentée étant la fraction $0,3-3 \mu m$. Seuls quelques cristaux parmi les plus gros possèdent les formes rhomboédriques nettes de la calcite. Les craies marneuses sont essentiellement constituées des éléments les plus fins. La craie apparait comme un assemblage d'amas (31) de grains, ceux-ci ne correspondant pas uniquement à des édifices organiques. De tels amas peuvent avoir des tailles variant de 20 à 100 μm .

b) La dolomie :

Présente dans la majorité des craies, elle se manifeste aux rayons X par un pic très discret à 2,89 Å, sur les diffractogrammes.

On peut parfois l'observer sous forme de cristaux isolés dans la matrice crayeuse.

L'éventail des craies du Nord de la France ne présente pas à proprement parler de craies dolomitiques, plus proches par leurs propriétés mécaniques des micrites.

14

1252. La silice et les phyllites

Si les silex constituent les éléments majeurs du stock siliceux des craies, de nombreuses autres formes existent à l'état diffus au sein de la matrice carbonatée. L'observation en lame mince a permis de reconnaître des grains de quartz de forme arrondie, atteignant parfois 100 µm de diamètre, abondants dans les craies cénomaniennes ; de rares spicules d'éponges et de la calcédoine développée aux dépens de fragments d'Inocerames. L'observation au MEB met en évidence de fins cristaux de quartz bien développés. Nous n'avons pas recherché la présence de cristobalite (64), non décelée aux rayons X par ailleurs (détectée seulement dans 2 échantillons).

Parmi les phyllites, les lames minces ne permettent que de déceler les micas et la glauconie. Les micas blancs ou bruns sont constitués de paillettes d'une centaine de μm de longueur; la biotite est très altérée avec production de chlorite verte. La glauconie se présente sous forme de grains arrondis ou sous forme de remplissage de loges de foraminifères.

L'analyse aux rayons X complète avantageusement ces observations en décelant la présence, toutefois peu fréquente de clinoptilolite (64), ainsi que le cortège argileux avec des teneurs variables en kaolinite et en smectites ^{*}. Les illites sont peu représentées par rapport à la masse importante des micas.

> * On entendra par smectites, les argiles du type montmorillonite qui par hydratation ou dessication subissent d'importantes variations de l'équidistance 001, équidistance théoriquement égale à 15 Å.

Quelles que soient les craies testées, une fraction importante de quartz et de mica semble constituer un stock détritique constant.

1253. Les minéraux accessoires

Quel que soit l'étage géologique, les feldspaths semblent présents. Notre mode de préparation les a le plus souvent éliminés des lames testées aux rayons X, aussi on ne peut observer que parfois des raies très discrètes. Cependant, dès 1897 (17), on notait la présence constante d'orthose. On peut quelques fois observer au MEB des cristaux maclés de 15 à 30 μ m pouvant être de l'orthose.

Parmi les alumino-silicates, signalons encore en particulier les zircons et grenats.

Le fer est un élément constant, abondant dans toutes les craies, sous forme d'hydroxyde, de pyrite ou de marcassite. En lame mince, les hydroxydes constituent des tâches brunes, irrégulières (2-300 Å), tandis que la pyrite est présente en cristaux bien formés à l'intérieur de loges de foraminifères.

Enfin les phosphates de calcium semblent présents dans toutes les craies. Leur teneur est variable dans les craies cénomaniennes, dans les autres craies, ils sont peu représentés sauf dans les niveaux indurés figurés ici par le Tun.

Chapitre 2.

MICROSTRUCTURE DE LA CRAIE



2. MICROSTRUCTURE DE LA CRAIE

21. OBSERVATION DIRECTE DE LA MICROSTRUCTURE

211. Morphologie des éléments carbonatés (Planche 1)

On peut distinguer 3 groupes distincts en fonction de la forme, de la dimension et de l'arrangement des particules carbonatées.

2111. Nannofossiles (82)

Ce sont les coccolithes sous forme de disques ou d'anneaux de 4 à 10 µm de diamètre, rarement associés en coccosphère (_{surtout} les craies les plus pures H1-F1), constituées de cristaux aplatis.

On reconnait parfois des nannoconus et calcisphères : arrangements globablement sphériques de cristaux de calcite (diamètre variant de 25 à 50 μ m).

Les foraminifères sont de taille très importante, cependant leur test est composé de cristaux inférieurs à 5 μm .

2112. Particules issues de la destruction des fossiles

Les fossiles carbonatés sont peu nombreux; par contre, ils sont emballés dans une matrice de cristaux de même espèce et taille que ceux les constituant. Selon les craies, la matrice parait plus ou moins fine en fonction des nannofossiles existants et détruits. Les craies les plus marneuses présentent une "granularité" beaucoup plus fine que les autres.

On observe parfois des assemblages de quelques cristaux résultant vraisemblablement de la destruction de structures animales. Les cristaux observés présentent des angles émoussés.

2113. Particules néoformées

Leur reconnaissance est difficile : ce sont soit des particules irrégulières à contour difficile à préciser, soit des cristaux bien formés, géométriques à arêtes vives . Ce groupe, très hétérogène, est constitué d'éléments de l à 30 µm.

212. Relations intergranulaires (planche 1)

Les particules carbonatées sont liées les unes aux autres par des joints de grains plus ou moins complexes. De cette géométrie et du degré de coïncidence des réseaux de part et d'autre du joint dépendra l'énergie de la liaison.

On distingue différents types de "liens" sur le plan morphologique:

- les liaisons par adhérence, les plus nombreuses, sont le fait de contacts intéressant une part importante de deux grains successifs. Ces surfaces de contact sont importantes dans le cas de nannofossiles, plus restreintes dans le cas de particules isolées. Souvent, entre deux grains de grande taille, un grain plus petit de l'ordre de 0,5 μ m de diamètre assure la liaison.

Les joints ainsi créés sont fragiles, la grande surface de contact supplée, le plus souvent, à la faiblesse des liaisons.

 les liaisons par coalescence (104) se distinguent morphologiquement de l'adhérence par des zones de contact restreintes, le plus souvent avec "fusion" partielle, interpénétration. C'est un moyen terme entre l'adhérence et la liaison par pont.

- les liaisons par "pont" de calcite (72)

Un pont de matière peut joindre deux particules en un endroit où elles sont proches l'une de l'autre. Ce mode de liaison se distingue de la coalescence par la forme plus élancée et une taille beaucoup plus faible. L'observation de ces ponts est difficile car un fort grossissement est nécessaire, de plus les grains se présentent rarement en position favorable.

213. Situation et morphologie des argiles (Planche 2)

Les argiles sont présentées dans toutes les craies, même celles où les rayons X ne les ont pas décelées. Elles apparaissent sous forme de lamelles tantôt aplaties, tantôt échevelées. On peut en fait, au niveau des surfaces de rupture observées au MEB, distinguer 2 termes : des lamelles de grande taille (jusque 100) mais de faible épaisseur (inférieure à 1500 Å) isolées dans la matrice crayeuse, sans obstruer les pores, des lamelles de faible dimension et des argiles plus diffuses disséminées dans toute la structure et inserrées dans les pores ainsi que dans les vides les plus intimes de la matrice crayeuse, Ce second groupe de structures argileuses est surtout le fait des craies marneuses cénomaniennes.

Nous verrons ultérieurement(cf.3)l'importance de la place des argiles dans la structure des craies. On peut envisager les cas suivants :

- minéraux argileux peu abondants et disséminés dans la structure (craies sénoniennes);
- argiles plus abondantes, oblitérant plus ou moins les pores : on distingue les craies turoniennes et sénoniennes où les argiles se limitent à quelques plaquettes réparties de façon aléatoire, des craies cénomaniennes où l'on observe des lentilles plus argileuses (DC9-DC12).

Il convient de remarquer que les argiles par leur position s'opposent à la croissance cristalline au niveau de la matrice crayeuse : elles vont à l'encontre d'une rigidification de la structure au cours de sa genèse.

214. Anisotropie de structure (Planche 3)

On distingue (1) une anisotropie de structure au sens strict, c'est-à-dire due aux minéraux constitutifs, à l'agrégat des grains ou encore à l'orientation préférentielle des surfaces de discontinuité née de l'apparition d'un champ de contraintes. Cette anisotropie de structure induit le plus souvent une anisotropie mécanique (cf.332).

Cependant, la présence de minéraux **aniso**dimensionnels n'entraîne pas forcément une anisotropie de la structure macroscopique; en effet, les grains très fins peuvent s'agglomérer en paquets et former des agrégats isodimensionnels (61). Les craies entrent particulièrement bien dans ce contexte : la structure d'ensemble est assez homogène, on y reconnait parfois quelques particules plus allongées mais leur répartition est très aléatoire, il en est de même des paillettes argileuses. De plus, la structure en amas a déjà été proposée pour ce type de matériaux (26, 31).

La structure de la craie est déterminée par les relations entre grains de la matrice solide, mais aussi par la configuration des vides et pores (101).

L'anisotropie de la forme et de la répartition des pores joue un rôle important dans le comportement mécanique de la roche, puisque la déformation suit de préférence une ligne demandant une énergie minimale (ligne à plus forte densité de défauts).

L'observation au MEB suggère les remarques suivantes :

- la répartition granulométrique des pores est très étalée, depuis les très gros pores atteignant 10 ym aux fins interstices entre plaques constitutives de nannofossiles.
- parmi les gros pores, il faut distinguer les vides entre amas (de 3 à 10 µm selon les craies) et les loges fossiles. Bien souvent les vides entre amas communiquent entre eux grâce à un réseau de fins pores, alors que la structure des loges est telle qu'elle reste fermée à tout fluide (cf. porosimétrie).

22. IDENTIFICATION GEOTECHNIQUE - PARAMETRES DE MICROSTRUCTURE

Nous nous sommes ici limités à l'inventaire de quelques paramètres d'appréciation indirecte de la microstructure, ceux-ci ne révèlent pas par ailleurs la morphologie des éléments constitutifs.

- * Le poids spécifique des grains (γ s), déterminé au piénomètre est voisin de 2,71 g/ cm3 pour l'ensemble des craies, ce qui est légèrement supérieur à la valeur du poids spécifique du carbonate de calcium (2,67 g/cm3). Ceci révèle la présence de minéraux accessoires de forte densité (quartz et surtout feldspaths et micas). Il faut remarquer que les craies cénomaniennes atteignant des valeurs légèrement inférieures et les craies turoniennes et sénoniennes des valeurs légèrement supérieures.
- Le poids spécifique apparent sec (γd) est mesuré par méthode picnométrique avec le mercure comme fluide de remplacement.
- * La connaissance de γ d et γ s nous donne accès aux paramètres de porosité totale de la roche et de teneur en eau à saturation

$$\eta_{\rm T} = 1 - \gamma d / \gamma_{\rm s}$$
$$W = \frac{1}{\gamma_{\rm d}} - \frac{1}{\gamma_{\rm s}}$$

	γd g/cm3	W Z	יד ₇	^η ouverte %
Fl	1,70	22	37	35,6
HI	1,66	23	39	38,9
н1'	1,78	19	34	32
H2	1,94	15	28	25
HT	2,43	4	10	8,2
DC3	2,02	13	25	(22,4)
DCI	1,98	14	f27	25,8
DC2	2,03	12	25	24,3
DC4	1,74	21	36	36
DC6	1,64	24	39	38,9
DC5	1,68	23	(38)	37,2
DC7 C.Gr	1,92	15	29	24,4
DC8	1,95	14	28	28
DC9	2,04	12	25	21,8
DC 1 2	2,02	13	25	22,6
DCIQ	2,03	12	25	23,7
B77	1,82	18	33	32,1

Fig. 2.1 - Paramètres d'identification géotechnique

e.21

e.22

23. CARACTERISATION INDIRECTE DE LA MICROSTRUCTURE : Porosimétrie au mercure

La détermination de la dimension et de la répartition des pores à l'aide d'un porosimètre à mercure a connu un grand développement sur de nombreux matériaux et dans diverses industries : pétrole, industrie chimique (39), céramique (57) et en géologie (41).

Le principe du porosimètre à mercure repose sur la loi de Jurin relative aux phénomènes de capillarité :

Si l'on plonge un tube capillaire dans un récipient contenant du mercure, au niveau du ménisque de mercure dans le capillaire la pression est supérieure à la pression de l'air (fig. 2.2).



Fig. 2.2 Illustration de la loi de Jurin relative aux phénomènes de capillarité

Pour faire pénétrer le mercure dans le tube capillaire, il faut appliquer une pression absolue P et cette pression doit être d'autant plus grande que le rayon r du capillaire est plus faible.

La loi s'exprime alors par P = $\frac{2 \text{ T} |\cos \theta|}{r}$ e.23 avec T tension superficielle du mercure (484 dynes/cm à 25°C) θ angle de contact du mercure et de la paroi du capillaire (angle de mouillage avec le verre 141°)

d'où r (Å) =
$$\frac{75\ 000}{P}$$
 (bars) e.24

On étend cette relation aux roches en assimilant les vides à des cylindres de rayon décroissant (on parle alors de rayons équivalents), cette relation n'est valable que dans la mesure où les seules forces résistantes qui s'opposent à la pénétration du mercure sont d'ordre capillaire. 231. Techniques expérimentales de la mesure de la porosité ouverte

2311. Méthode classique

L'appareil utilisé est un porosimètre Carlo Erba légèrement modifié, permettant une pression d'injection jusqu'à 800 bars et donc de comptabiliser des vides de rayons majeurs équivalents compris entre 93 et 75.000 Å (7,5 μ m).

L'échantillon testé provenant d'un bloc non altéré est obtenu par fracturation pour éviter d'oblitérer les pores par une méthode de sciage. Il est étuvé pendant 24 heures à 110°C et placé dans un récim pient de verre (dilatomètre) dont la partie supérieure est constituée par un capillaire de section strictement constante. L'ensemble placé dans un bâti de remplissage est alors soumis à un vide de 10⁻² torrs. Après dégazage, le dilatomètre est rempli de mercure propre.

L'introduction d'air dans le circuit ramène le système à la pression atmosphérique. Il est possible de moduler l'entrée d'air de façon à ménager des paliers successifs de pression, le dernier correspondant au poids de la colonne de mercure dans le capillaire. La pression est lue au manomètre et le niveau de mercure dans le capillaire est mesuré par visée au cathétomètre. En pratique, ce dispositif dit "macropore" (fig. 2.3) permet de comptabiliser des pores de 7,5 µm à près de 400 µm.





Principe du dispositif "macropore" : mesure de la porosité pour des pressions inférieures à la pression atmosphérique

P4

L'ensemble dilatomètre-échantillon, introduit dans la cellule d'essais est porté en pression grâce à un circuit multiplicateur, à primaire en huile et secondaire en alcool (fig. 2.4). Afin de connaître de façon continue, le volume de mercure injecté dans la roche, une aiguille palpeuse est mise en contact avec le ménisque de mercure du dilatomètre. Tout au long de l'essai, elle suivra ce ménisque grâce à un moteur électrique. Une régulation simple empêche tout accroissement de pression tant que l'aiguille n'est pas en contact avec le mercure. Un enregistreur trace la courbe pression appliquée - hauteur (volume) de mercure injecté.



a Cellule haute pression

b) Dilatométre

- c) Aiguille palpeuse
- d) Moteur de l'aiguille (c)
- e) Enregistreur
- f) Multiplicateur de pression
- g) Pompe
- h) Réservoir d'alcool
- i) Réservoir d'huile
- j) Relais
- k) Contact manométrique
- () Capteur de déplacement

Vanne	electromagnetique
"	"
Capteur	de pression
Vanne	remplissage = vidange
"	de décharge
Sécurité	haute-pression
Sécurité	basse-pression

Fig. 2.4

Principe du porosimètre à mercure

2312. Méthode utilisée

a)<u>Généralités</u>

Lors de pressions croissantes , les pores de rayons de plus en plus petits sont remplis. La mesure de volume de mercure injecté permet pour chaque pression de connaître le volume des pores de dimension correspondante. Il est clair qu'un pore quelconque de grande taille, plus grand que tous ceux qui lui sont connectés sera comptabilisé avec le pore le plus grand qui lui sert d'entrée (26). Le rayon calculé alors se rapporte non au rayon moyen d'un pore, mais à son <u>rayon d'entrée</u> (28). La distribution de pores correspondante est entâchée d'erreurs (69) (fig. 2.5).



Taill de	Volum	volum					
15	100%	- ree 227					
50	0%	19%					
100	0%	59%					
(µm)							
10	80%	16%					
50	20%	30%					
100	0%	54%					

Fig. 2.5

Exemples de distributions erronées de pores, selon le rayon d'entrée, d'après (69) q.

Pour essayer de comptabiliser le "volume" correspondant à ces gros pores de rayon d'entrée petit, des décompressions ont été réalisées manuellement. L'ouverture de la vanne de décharge entraîne une expulsion plus ou moins rapide du mercure de l'échantillon. On enregistre le volume de mercure éjecté, pour chaque palier de décompression, jusqu'à l'obtention d'une pression égale à la pression atmosphérique. Le processus d'injection-éjection de mercure est considéré comme non destructeur de la structure dans la limite des dimensions de pores analysés.

b) Dispositions particulières :

- Correction de mercure

Le mercure a une compressibilité propre; pratiquement négligeable jusque 200 bars, celle-ci croît avec la pression pour atteindre à 800 bars une valeur moyenne de 0,07 mm3/g. Il faut donc lors du dépouillement corriger la hauteur de mercure mesurée dans le tube capillaire.

La réalisation de plusieurs essais à vide (dilatomètre avec mercure seul) en cycles complets compression-décompression a permis de définir une loi de variation volumique de mercure en fonction de la pression appliquée. Cette loi de type parabolique a, en première approximation, été assimilée à la juxtaposition de segments de droite, rendant le calcul plus simple. Les corrections en compression et en décompression ne sont pas les mêmes car, outre la compressibilité de mercure, la mesure d'étalonnage intègre la déformation du dilatomètre et de la cellule. Cet étalonnage est donc à effectuer pour chaque dilatomètre.

sign Régulation thermique : ser as a contract of the set of the set of the

Les essais de porosimétrie sont particulièrement sensibles aux variations volumiques dues aux fluctuations thermiques.

sur 1200 g de mercure, ce qui est proche de la quantité généralement de l'Cure employée. La loi de variation de volume est du type :

$$\Delta y = 1,34. \ 10^{-5}. \ \Delta \theta$$
 en cm3/g (45) e.25

$\Delta V:$ variation	Diamètre du capillaire				
de volume	6mm	3mm			
pour l°C	Δh: variation de hauteur dans le capillaire				
1 6mm3	0,6 mm	2,3 mm			

Fig. 2.6 - Dilatation thermique du mercure Exemple numérique.

Une simple variation thermique a peu d'effet sur la valeur globale de la porosité, même pour un capillaire de 3 mm de diamètre; les fluctuations par contre entrainent des variations de la répartition des volumes poreux.

Le porosimètre est placé dans une pièce climatisée au demi-degré. Cette variation n'est pas sensible à l'intérieur de la cellule d'essai.

- Temporisation :

En compression, une temporisation automatique est possible. A chaque variation volumique, elle permet d'attendre que l'équilibre thermodynamique soit atteint avant une nouvelle augmentation de pression.

La temporisation n'a pas d'effet sur la valeur globale de la porosité, mais influe sur la distribution du volume poreux. On observe (fig. 2.7) une dérive vers les plus gros pores, des courbes de répartition du volume poreux en fonction du rayon d'entrée, pour des temps croissants de stabilisation.

27



En décompression, 2 processus ont été testés :

- Le premier consiste à afficher une pression et à attendre la stabilisation. Le mercure en surpression dans la roche vis à vis du milieu extérieur est expulsé. On considère l'équilibre atteint au bout de cinq minutes.
- Dans le second processus, l'opérateur ferme la vanne de décharge à chaque variation de volume et attend la stabilisation (fixée à 2 minutes) avant toute nouvelle décompression. Ce mode opératoire est certainement le meilleur par rapport à celui de compression; les répartitions du volume poreux (fig. 2.8) sont plus justes que celles du processus précédent. Cependant, ce type d'essai n'a pas été employé sur l'ensemble des craies compte-tenu du temps nécessité par un essai.De tels essais nécessiteront l'asservissement du porosimètre en décompression.



Fig. 2.8 Effet de la temporisation sur la distribution de pores en décompression

232. Transcription des résultats et interprétation

Le langage FORTRAN IV est bien adapté au traitement automatique des données brutes d'essais. Un programme de dépouillement (PØRES) a été établi.

En représentant en abscisse le rayon d'entrée des pores (lié à la pression appliquée par la relation e.24), deux modes de représentation ont été adoptés :

- courbes cumulatives de porosité en fonction du rayon d'entrée η = f (r)
- diagramme de fréquence de volume poreux injecté, exprimé en mm3 par gramme d'échantillon. V = f (r).

2321. Hystérésis compression-décompression

Dans le cas de cycles, les courbes cumulatives de porosité révèlent, lors du ler cycle, une hystérésis importante. Les cycles suivants ont une porosité globale constante. Le phénomène doit son existence à des particularités microstructurales et à des conditions différentes d'essais.

a) Conditions thermodynamiques

En compression, l'automatisme de l'appareil et la temporisation assurent une progression régulière du mercure dans les vides. Le mercure est en équilibre statique; seule sa pression, égale à la pression d'injection, s'oppose à la tension superficielle.

La décompression manuelle conduit à une éjection de mercure par à coups. Le mercure est en surpression dans la roche à l'ouverture de la vanne. La stabilisation est parfois très longue car l'écoulement du mercure entre les grains n'est pas instantané; il est freiné par les forces de viscosité et de frottement liquide-solide. Ce fait nous a conduit à essayer deux techniques différentes de décompression (cf.231, Temporisation).

b) Microstructure

Une partie du mercure injecté ne ressort pas de la roche à la fin du premier cycle. Il reste prisonnier pendant tous les cycles suivants. La différence entre le volume total injecté et le volume ressorti correspond au volume des pores piégés VP. Ce volume exprimé ici en pourcentage de la porosité totale varie de 25 à 60 % selon les craies.

VP représente l'ensemble des pores dont le rayon est bien supérieur à leur rayon d'entrée. L'observation des pores au sein de la roche montre bien de tels vides limités par des étranglements importants.

%	DC 1	2	3	4	. 6	7	8	9	10	12
η	25,8	24,3	22,4	36,3	38,9	24,4	28,5	21,8	22,6	23,7
VP	38	25	36	22	26	46	39	51	46	59

%	HI	H2	HT	Fl	B77
η	38,9	25	8,2	35,6	32,1
VP	51	60	52	50	38

Fig. 29 - Porosité ouverte et volume piégé des craies.

2322. Interprétation morphologique des courbes cumulatives de porosité (fig.2.10)

a) Compression :

Les courbes cumulées de porosité rappellent par leur morphologie celles des milieux reconstitués (39). L'analyse morphologique exposée est tirée de celle des milieux poreux interconnectés (milieu caractérisé par l'assemblage plus ou moins serré de grains non poreux).

* Craies pures

Au delà d'une certaine pression, le mercure envahit assez brusquement la quasi-totalité des vides. Ceci correspond à la partie quasi-verticale des courbes. Les pores piégés sont eux aussi remplis.

Puis la courbe s'incurve, elle marque la progression du mercure dans les vides restant entre les grains. Ces vides de faible dimension, à géométrie pincée ne peuvent être envahis que pour des pressions de plus en plus élevées. Cette partie de courbe est d'un grand intérêt structural : à chaque accroissement de pression, le mercure épouse de plus en plus la structure de la matrice, de sorte que les accroissements faibles de porosité enregistrée sont directement proportionnels à la surface des grains. TALLON (104) a proposé le volume poreux à 1000 Å pour quantifier cette portion de courbe.

* Craies marneuses :

L'envahissement du domaine poreux par le mercure est plus lent; les courbes ne possèdent plus de partie verticale. La progression du fluide est ralentie par la présence plus ou moins grande d'argile obturant partiellement les pores. L'allure des courbes est la même en haute pression.
Les courbes de compression issues des autres cycles présentent une allure semblable à celle des craies marneuses. Ceci confirme le fait que l'envahissement brusque du domaine poreux correspond au remplissage quasi-instantanée des gros pores piégés.

b) Décompression

Ces courbes sont de même ordre que les courbes de compression. On observe cependant un décalage vers les pores les plus gros (basses pressions).

En haute pression, le mercure se retire simplement des infractuosités entre grains; la porosité enregistrée est faible uniquement fonction de l'état de surface du solide et ne comportant pas de pores piégés. La courbe de décompression est alors confondue avec celle de compression, ce qui correspond à un comportement thermodynamique réversible du système solide-mercure. Ceci correspond à des rayons d'entrée de pores compris entre 1000 Å pour les craies les plus pures et 500 Å pour les plus argileuses.

A partir de ces seuils, les courbes de descente s'éloignent vers les rayons de pores les plus gros, pour des pressions de moins en moins fortes. A chaque palier de pression, du mercure reste piégé ou n'a pas le temps de s'échapper de la roche pour rétablir l'équilibre entre pression et forces de tension superficielle. Si l'équilibre n'est pas atteint avant une nouvelle détente, une certaine quantité de mercure ne sort pas; elle sera comptabilisée pour une pression plus faible. Ainsi les courbes se décalent de plus en plus. Cependant la temporisation tend à laisser les équilibres s'établir; une explication expérimentale semble insuffisante, une approche thermodynamique est beaucoup plus fondée (cf. 2324).

Le cyclage conduit à l'obtention de courbes de décompression rigoureusement identiques.



Fig. 2.10



2323. Interprétation morphologique des diagrammes de fréquence (fig. 211)

La lecture des diagrammes de fréquence est plus complexe. On peut cependant en déduire les points suivants :

La distribution correspondant à la première compression a un aspect bimodal; le mode correspondant aux pores les plus petits étant toujours affecté d'une fréquence beaucoup plus faible. Le mode principal correspond au rayon moyen d'entrée des pores.

Les cycles suivants présentant des spectres beaucoup plus étalés, souvent plurimodals mais ayant un mode de fréquences plus importantes correspondant au <u>rayon moyen de circulation</u>. Ce rayon est quasiment superposé au rayon moyen d'entrée. L'étalement du spectre indique quelque soit la craie un débordement vers les plus gros pores : ce qui tendrait à dire qu'après remplissage des pores piégés, il y aurait apparition de pores plus gros. Au fil des cycles, il n'y a pas de dérive du spectre, il n'y a donc pas de destruction de la structure conduisant à la production de pores de plus grande taille. Ce phénomène ne peut trouver son explication que dans une analyse thermodynamique stricte des cycles.

Les distributions en décharge, assez complexes, plurimodales, laissent apparaître un mode principal pour des rayons beaucoup plus grands qu'en compression.

Le recouvrement des distributions du premier cycle et des cycles suivants est assez important; leur différence en compression donne une image du volume piégé.

2324. Analyse thermodynamique

La rétention permanente de mercure après la première compression est la conséquence directe de la morphologie des vides.

Le mercure ne peut être éjecté d'un pore que si les conditions d'énergie le permettent; c'est le cas lorsque l'échange en énergie de surface est plus grand que le travail exercé par la pression extérieure. La surface du liquide a tendance à se réduire si l'énergie de surface du liquide libre est plus grande que le travail d'adhésion au solide.

HILL (57) montre que pour un pore cylindrique rempli , le mercure est en équilibre instable lorsque la pression est réduite en-dessous de la moitié de celle permettant la pénétration; pour un pore donné, il peut y avoir éjection du mercure pour un rayon moyen double de son rayon d'entrée.

Ainsi, une fois que la pression d'éjection est atteinte (la moitié de celle de pénétration pour unpore donné), le mercure peut être éjecté complétement d'un pore dont la section ne varie pas plus d'un facteur de l à 2; dans ce cas, la pression reste inférieure à la pression d'injection dans la plus grande partie du pore. Le modèle morphologique de circulation correspond alors à une succession de cylindres plus ou moins boursoufflés admettant des élargissements et constrictions dont les irrégularités sont dans le rapport de l à 2.

50

Si les irrégularités sont plus grandes, des poches isolées de mercure restent piégées car la pression d'éjection pour la constriction doit être supérieure à la pression de pénétration pour l'élargissement voisin. Il y a alors cassure de la colonne de mercure dans la constriction.

Suivant le modèle de pores considéré, le rapport S = P pénétration/ P éjection varie. C'est un facteur de forme intégrant en outre la capacité de mouillabilité du matériau par le mercure.

KRUYER (68) définit un autre facteur de forme pour des modèles de pores triconvexes par assemblage de sphères.

Le tableau 2.12 transcrit la valeur de S pour les différentes craies. Cette valeur est obtenue par calcul du rapport des rayons de pores en compression et détente pour les classes les mieux représentées.

	DC1	DC2	DC3	DC4	DC6	DC7	DC8	DC9	DC10	DC12	HI	H2
8	2,2	2,2	4	3,5	3,5	2,5	2,5	5	5	5	2,5	3

Fig. 2.12 - Facteurs de forme S, définis par porosimètrie

Le modèle de pores cylindriques convient assez bien pour bon nombre de craies, cependant il n'est absolument pas adapté aux craies les plus marneuses (S = 5).



.



(aus

Cette analyse thermodynamique permet aussi d'expliquer la comptabilisation de gros pores lors des compressions successives (ceux-ci étant absents lors du premier cycle). En décompression, des vides proches de la configuration permettant l'écoulement retiennent du mercure. Des arêtes cristallines plus ou moins vives cassent la colonne de mercure et les "forces causant l'éjection du mercure disparaissent avec la destruction du ménisque" (57). Dans la mesure où la constriction causant la cassure est courte, les ménisques sont proches l'un de l'autre lors de la compression suivante, les forces capillaires sont alors capables de reconstituer la colonne de mercure; une certaine quantité de pores à rayon plus important sont ainsi comptabilisés.

2325. Surfaces spécifiques

L'emploi, en première approximation, d'un modèle de pores cylindriques permet de calculer la surface globale de chaque craie. Pour chaque classe de pores, le calcul du rayon moyen conduit à la surface des "canaux" correspondants. Les surfaces spécifiques cumulées, exprimées en m2/g, sont reportées dans le tableau 2.13.

	DC 1	DC2	DC3	DC4	DC5	DC6	DC7	DC8	DC9	DC10	DC12	Ħ1	H1 '	H2	HT
SC	2,42	2,29	2,52	2,61	3,87	2,92	2,88	3,25	5,37	4,52	6,02	1,77	1,42	3,18	1,25

Fig. 2.13 Surfaces spécifiques des craies, exprimées en m2/g

Chapitre 3.

GONFLEMENT DES CRAIES



3. LE GONFLEMENT DES CRAIES

L'eau a deux effets contraires sur les roches. Sa tension superficielle tend à resserrer le squelette minéral. On constate en effet une contraction des éprouvettes de calcaires micritiques très purs immergés dans l'eau (72,107), les forces capillaires ayant tendance à refermer les fissures. L'eau tend, par ailleurs, à se fixer par absorption sur certains minéraux hydrophiles. Cette hydratation entraîne un gonflement des éprouvettes immergées dans l'eau. Ce second phénomène est le plus fréquent; il est susceptible d'induire des contraintes entrainant des diminutions de résistance parfois importantes.

Dans ce chapitre, nous envisagerons donc le gonflement en lui-même, ses caractéristiques. Nous tenterons d'avancer son mécanisme moteur.

31. TECHNIQUES EXPERIMENTALES DE MESURE DE GONFLEMENT

311. Méthodes existantes

L'observation des conditions d'essais de résistance mécanique des roches, en atmosphère humide ou saturée, est à l'origine des techniques d'essais de gonflement.

3111. En atmosphère humide

SIMPSON et FERGUS (100), KROKOSKY et HUSAK (67) ont étudié l'influence des conditions de conservation ou de l'atmosphère d'essai sur la résistance de certaines roches (diabase et basalte). Dans ces deux cas, c'est le degré d'humidité qui intervient.

On entendra par humidité, l'eau que la roche peut capter, par absorption de vapeur d'eau à l'atmosphère, par capillarité ou par saturation plus ou moins complète. Dans ce cas, on réalise des essais dans une enceinte de climatisation ou un banc de conditionnement d'air humide (32), les déformations dues au gonflement étant mesurées par capteur à induction ou par jauges de déformation. On en déduit des relations de deux types : - gonflement = f (humidité)

- gonflement = f (temps) à humidité constante

Les phénomènes liés à l'atmosphère humide peuvent être expliqués grâce à une analyse thermodynamique complète (91).

3112. A saturation

L'échantillon à tester est alors immergé dans le liquide d'essai, les conditions de départ étant très variables : roche sèche, humide ou partiellement saturée. Le principe de l'essai reste le même qu'en atmosphère humide.

On en déduit uniquement des relations gonflement-temps; les courbes obtenues n'offrent pas toujours une stabilisation dans le temps. COLBACK et WIID (20) rapportent que cette stabilisation peut parfois être très tardive, de l'ordre de plusieurs mois.

Le gonflement ou sa stabilisation pouvant dans certains cas être tardifs, le L.C.P.C. a mis au point une méthode permettant d'accélérer considérablement le processus (103), de manière à prévoir les désordres éventuels de remblais ou de talus subissant un gonflement. Les gonflements opérés sur des granulats calibrés (taille comprise entre les mailles di à ds des tamis) sont provoqués par adjonction d'eau oxygénée portée à ébullition, selon un mode opératoire très précis. On quantifie les gonflements en évaluant les pourcentages de granulats passant au travers d'une maille définie (0,8 di). En fait, on évalue le pourcentage de destruction accélérée provoquée par le gonflement. C'est une méthode indirecte.

312. Méthode utilisée

3121. Généralités

Nous nous sommes attachés à obtenir pour les différentes craies des courbes gonflement-temps à saturation par immersion dans l'eau ou dans un liquide (alcools et benzène).

Les craies sont généralement isotropes ou le plus souvent orthotropes (cf. 43), le gonflement n'est pas forcément isotrope (81), les déformations globales mesurées par capteur à induction ont été enregistrées perpendiculairement à la stratification.

Le porte-échantillons permet de maintenir en place le capteur et l'échantillon. Celui-ci est constitué de carottes de l2 mm de diamètre et d'élancement constant, égal à 2.

A la partie inférieure du support de capteur, deux ressorts de faible raideur sont enfilés sur des guides; l'ensemble applique une plaque d'aluminium sur la tête de l'échantillon. Ce dispositif offre l'avantage d'éviter le poinçonnement du capteur; d'autre part, il maintient l'échantillon en place lors du gonflement.

3122. Dispositions particulières

L'éprouvette d'essai séchée en étuve à 110°C pendant 48 heures est placée sur le porte-échantillon, l'ensemble est immédiatement immergé : l'enregistrement du gonflement à saturation est immédiat.

Ce mode opératoire basé sur un matériel simple a subi quelques modifications de façon à affiner la mesure.

a) Stabilité thermique

Les essais durant en général au moins 24 heures (parfois une semaine) sont soumis aux variations thermiques des locaux, notamment aux fluctuations jour-nuit. Les capteurs à induction sont particulièrement sensibles aux variations de température surtout pour des échelles de sensibilités importantes.

Aussi, avons-nous été amenés à placer notre appareillage d'essais dans une pièce régulée thermiquement. Les fluctuations thermiques alors enregistrées sont de l'ordre du demi-degré; de plus, leur périodicité les rend particulièrement décelables. En première approximation la correction est donc simple.

b) Atmosphère saturée en vapeur

En cours d'essai, deux phénomènes parasites peuvent intervenir : l'évaporation plus ou moins rapide du liquide de saturation (fonction de sa volatibilité, de la température ambiante, de la turbulence de l'air , et pour les alcools la capacité qu'ils ont d'absorber une grande quantité d'humidité en un temps relativement court.

En effet, une exposition à l'eau de 30 minutes augmente le pourcentage d'humidité relative dans de très grandes proportions pour les alcools dont le nombre de carbones est inférieur ou égal à 6 (38). Lors d'essais de gonflement par immersion dans les alcools, l'effet de l'eau est à éliminer; le méthanol étant particulièrement hygrophile nous avons dans la plupart des cas volontairement arrêté ces essais au bout de 100 minutes, l'absorption d'humidité survenant ensuite ne permettant plus d'interprétation simple des enregistrements.

Pour palier à ces deux inconvénients, nous avons complété notre montage de la façon suivante : l'ensemble porte-échantillon, capteur et bac de saturation est placé sous cloche, ce qui évite la turbulence, assure une meilleure isolation, permet d'atteindre sous la cloche la pression de vapeur saturante. De plus un récipient contenant un dessicateur (gel de silice) est introduit sous la cloche, en même temps que l'échantillon à tester.

Ce dispositif permettra par ailleurs la réalisation d'essais sous vide et non plus à l'air ambiant.

32. RESULTATS

321. Gonflement dans l'eau - Analyse des courbes (Gf = f (temps))

Pour l'ensemble des craies testées, les déformations de gonflement enregistrées en fonction du temps sont reportées sur un même graphique bilogarithmique (fig. 3.1).

Les courbes reportées sont des moyennes de 2 à 10 essais suivant les cas. On distingue par la suite trois groupes notés A, B et C.

3211. Gonflement instantané

Toutes les craies testées présentent un gonflement instantané. On remarque en effet qu'à 0,1 minute, toutes les craies ont subi des déformations longitudinales variant de 10 à 200.10^{-6} , avec une majorité de valeurs aux environs de 50.10^{-6} . La craie HT, durcie et recristallisée, présente cependant un gonflement très faible à 0,1 minute, de l'ordre de 5.10^{-6} .

3212. Croissance et stabilisation

Ce faible gonflement "initial" s'amplifie rapidement dans le temps. Au bout d'une minute, il est multiplié par 2 ou 3 dans le groupe A, par 20 pour les groupes B et C.

Au delà de 10 minutes, les déformations croissent moins rapidement (exception faite pour le groupe C, voir 3213), les courbes s'applatissent et ont alors une allure asymptotique quasi-stable à 1000 minutes. Par la suite, dans de nombreux cas, les fluctuations thermiques de grande

période, à amplitude faible comparable **a**u gonflement possible, gènent la mesure . Il devient alors difficile, compte-tenu du dispositif expérimental de définir si les courbes se stabilisent, comme tendent à le prouver les graphes pour des temps inférieurs à 1000', ou si les courbes s'amortissent dans le temps comme l'affirment MURAYAMA et YOGI (81) à propos d'argiles.

3213. Ruptures

Le groupe C est constitué de craies présentant de grandes déformations quasi instantan**fée**s après un temps de gonflement de l'ordre de 10 minutes. Ces grandes déformations correspondent à des ruptures macroscopiques très visibles, parallèles à la stratification, ou en esquilles. Ces différents modes de rupture seront commentés à propos des processus de gonflement.

Ces ruptures interviennent après 5 à 10 minutes de gonflement pour des déformations de l'ordre de 3 à 5000.10^{-6} .

Le point d'inflexion correspondant au début de la stabilisation est ainsi repoussé. Le palier asymptotique apparaît au-delà de 100 minutes de saturation.





Effet de la saturation en eau sur le gonflement des craies, en fonction du temps - Définition des groupes A, B et C

3214. Dispersion des résultats

Elle est peu marquée, comme le montre la figure 3.2. à propos d'une craie à faible gonflement (H1). Les essais relatifs aux deux faciès sont reportés : le comportement est assez identique quel que soit le faciès, les déformations sont toujours dans le même sens. Au-delà de 1000 minutes, les gonflements sont en voie de stabilisation pour des valeurs de déformation comprises entre 100 et 200.10⁻⁶ pour H1, et entre 400 et 500.10⁻⁶ pour H1.

La dispersion est peu importante compte-tenu des gonflements 10 à 20 fois supérieurs des autres craies; elle est plus marquée pour les échantillons à faible gonflement car le moindre paramètre variant introduit une déformation parasite.



Fig. 3.2 Exemple de dispersion des résultats de gonflement (craies HI-HI')

322. Effet des liquides- Alcools et Benzène

L'allure des courbes obtenues pour les différents liquides (exemple figure 3.3) est du même type que celles observées pour l'eau. Cependant pour les craies des groupes B et C, l'inflexion est plus tardive, de l'ordre de 100 minutes; par contre la stabilisation semble pratiquement atteinte vers 1000 minutes. Dans le cas de ruptures macroscopiques (groupe C), celles-ci sont induites après un temps de déformation plus important que pour l'eau, de l'ordre de 50 minutes.



*

BUS









BUS





Il est intéressant de constater l'action différente des divers liquides. On remarque pour l'ensemble des craies que l'eau entraîne toujours les gonflements les plus importants, par contre le benzène offre les déformations les moins importantes à quelques rares exceptions près.

Enfin l'action des liquides induit des gonflements croissants dans l'ordre suivant :

> Benzène - Methanol - Butanol - Pentanol - Hexanol - Heptanol - eau - déformation de gonflement +

Le tableau de la figure 3.4 consigne les valeurs de gonflements considérés stabilisés à 1000 minutes pour les divers échantillons en fonction des divers liquides d'imprégnation, à l'exception des essais dans le méthanol pour lequel ce sont les valeurs à 100 minutes qui ont été reportées :

<u>AL</u> 10 ⁻⁶	HT	HI	DC3	DC4	DC7	DC8	H2	B77	DC9	DC12
EAU	100	(175 ⁺ 60) 450 ⁺ 40	170	240 ±70	2600	4050 - 50	3500	5300	16300 -1800	39300 -3000
HEPTANOL		125	120	145 -20	480 - 5	1020	1150	230 -50	7500 -800	14250 -1000
HEXANOL			190	·	1020		1400			
PENTANOL			140		650	750	900			
BENZENE		46-3	110 -25	190	220	290	330	190 -20	850 -15	1750 -900
OCTANOL						940				
BUTANOL.		70 - 15	110	120	240	830	550	210 +60		8300 -900
METHANOL			100	110		-	540			

Fig. 3.4

Influence du liquide d'immersion sur le gonflement à 1000 minutes, de craies - Tableau synthétique

33. TRANSCRIPTION DES RESULTATS ET INTERPRETATION

331. Rôle du matériau-craie

3311. Influence de la porosité et de la surface spécifique

La porosité ouverte ne semble pas avoir d'action directe sur le gonflement des craies (fig.3.5);par contre la surface spécifique offre une bonne corrélation avec le gonflement à 1000 minutes (fig.3.6) Ceci est important; porosité et surface spécifique sont deux notions voisines : la porosité illustre le volume des vides de la roche tandis que la surface spécifique intègre la surface développée de ces vides et donc permet d'appréhender la quantité des contacts possibles entre solide et liquide d'imprégnation.

La forte surface spécifique parfois enregistrée intègre la surface des nombreux feuillets argileux; elle fait donc intervenir un nouveau paramètre. Cependant l'analyse fine des techniques de porosimétrie a montré l'existence de fins pores, joints de grains etc... puis en compte dans la surface spécifique à côté des argiles oblitérant les pores.



Fig. 3.5 Influence de la porosité des craies sur Fig. le gonflement dans l'eau (gonflement à 1000 minutes)

3.6 Effet de la surface spécifique des craies sur le gonflement dans l'eau (gonflement à 1000 minutes)

3312. Effet de la teneur en argile

Le gonflement est directement proportionnel à la teneur en argile (fig. 3 .7). Ce résultat est particulièrement clair pour l'eau, les données étant plus nombreuses. On note néanmoins dans les courbes un "décrochement" au niveau des faibles teneurs (5 %). De fait, les valeurs du gonflement d'une part et celles des teneurs en argile d'autre part, ont été acquises avec une imprécision beaucoup plus grande. Les points pour les faibles teneurs en argiles ne peuvent être utilisés de manière crédible pour établir la relation gonflement-teneur en argile.

On notera par ailleurs que la teneur en argile englobe tous types d'argiles même celles non gonflantes.





Rôle de la teneur en argile des craies sur le gonflement dans différents liquides d'imprégnation (gonflement à 1000 minutes)

332. Effet des liquides

3321 . Tension superficielle

La tension superficielle des liquides imprégnant les craies devrait normalement avoir pour effet le resserrement de la structure (72) (107). On note pourtant (fig. 3.8) non un retrait mais un gonflement proportionnel à la tension superficielle des liquides. Au phénomène tensioactif se surimposent des phénomènes inverses d'ordre physico-chimique tel la polarisation des liquides.

* Les tensions superficielles non répertoriées (45) ont été mesurées à l'aide d'un tensiomètre Dognon-Abribat.



3322. Constante dielectrique

Elle rend compte de l'état de polarisation du liquide imprégnant un milieu poreux. Les alcools semblent avoir un rôle antagoniste de celui des autres liquides vis à vis de l'influence entre constante diélectrique et gonflement (fig. 39). A la polarisation on doit en effet associer l'effet perturbateur d'hygrophilie des alcools qui voient leur polarisation intrinsèque modifiée.

333. Mécanisme de gonflement

* Dans la matrice crayeuse, les liaisons structurales entre grains (ou joints) sont de loin les plus résistantes. Les particules argileuses tirent, elles, leur cohésion essentiellement de liaisons électrostatiques. Le système finement poreux des craies marque l'existence d'une succion induisant une rétention d'eau (2). Le gonflement en présence d'eau sera intimement lié à ce phénomène de succion qui donne son explication à la fois dans l'existence de pores fins et d'une granulométrie micronique.

L'eau de rétention capillaire fragilise les joints de grains. Sur les joints les plus faibles, elle a un effet de traction. Cet effet peut être assimilé à celui d'un coin. Etant donné l'intercommunicabilité des pores, ces "effets de coins" peuvent être cumulatifs.

* En ce qui concerne les argiles, on note un gonflement structural. Selon le type d'argile, on a insertion de couches moléculaires d'eau sans désorganisation de la structure en feuillets. Les analyses minéralogiques aux rayons X (cf.122) indiquent bien la présence de smectites gonflantes dans les craies (76).

A ce gonflement de base du minéral argileux, on peut y associer une modification sous l'effet de l'eau de la fabrique de l'agglomérat argileux. Le gonflement de l'argile est donc la conséquence de la modification de l'épaisseur des couches d'eau absorbées et du réarrangement des particules argileuses.

* En résumé, on conçoit aisément l'effet fragilisant de l'eau qui diminue l'énergie de liaison des joints de grains de CaCO₃ et qui fait naître des contraintes internes par gonflement des argiles. Des essais de compression simple d'éprouvettes ayant subi un gonflement confirment cette fragilisation (fig. 3.10). A remarquer que la baisse des caractéristiques mécaniques ainsi enregistrée est la conjonction de l'action de l'eau sur les liaisons structurales et de l'expansion des argiles. Ces argiles auront d'ailleurs des effets variables suivant leur minéralogie et suivant leur état de dispersion (70, 105). On notera que le gonflement des argiles induit des déformations conduisant à la surpression de l'air interstitiel, par diminution du volume disponible. Il en résulte des contraintes internes supplémentaires. L'expulsion de l'air piégé affecte aussi la stabilité de la structure.



Fig. 3.10 Comparaison des résistances à la compression de craies ayant subi un gonflement (σ_{cg}) dans l'eau ou l'heptanol avec les résistances intrinsèques σ_c

Le gonflement se stabilise généralement dans le temps car l'édifice crayeux se trouve dans quelque contexte que ce soit (expérimental ou naturel) <u>fretté</u>. Le frettage expérimental est décrit dans la figure 3.11. Le gonflement peut reprendre à la suite de la diminution du frettage et se stabiliser à nouveau ou conduire à la ruine de la structure.

L'anisotropie de gonflement concevable dans le cas des craies très argileuses (81) est plus difficilement explicable dans le cas de craies plus pures. Elle se manifeste néanmoins. Il s'agirait vraisemblablement d'une influence texturale, les craies auraient une mémoire sédimentaire : l'anisotropie verticale serait originelle.

N.B. : H₂O₂ accélère ces processus d'échanges ioniques entre argiles et milieu du fait de la production de molécules d'eau et d'ions H⁺ qui modifient l'état de charge des surfaces argileuses (8).

* Les liquides agissent par leur degré de polarisation, par leur viscosité et par les effets de mouillabilité. Plus la mouillabilité sera grande, plus l'effet du liquide sera important sur la craie.

Les liquides peu polarisés ont pour effet sur les particules argileuses une absorption restreinte, donc un gonflement restreint.

L'eau absorbée par un liquide en augmente les effets. Il est d'ailleurs dans ce cas impossible de séparer l'action des deux liquides. Fig. 3.11 - Vérification de l'hypothèse du frettage expérimental dans le gonflement par saturation en eau.



Ruptures datérales en esquilles témoins de l'effet de poinçonnement du système de' mesure.
Stabilisation dans le temps

(essai à l'air)

B

С

Ruptures parallèles à la stratification Stabilisation dans le temps (essai sous vide)

Ruptures principales parallèles à la stratification Ruine de l'échantillon (essai à l'air)



Chapitre 4.

COMPORTEMENT SOUS SOLLICITATION TRIAXIALE ISOTROPE



4. COMPORTEMENT SOUS SOLLICITATION TRIAXIALE ISOTROPE

L'essai de compressibilité est un essai bien adapté aux milieux poreux et donc aux craies.

41. THEORIE DE L'ESSAI SUR CUBE (MORLIER (80))

Dans un essai de compressibilité hydrostatique, on mesure en fonction de la pression, la déformation dans une direction donnée, ainsi que la variation de volume $\Delta V/V$.

Cette variation peut être interprétée comme étant due, d'une part à la déformation (élastique ou plastique) de la matrice solide, et d'autre part à la fermeture de fissure^{\$} aplaties préexistantes.

Cet essai permet :

- d'établir une loi pression de confinement P déformation relative linéaire ou volumique $P = f(\mathbf{k}) = f\left[\frac{\Delta l}{l}\right]$ $P = f(\Delta V/V)$
- d'évaluer une porosité de fissure η f (e4.1) et de déterminer un spectre de fissuration à partir d'une géométrie de fissure fixée à l'aide d'un coefficient de forme α donné

 $\eta f = \frac{\text{volume des fissures}}{\text{volume apparent de matière}}$ e 41 - de mettre en évidence, à l'échelle de l'échantillon, soit une

anisotropie de fissuration et/ou de matrice induisant une anisotropie des propriétés mécaniques, soit l'absence de fissures ouvertes.

Cet essai, développé en France par MORLIER consiste à mesurer selon 3 directions orthogonales de l'échantillon (fig. 4.1), les déformations en fonction de la pression hydrostatique.



Fig. 4.1

Définition des directions principales de mesures de déformation, par rapport à la stratification dans un essai de compressibilité sur cube La courbe P - ε_i dans une direction permet de distinguer deux parties (fig. 4.2) :

_ une partie curviligne 0A qui n'apparait que dans le cas de roches fissurées perpendiculairement ou subperpendiculairement à la direction i et qui correspond à la phase de fermeture des fissures.

Dès le début de la mise en charge, les courbes présentent une partie linéaire, dans le cas de craies. Ceci peut s'expliquer par le fait que les pores de par leur forme subsphérique présentent une grande résistance aux déformations sous ce type de sollicitations.

- une partie rectiligne élastique AB correspondant à une déformation propre de la matrice rocheuse.



Courbe théorique $P-\varepsilon_{i}$ sous l'application d'une contrainte triaxiale isotrope

Cet essai permet donc de dissocier la déformation élastique de la matrice, de celle liée au serrage des fissures de la roche.

Fig. 4.2

La pente de la partie droite a pour expression $\frac{Ei}{1-2\nu_i}$

ou Ei et ν i sont les paramètres élastiques de la matrice, se rapportant à la direction i.

L'équation de la droite est alors :

$$e_{i} = \frac{1 - 2 \nu_{i}}{Ei}$$
. P + 7 (Pi) e.42

avec $\eta_{(Pi)}$ déformation due aux fissures à la pression Pi. La relation liant la variation volumique relative de l'échantillon à la contrainte s'écrit alors :

$$\Delta V / V = \sum_{i=1}^{3} \varepsilon_{i} \qquad \text{e.43}$$

La porosité de fissure initiale (pour P = 0) est alors définie par

$$\eta_{o} = \sum_{i=1}^{n} \eta_{(Pi)}$$
 e.44

Ce terme traduit l'état de fissuration de la roche. Il est nul lorsque la roche n'est pas fissurée.

Pour des mesures effectuées selon 3 directions orthogonales, on peut, à partir des courbes $P = f(\epsilon i)$, définir différents types d'anisotropie :

- anisotropie de fissuration : $\eta_{(P1)} \neq \eta_{(P2)} \neq \eta_{(P3)}$

- anisotropie de matrice :

$$\frac{E1}{1-2\nu} \neq \frac{E2}{1-2\nu} \neq \frac{E3}{1-2\nu}$$

42. TECHNOLOGIE DE L'ESSAI

Le mode opératoire est conforme à celui défini par MORLIER. Précisons simplement les conditions propres à notre matériel. Nous avons utilisé une cellule triaxiale T 8000 Soiltest (8000 PSI \simeq 5,5 daN. mm⁻²) placée entre les plateaux d'une presse Los System 250 t. La mise en charge est assurée par l'enfoncement du piston de la cellule, celui-ci comprimant le fluide (glycerine) remplissant cette cellule d'essai.

La mesure des déformations est réalisée par jauges à fil résistant. Compte tenu de la porosité des craies, il est impossible de coller directement les jauges sur la surface des éprouvettes. Les surfaces sont donc recouvertes d'un pré-enduit sur une fine couche, de viscosité telle que sa pénétration par effet capillaire soit très faible.

Les cubes, orientés, sont de bonne dimension (5x5x5 cm3) de manière à respecter les répartitions aléatoires des fissures et vides de la roche. Ils sont recouverts d'un enduit protecteur imperméable, enduit suffisamment souple pour transmettre uniformément la pression de confinement aux échantillons testés.

Une correction sur les mesures, proportionnelle à la pression, tient compte de la compressibilité propre de l'enduit ainsi que de celle de la colle des jauges.

43. RESULTATS ET INTERPRETATION

Dix essais ont été réali**s**és complétement à sec (échantillons étuvés à 110°C pendant 48 heures). Nous éviterons donc toute généralisation.

431. Craie blanche cénomanienne DC4 (fig. 4.3)

Les résultats d'essais montrent que cette craie n'est pas fissurés à l'échelle de l'échantillon, c'est-à-dire à l'échelle centimétrique. En effet, les courbes contrainte hydrostatiquedéformation dans une quelconque direction sont linéaires dès l'origine.

Le matériau-craie présente un comportement inhabituel par rapport aux roches couramment rencontrées. En effet, pour une valeur de contrainte isotrope voisine de 3 daN.mm⁻², les courbes effort-déformation s ' infléchissent : cette craie semble pouvoir se déformer d'une manière importante pour un domaine de contraintes isotropes supérieures à 3 daN. mm⁻².

Il n'est pas possible d'apporter plus de précision, les grandes déformations entraînant de la part des jauges, soit des résultats érronés, soit leur désolidarisation du support.



On peut distinguer deux phases :

* une première phase (A) correspondant à la partie linéaire, il est intéressant de remarquer que les pentes de ces droites sont sensiblement égales; les modules volumétriques calculés variant de 1370 à 1400 daN.mm⁻² ceci tend à montrer que l'anisotropie de matrice est assez peu marquée.

* une seconde phase (B) traduisant un domaine de grandes déformations (partie curviligne), ces déformations indiquent une modification vraisemblable de la structure de la craie qui confère à celle-ci une plasticité apparente.

A partir du module volumétrique, il est possible de déduire le module d'Young connaissant le coefficient de pression. Ces valeurs comparées à celles obtenues par d'autres méthodes de mesures (cf. 522) sont du même ordre de grandeur (fig. 4.4).

DC4		Ecompressibilité	E compression		
$K = \frac{Ei}{1-2\nu_i}$	⊥	910 daN.mm ⁻²	930 daN.mm ⁻²		
ν = 0,174	#	895 daN.mm ^{~2}	-		

Fig. 4.4 - Modules d'Young calculés à partir d'essais de compressibilité et de compression

Cette craie est très peu anisotrope.

432. Autres craies (fig. 4.5)

L'allure générale des courbes [P-^ei] permet de dégager les points suivants :

4321. Porosité de fissure

Les craies ne présentent pas ou très peu de porosité de fissure, sauf dans quelques cas très précis (33). Notons cependant que ceci ne signifie pas qu'une fissuration ne puisse apparaître. En effet, cette méthode ne détecte que les vides aplatis ("cracks") (112) et ne prend pas en compte les défauts générateurs de fissures tels que les pores.

4322. Anisotropie mécanique

L'origine de cette anisotropie a déjà été évoquée à propos de l'anisotropie de structure (§ 224). Notons avec GOGUEL (40) que "parfois dès sa genèse, mais en tous cas dès sa première déformation, une roche est mécaniquement anisotrope".



.


Dans le cas des craies, la sédimentation puis les surcharges géologiques (conduisant à une densification avec la profondeur) (4) (16), conduisent le plus souvent à une orthotropie de révolution : la roche est alors isotrope dans un des plans de symétrie, le plan de sédimentation. En effet, dans presque tous les cas, on observe une isotropie dans le plan de la stratification; pour les craies indurées, on remarque une légère anisotropie dans ce plan, anisotropie fortement liée à la recristallisation minérale de calcite.

L'orthotropie semble bien marquée, dans ces craies plus dures.

Les propriétés physiques et mécaniques des roches dépendent de l'échelle de duréé des sollicitations et de l'échelle des dimensions de l'échantillon testé. Cette notion d'échelle intervient aussi à propos de l'anisotropie, où une anisotropie prononcée, due aux surfaces de discontinuité du massif, se superpose à celle de la structure (75).

4323. Changement de comportement (phase B)

Les courbes effort-déformation s'infléchissent pour une valeur de contrainte variant de 1,5 à 3 daN.mm⁻² pour les craies non indurées, cette valeur étant supérieure à 6 daN.mm⁻² (limite de l'appareillage) pour les craies indurées.

Au delà de ces valeurs, on entre dans un domaine de grandes déformations.

Certains auteurs (32, 87) ont montré l'existence d'une 3ème phase (C) au cours de laquelle les liens entre les grains et le ciment sont graduellement brisés et pour des pressions élevées, le matériau perd alors toute sa cohésion en se transformant en un milieu granulaire..Il semble que plus la porosité d'une craie est faible, plus la valeur de la contrainte hydrostatique conduisant à la rupture des ligisons granulaires est grande.



COMPORTEMENT SOUS CONTRAINTE UNIAXIALE



5. COMPORTEMENT SOUS CONTRAINTE UNIAXIALE

Les résultats expérimentaux d'essais de traction ou de compression sur les roches dépendent fortement des conditions d'essais : température (46), teneur en eau (78, 79), élancement des éprouvettes (63), vitesse de chargement (97, 98), conditions aux limites imposées par la technique expérimentale (109).

Influence de la température

Tous les essais ont été effectués à la température ambiante de 18 à 22°C. Ces variations sont trop faibles pour modifier les caractéristiques mécaniques des craies.

Influence de la teneur en eau

Cette influence sera commentée ultérieurement. Une augmentation de la teneur en eau provoque une chute de la résistance limite et du module é lastique. On entendra par essais secs, des essais réalisés sur des éprouvettes étuvées à ll0°C pendant 48 heures.

Elancement des éprouvettes

Lors d'essais de compression, l'élancement des échantillons est choisi égal à 2,5, ou à 2, quand cela n'était pas possible. Une valeur supérieure peut entraîner le flambage de l'éprouvette. Une valeur inférieure augmente l'influence de frettage au niveau des têtes sur les caractéristiques mécaniques et gène le développement des plans de rupture; il en résulte une augmentation de la résistance limite.

Influence des conditions cinématiques et dynamiques

Une augmentation de la vitesse de chargement ou de déplacement provoque un accroissement des modules élastiques et des résistances ultimes.

Influence des conditions aux limites

En compression, des contraintes de cisaillement se développent généralement sur les têtes des éprouvettes dans les essais classiques. Ce phénomène est dû au frettage entre les extrémités de l'échantillon et les plateaux métalliques.

51. RESISTANCE A LA TRACTION

511. Types d'essais réalisés

5111. Traction directe

La résistance à la traction directe σ_{td} a été déterminée sur des éprouvettes cylindriques de diamètre 12 mm et d'élancement 2,5. Les éprouvettes sont taillées perpendiculairement à la stratification. Les embases rectifiées sont collées à l'araldite sur des cylindres filetés de laiton, nécessaires à la fixation dans les mors de traction de la machine. La contrainte de traction est appliquée par une presse Instron 1115. La vitesse de traverse est choisie égale à 100 μ /minute.

Le tableau 51.1 donne la moyenne des essais pour les quelques craies testées; ces essais sont de mise en oeuvre complexe.

	^σ td daN.mm ⁻²	σt B daN.mm ⁻²	σtf daN.mm ⁻²
DC1		0,38 ± 0,03	0,86 ± 0,03
DÇ2		0,48 ± 0,05	1,14 ± 0,07
DC3		0,26 ± 0,04	1,19 ± 0,17
DC4		0,13 [±] 0,04	0,66 ± 0,06
DC6		0,11 [±] 0,01	0,56 [±] 0,06
DC7		0,30 ± 0,10	0,98 ± 0,11
DC8		0,45 [±] 0,04	1,10 [±] 0,08
DC9		0,47 [±] 0,13	1,39 ± 0,09
DC10			1,52 ± 0,07
DC12	0,47	0,68 [±] 0,12	, <i>m</i>
F1		0,19 - 0,05	
ні	0,27	0,26 - 0,02	0,72
H2		0,40 ± 0,06	0,91
HT	2,31		2,95
B76	0,16	0,14	
B77		0,19	

Fig. 51.1 - Résultats d'essais de traction directe et indirecte (Brésilien, flexion 3 points) - Essais secs

5112. Essais brésiliens sur disques

Les essais brésiliens (109) sur disque, par compression diamétrale, sont des essais de traction indirecte utilisés couramment pour déterminer la résistance en traction de matériaux tels que les bétons.

Leur mise en oeuvre est simple : elle ne nécessite que le tronçonnage de carottes de sondages. Les échantillons obtenus sont écrasés diamétralement entre les deux plateaux d'une presse. Cet essai permet d'éviter le problème posé par l'amarrage des échantillons sur les mors dans un essai de traction directe.

Dans le cas d'un matériau continu, isotrope, exempt de fissures et en adoptant l'hypothèse d'une charge concentrée, le calcul de la répartition des contraintes en élasticité linéaire, prévoit le long du diamètre chargé, une contrainte principale de traction constante (83,58) donnée par :

$$\sigma_{tB} = \frac{2.P}{\pi \cdot 1.D} \qquad e.51$$

où P est la charge appliquée, l la longueur du cylindre et D son diamètre.



Fig. 51.2 Modèle de répartition des contraintes appliquées sur un disque plein, lors d'essais brésiliens

Différents calculs avec l'hypothèse d'une charge répartie ont été effectués par la suite. Dans ce cas les résultats montrent que la contraite de traction est seulement constante sur la plus grande partie BB' du diamètre AA' et que dans les zones d'appuie AB et A'B' elle change de signe pour devenir une contrainte de compression. La rupture se propage par fendage lorsque la contrainte de traction σ_{tB} est suffisante pour provoquer une décohésion du matériau.

La formule e 51 n'est plus valable pour un milieu anisotrope. FINE et VOUILLE (36) proposent dans ce cas un calcul des contraintes par des méthodes numériques telles que celles des "éléments finis". Lorsque la roche testée présente une anisotropie prononcée, la rupture au lieu de se produire par fendage au niveau du diamètre de chargement, peut se propager par cisaillement le long de plans privilégiés; la répartition des contraintes est alors plus complexe. Le plan de fissuration a été choisi parallèle à la stratification : le carottage systématique est effectué perpendiculairement à la stratification, une lègère anisotropie peut exister dans cette direction (cf. 432). La géométrie des éprouvettes est celle préconisée par HAWKES et MELLOR (53) soit 1 = D/2.

Les essais ont été réalisés sur presse INSTRON 1115, la vitesse de traverse est de 50 μ .mn⁻¹.

5113. Essais de flexion

Les essais de flexion 3 points sont des essais de traction indirecte. Les poutres ont les caractéristiques géométriques suivantes (fig.51.3) :

> b = h = 7 mm2 L = 40 mm





 $\sigma_{\rm tf} = \frac{3.P.1}{b.h^2}$

e52

21

Les valeurs de la résistance à la traction sont obtenues avec une vitesse de traverse rapide de 0,5 cm.m^{n^{-1}}, pour une orientation du plan de fracture perpendiculaire au plan de stratification.

5114. Remarques sur les essais de traction

La comparaison des valeurs obtenues pour des sollicitations différentes conduit aux remarques suivantes :

Les essais de traction directe et les essais brésiliens montrent un bon accord entre eux, et au facteur dix près avec les essais de compression simple (cf 5.2) comme le souligne la figure 51.4. Cette relation a déjà été largement commentée (53), nos quelques valeurs expérimentales confirment ce fait.



Fig. 51.4

Comparaison, pour les craies, des résistances à la traction directe-Brésilien, et à la compression

Les essais de flexion sont en désaccord avec les autres essais de traction comme l'indique la figure 51.5 associant résistance en flexion et en brésilien. Dejà, pour les bétons, le calcul de σ fait intervenir un facteur 6 au lieu de 3 ici dans la formule e52 pour rendre compte de ce phénomène.

Le fait de cette distorsion montre les lacunes de cet essai dans le cas des craies. Une analyse en terme de défauts critiques sera proposée au paragraphe 5123c.

Les résultats d'essai de flexion sont donc à manier avec la plus extrême prudence; toutefois, compte-tenu de la mise en oeuvre simple de ces essais, les valeurs expérimentales seront comparées entre elles.



512. Relations entre la résistance à la traction et la microstructure

La résistance en traction des craies est faible, la rupture est brutale et est obtenue pour de faibles déformations. On peut appliquer aux craies les théories de la rupture fragile.

5121. Rappel des différents modèles de rupture

Les céramistes ont l'habitude de relier la résistance à la microstructure par l'intermédiaire de la porosité.

a) Modèle de surface portante

ь

Les variations de résistance et de porosité sont liées au changement de la surface portante des grains. Ce modèle a été défini pour des contacts intergranulaires entre sphères, il est inspiré de relations empiriques définies en traction (7, 19) ou en compression (96,30) ou de modèles théoriques (60).

KNUDSEN (65) l'a énoncé ainsi: pour une taille de grain et un volume élémentaire fixé, la résistance d'un corps quelle que soit la sollicitation, dépend de la géométrie d'arrangement des grains constitutifs et donc de leur surface de contact.

e.53

 $\sigma = \sigma_{o} e^{-b \eta}$ caractérise la géométrie d'arrangement des grains

 σ_{α} contrainte théorique pour $\eta = 0$

C'est l'arrangement cubique qui malgré une forte porosité donne les résistances maximales; cependant quel que soit l'arrangement, les variations de résistance sont inférieures à 10 %.

OROWAN (84) et PETCH (90) ont largement illustré les relations existant entre la contrainte à la rupture et la taille de grains F. De nombreux auteurs en ont débattu depuis (6⁵, 14, 85). Dans les calcaires à grains fins, la granulométrie est sensiblement constante; rappelons pour mémoire une équation générale (94) :

> σ = K. F^{-a}. e^{-b \eta} e.54 F = facteur de taille de grains a = constante de forme ($\simeq 1/2$)

On peut penser que la rupture est le fait de l'extension des pores les plus importants; leur morphologie est particulièrement importante sur l'initiation de la rupture. Les ruptures observées sont intergranulaires (65, 24) ou transgranulaires (94) ce qui est en contradiction avec le modèle. Toutes les vérifications de ce modèle ont été réalisées en traction.

EUDIER (34) porte un jugement critique sur ce modèle qu'il confirme cependant; la contrainte est souvent surestimée le modèle considérant une contrainte distribuée uniformément entre les pores. Or en l'absence de plasticité, il existe une concentration de contraintes autour des "trous".

b) Modèle de concentration de contraintes (14, 15, 6,48).

Si la propagation de fissures conduisant à la rupture est gouvernée par la concentration de contraintes autour des pores, il faut considérer l'interaction de ces pores. C'est un problème classique en élasticité où l'on considère une cavité sphérique soumise à une contrainte à l'infini. CARNIGLIA (14) arrive au résultat :

$$\log \sigma = \log \sigma + \log F(\eta) \qquad e.55$$

$$\log \mathbf{F}(\eta) = -\frac{\mathbf{b} \cdot \eta}{4.606} - \frac{1}{2} \log \frac{1}{1-\eta} - S \cdot \log \left[\frac{-\eta^{1/3} - \frac{11}{16} - \frac{\eta^{2/3}}{8} - \frac{3\eta^{4/3}}{16}}{\eta^{-1/3} - 1} \right] \quad e.56$$

S est un facteur de forme variant de 1 à 5, théoriquement égal à 1 dans le cas de sphères.

En fait la distance entre pores étant faible, il y a redistribution des contraintes dans la matrice.

D'autres formulations de ce modèle précisent l'influence de la distribution des pores en faisant intervenir le rapport r/l (r rayon des pores, l distance entre pores voisins).

c) Défaut critique

La théorie de GRIFFITH-OROWAN (43, 84) constitue une approche différente. Le modèle n'est plus globaliste, mais s'intéresse à la présence de défauts (fissures - pores) capables de réduire la résistance d'un matériau en-dessous de sa résistance théorique déduite des forces de cohésion moléculaire.

On considère la rupture comme résultant de la propagation instable d'un défaut devenu critique a propagé lorsque la contrainte atteint une valeur critique σ f.

K₁ facteur d'intensité de contrainte en mode 1 (mode de sollicitation du défaut en traction) est un paramètre de contrainte locale en tête de fissure.

A la rupture, pour la roche sollicitée en traction, on a la relation :

e.57

 $K_{1c} = Y, \sigma_f, \sqrt{a_c}$

 K_{lc} facteur d'intensité de contrainte critique σ_{f} charge critique

a c taille du défaut évolutif

Y constante dépendant de la géométrie de l'éprouvette et des défauts.

La mesure de K_{l c} est faite par flexion 3 points d'éprouvettes normalisées préentaillées (99). La mise en charge est rapide; dans ces conditions il y a propagation instable de la fissure.

Ce modèle de rupture fait intervenir le défaut le plus défavorable en taille (a, Y) et en position (Y).

Le problème est alors de confronter les valeurs de a_c calculées à partir de l'équation e57 avec les valeurs a_o mesurées directement lors de l'analyse microstructurale. Ces défauts peuvent correspondre à de multiples défauts initiaux du matériau dans la mesure où leur taille n'évolue pas de manière notable lors des essais.

Si la taille et la forme des pores sont importants (6), il convient de souligner l'importance de la taille des défauts majeurs (taille réelle ou effective) (50).

En flexion sur l'alumine, PASSMORE, SPRIGGS et VASILOS (85) ont mis en évidence l'influence du diamètre des pores sphériques sur la propagation de fissure. Ils introduisent l'idée de "dissipation de contrainte" ; il y a inhibition de la propagation par réduction de la contrainte locale avec l'augmentation de la taille des pores. FRANCOIS (37) sur des modèles théoriques précise que lorsqu'au cours de sa propagation une fissure rencontre un gros pore, le rayon de courbure au fond d'entaille augmente, ce qui augmente la tenacité.

HASSELMAN et FULRATH (48, 49) ont essayé de valider les différents modèles en fonction des relations entre taille des fissures et des pores.

5122. Relation avec la porosité - Comparaison avec les modèles précédents.

Le modèle de surface portante (fig. 51.6) s'applique avec les paramètres suivants $\sigma = 4,2$ daN.mm⁻²

b = 8,9

La valeur de b est particulièrement élevée par rapport à celles obtenues pour les matériaux céramiques (66) et de ce fait, met en doute le modèle correspondant.



Fig. 51.6

Relation entre la résistance à la traction des roches calcaires à grains fins et la porosité ouverte - Modèle de surface portante

Le modèle de concentration de contraintes (fig. 51.7) semble moins bien adapté . Toutefois l'emploi de facteurs de forme différents conduit à une relation intéressante pour S = 3. Ceci laisse à penser que la distribution de contraintes reste complexe, qu'elle dépend beaucoup de la taille et de la forme des pores.



Fig. 51.7

Relation $\sigma_t^{-\eta}$ Modèle de concentration de contraintes La transcription d'autres formulations mathématiques de ces modèles (fig. 51.8) donne des accords du même ordre avec les valeurs expérimentales.



5123. Défaut critique et rupture en traction - Relation avec la microstructure

a) <u>Mesure de Kle</u> : <u>détermination des conditions de propagation de fissure</u>

On utilise le montage de flexion 3 points. Les éprouvettes (fig. 51.9) de côte de référence h = 15 mm ont été réalisées par sciage puis polissage. Les entailles sont obtenues par sciage. Leur fond est affiné.





La mesure de la longueur a d'entaille est réalisée par visée optique sur microscope, sur les 2 faces de l'éprouvette, la valeur moyenne est prise en compte.

La vitesse de traverse (presse Instron1115) est choisie telle que la fissure se propage de façon instable. En pratique, on a adopté $0,5 - 1 \text{ cm. mn}^{-1}$.

Connaissant a la longueur de fissure et σ_{f} la charge à l'instabilité, K_{lc} est déterminé à partir de la théorie de l'élasticité linéaire (99).

$$K_{1c} = \frac{\sigma_f}{b \sqrt{h}} \cdot Y \qquad e.58$$

$$Y = \left[11,58 \left(\frac{a}{h}\right)^{1/2} - 18,42 \left(\frac{a}{h}\right)^{3/2} + 87,18 \left(\frac{a}{h}\right)^{5/2} - 150,66 \left(\frac{a}{h}\right)^{7/2} + 154,30 \left(\frac{a}{h}\right)^{9/2} \right] e.59$$

Les valeurs de K_{1c} (29) sont reportées dans le tableau 51.10

DC1	DC2	DC3	DC4	DC5	DC6	DC7	DC8	DC9	- H1	Н2	нт
0,73	1,12	1,13	0,41	0,50	0,38	0,94	1,25	1,24	0,57	0,80	2,86
±	±	±	<u>+</u>	<u>+</u>	<u>+</u>	±	±	±	<u>+</u>	<u>+</u>	±
0,07	0,17	0,11	0,05	0,04	0,04	0,15	0,17	0,17	0,04	0,01	0,21

Fig. 51.10 Valeurs du facteur d'intensité de contrainte critique K_{1c} (daN.m^{-3/2}) pour les différentes craies testées - essais réalisés à sec - (29)

b) Relation avec la microstructure

Les modèles précédents montrent que la répartition des défauts ne joue pas de rôle particulier en traction. La longueur a des défauts critiques, calculée à partir de l'équation de Griffith e.57 prend en compte la résistance à la traction. Nous avons choisi pour le calcul, les valeurs obtenues par les essais brésiliens, ces valeurs étant les plus proches de celles de traction directe.

En outre, le calcul de a implique de faire l'hypothèse de défauts plans ayant un facteur de forme Y = $\sqrt{\pi}$. En fait, l'approximation n'est pas trop mauvaise, le rapport Y/ $\sqrt{\pi}$ ne væriant pas plus de l à 3 pour des géométries différentes de défauts.

La résistance à la traction $\sigma_{\rm tB}$ diminue lorsque la taille du défaut critique a_c augmente (fig. 51.11); ce qui est en accord avec la théorie de GRIFFITH. Le paramètre important dans la rupture en traction semble donc être la taille du plus grand défaut du matériau (106).



Fig. 51.11

Influence de la taille de défaut critique a csur la résistance à la traction σ_{tB}

Quelques éprouvettes de traction directe ont été testées plusieurs fois (fig. 51.12). Les valeurs de la résistance à la rupture σ_{td} ainsi obtenues illustrent bien cette importance du plus grand défaut.

σ_{td} (daN.mm ⁻²)	HT	Hl	H1	Hl
Ier essai 2ème "	1,40 2,30	0,23 0,35	0,20 0,24	0,12 0,25
3ème "	5,00	0,38		

Fig. 51.12 Essais répétés de traction directe - rôle du plus grand défaut

En effet, la résistance croit à chaque reprise d'un échantillon en traction; au premier essai, le plus grand défaut entraîne la rupture assez rapide de l'éprouvette, à l'easai suivant, la rupture intervient pour une contrainte supérieure fonction du défaut plus petit, et ainsi de suite.

La forme étant peu accessible, il reste à confronter la taille des défauts supposés a_c avec celle des défauts réels a_o. Les valeurs de a_c calculées sont nettement supérieures aux rayons des vides les plus importants quantifiés par la porosimétrie(système macropores) (fig. 51.13).

Les défauts critiques sont plus complexes que de simples "trous"; on peut les supposer constitués par l'assemblage de plusieurs vides ou par les discontinuités de la matrice à l'interface avec un fragment fossile ... etc...

Il semble que pour la craie, la comparaison de a_0 et de a_c ne veut rien dire compte tenu de la complexité du milieu poreux et de son hétérogénéité. Il convient donc de se borner à calculer la valeur de a_2 .

	HT	HI	H2	DC3	DC6	DC7	DC8
a _{c mm}	0,49	1,53	1,27	6,02	3,79	3,12	2,46
a _{o mm}	0,02	0,035	0,03	0,12	0,075	0,07	0,06

Fig. 51.13 - Comparaison des tailles de défauts calculées (à partir d'essais de traction) a et mesurées a

c) Rupture en flexion 3 points

Les valeurs de résistance obtenues en flexion sont très différentes (cf.51,1).

En fait, le calcul de la répartition des contraintes sur une poutre élancée chargée montre qu'en tête de fissure la contrainte n'est plus identique (compte-tenu de la taille de ce défaut) à la contrainte sur la fibre la plus chargée.

En première approximation, si a _c est nettement inférieur à la demi-hauteur de la poutre h/2, l'axe neutre de la poutre est pratiquement inchangé et les contraintes en tête de fissure sont sensiblement égales à :

$$\sigma = \sigma$$
 fibre la plus chargée $\times \frac{h/2 - a_c}{a_c}$ e.5.10

Les valeurs obtenues pour σ_t à partir de l'expression e.5.10 sont en assez bonne corrélation avec les valeurs de σ_{tB} (tableau 51.14), ceci d'autant mieux que la condition a $\sim h/2$ est respectée.

	a _{c mm}	σ _{tf}	σ calculé	σ _{tB}
DC1	1,11	0,86	0,59	0,39
DC2	1,73	1,14	0,58	0,48
DC8	2,46	1,10	0,33	0,45
DC9	2,22	1,38	0,50	0,47
нı	1,53	0,72	0,41	0,26
Н2	1,27	0,91	0,58	0,40
HT	0,49	2,95	2,54	2,30*
	1			*

Fig. 51.14 Caractéristiques de la rupture en traction des craies - comparaison avec les valeurs de flexion calculées à partir de l'expression e5.10.

Dans le cas où $a_c \ge h/2$, la répartition des contraintes est différente, l'axe neutre de la poutre est déplacé; le modèle n'est plus correct.

513. Influence de l'eau

Les caractéristiques physiques et mécaniques sont modifiées par la présence d'eau.

5131. Comparaison des essais secs et saturés

Les essais réalisés en flexion 3 points sont reportés sur un diagramme $\sigma=f(\eta)$ pour le modèle de surface portante (fig. 51.15). Pour les craies saturées, après étuvage pendant 48 h à 110°C, les éprouvettes sont imprégnées après un dégazage sous un vide primaire de 10⁻² torrs : les essais n'ont lieu qu'après stabilisation des structures soit 24 heures (Gf. 1000').

L'influence de l'eau est d'autant plus prépondérante que la porosité est forte. Les courbes $\boldsymbol{\sigma} = \boldsymbol{\sigma}_{0.e} e^{-b\boldsymbol{\eta}}$ divergent pour des porosités croissantes. Les essais saturés montrent une forte dispersion entre 20 et 30 % de porosité. Les valeurs dispersées correspondent aux craies à teneur en argile élevée (cf. 52.43).



Fig. 51.15 Influence de l'eau sur la résistance en traction - Courbes à sec et à saturation en fonction de la porosité

5132. Défaut critique - Comparaison k1c/ et sec et saturé.

Les valeurs comparées à sec et à saturation sont obtenues par flexion 3 points. Le support K_{1c}/σ t représentant le terme Y Va est sensiblement le même pour les essais secs ou saturés. Ceci indique que le modèle proposé en terme de K_{1c} est applicable, l'expression Y Va ne variant pas avec le liquide d'imprégnation.



Fig. 51.16 Effet de la porosité sur le rapport K_{lc} / σ_{tf} à sec et à saturation

Remarque :

Les valeurs de K_{lc} / σ_{tf} saturés sont plus dispersées. Il convient notamment d'éliminer les valeurs représentant les craies marneuses pour lesquelles le mécanisme de rupture en milieu humide fait largement intervenir les propriétés particulières de la paillette argileuse; il devient alors difficile d'y appliquer la notion de défaut critique.

514. Influence des alcools

5141. Résultats

Comme l'effet des liquides et d'autant plus marqué que la porosité est élevée, l'expérimentation a porté uniquement sur une craie (B77) à forte porosité (32%) dans différents alcools.

Les résultats sont consignés dans le tableau 51.17.

	sec	Methanol	Propanol	Octanol	Eau
σ _{tB} daN.mm ⁻²	0,19	0,14 ± 0,01	0,12 ± 0,03	0,15 <u>+</u> 0,04	0,09 <u>+</u> 0,02

Fig. 51.17 - Influence des liquides sur la résistance à la traction.d'une craie.

Les paramètres physiques retenus dans la figuration des variations de $\sigma_{\rm tB}$ sont la constante dielectrique (fig.51.18) et la tension superficielle (fig. 51.19) des liquides d'essais. On note une assez bonne corrélation avec ces deux paramètres.



La résistance à la traction diminue lorsque la constante diélectrique et la tension superficielle du liquide environnant augmentent. L'influence du milieu imprégnant et en particulier les deux paramètres cités ci-dessus ont déjà été soulignés (55, 110).

5142. Rôle des liquides

Ces paramètres influent dans le même sens sur σ_t et K_{lc} . VUTUKURI (110) pour une micrite attribue ces variations de σ_t à l'influence de la tension superficielle du liquide au niveau d'une fissure donnée.

Pour HENRY (55) " il s'agissait 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 cimétique de fissuration ".

Du fait même de la porosité importante des craies, le liquide d'imprégnation a un effet non seulement en tête de fissure, mais en avant de celle -ci, les liaisons s'effectuant par des ponts de surface restreinte. La tenacité du matériau diminue donc.

On peut avancer que le liquide d'imprégnation agit par sa tension superficielle (cf. 524). La constante diélectrique caractérise la capacité de polarisation des liquides. La liaison Ca-O est fortement polarisée; en fond de fissure et dans les pores, les molécules de liquide s'orientent ce qui conduit à diminuer le charge de la liaison Ca-O et donc à fragiliser la liaison par neutralisation partielle des charges.

52. RESISTANCE A LA COMPRESSION

Les essais de compression sont les plus courants en mécaniques des roches, car les contraintes auxquelles sont soumises les roches dans leur état naturel ou les contraintes induites par les ouvrages sont en général des compressions. En compression uniaxiale, la roche a un comportement fragile à la rupture.

521. Essais avec mesures de déformations longitudinales et transversales

On soumet un échantillon à un champ de contraintes uniaxial, dont la contrainte principale majeure est dans l'axe de l'échantillon et croît jusqu'à la rupture.



longitudinale et transversale

Un essai de compression simple sur roche permet généralement d'obtenir des courbes "contrainte axiale σ -déformation longitudinale E_1 ou transversale \mathfrak{E}_{t} " où l'on peut distinguer classiquement (80) quatre phases (fig. 52.1). Pour les craies (fig. 52.2) 3 zones s'individualisent, leur signification microscopique n'étant pas forcément celle des autres roches.

En effet, si certaines courbes $[\sigma - \mathfrak{q}]$ présentent, à l'origine, une partie curviligne, celle-ci ne se retrouve pas sur les courbes $[\sigma - \mathfrak{q}]$; il faut attribuer ce fait au dispositif de mesure : capteur à induction pour la déformation longitudinale, jauge d'extensométrie pour la déformation transversale. Le capteur enregistre la mise en place de l'échantillon au début d'essai. Il n'y a pas de fissures ouvertes à l'échelle de l'échantillon (carottes de 30 mm de diamètre) ce que confirme les essais de compressibilité. Selon les craies, la courbe effort-déformation transversale perd sa linéarité pour des contraintes comprises entre 0,4 et 1,5 daN.mm⁻². Des essais de perméabilité, de détection microacoustique tels ceux de PERAMI (89) ou encore des cyclages permettraient d'interpréter ce comportement soit comme un seuil de microfissuration ou alors comme un comportement plus complexe de type visco-élastique.

Les courbes contrainte-déformation longitudinale présentent une partie linéaire caractérisée par le module élastique E; la résistance ultime est atteinte pour une valeur de la contrainte comprise entre 1,3 et 5 daN.mm⁻² pour l'ensemble des craies, sauf pour le ^{Tun} d'Haubourdin (16 daN.mm⁻²).

La ruine de l'échantillon est brutale ; les fissures visibles à l'oeil n'apparaissent que très peu avant la rupture. Le découpage est rarement en colonnettes parallèles à la contrainte principale; on observe souvent des cônes de frottement (11).

Le comportement défini correspond à celui d'une roche fragile.

522. Relation entre module d'Young E et porosité n

Les courbes efforts-déformations longitudinales présentent toutes une partie linéaire permettant le calcul du module élastique E. Bien que chaque module d'Young soit établi à partir de dix essais, la dispersion des résultats est forte. Par ailleurs, les valeurs de E obtenues ici en compression ne sont pas nécessairement les mêmes que celles de traction (62).

5221. Rappel des formulations mathématiques

De toutes les formulations existantes, bien peu sont associées à des modèles physiques; ce sont essentiellement des relations empiriques.

* Loi de Spriggs (102)

Relation empirique inspirée de la formule de RYSHKEWITCH-DUCKWORTH (96, 30)

$$E = Eo. e^{-D\eta}$$

e5.10

Cette loi a été vérifiée sur une gamme d'alumine à faible porosité (66) puis étendue à un large domaine de volumes poreux (6, 14).





* De nombreuses relations linéaires du type E/Eo = $1 - b\eta$ ont été formulées (6, 92, 111). Elles dérivent toutes de certaines relations expérimentales, de MACKENZIE (74) et de HASHIN (47). Les relations de type MACKENZIE (modèle de pores sphériques) semblent plus généralisables que celles de type HASHIN définies pour de faibles porosités (<5%).

5222. Paramètres d'influence

La taille des grains n'est pas un facteur déterminant (108). En effet, quant la porosité tend vers 0, E polycristal se rapproche de E monocristal; E est virtuellement indépendant de la taille de grains.

La géométrie des pores semble un élément déterminant. Les dérives observées par rapport aux solutions citées indiquent que les variations de E sont dues aux effets conjugués de la forme des pores et des concentrations de contraintes (6). En effet, les concentrations de contraintes en bord de trou sont plus ou moins importantes avec la forme de ceux-ci; à de grandes contraintes sont liées de grandes déformations et donc de grandes variations de E.

L'inhomogénéité de la structure intervient peut-être mais est difficilement appréhendable; dans ce cas, la valeur moyenne de la porosité n'est pas significative (93). HASSELMAN (51), WAGNER et al. (111) distinguent : une porosité "sphérique" entre particules et une porosité "intraparticules" liée aux défauts. Les défauts semblent avoir une action majeure dans la décroissance de E avec η vis à vis de la porosité interparticules.

On peut regretter l'absence de corrélations entre les ^structures observées et les modèles définis. Aucun n'évalue l'effet de la forme des pores ni leurs interactions.

5223. <u>Résultats</u>

Les valeurs expérimentales obtenues pour une très large gamme de porosités (craies et micrites) répondent bien à une loi de type SPRIGGS avec E_{a} = 8800 daN.mm⁻²

≃ 9,4

Ъ

Cette valeur de b parait élevée par rapport à celles obtenues sur les céramiques (66) (\leq 4).

La figure 52.3 montre qu'autour de 26 %, il y a divergence par rapport à la relation. Nous préciseront cette anomalie dans le paragraphe 524.



Mis à part peut être la formulation de MACKENZIE (fig. 52.4), les autres ne semblent applicables que dans des domaines de porosités limités (fig. 52.5- 52.6).



523. Influence de la microstructure sur la résistance en compression

5231. <u>Relation</u> σ-η

Le modèle de surface portante est l'un des seuls à avoir été appliqué en compression.

La solution est du type de celle de RYSKEWITCH-DUCKWORTH

e 53 avec
$$\sigma_{2} = 53 \text{ daN.mm}^{-2}$$

b = 11,7

La même remarque est à faire à propos de la valeur élevée de b. Il est vraisemblable que les plaquettes argileuses, en joint de grains, interviennent dans le mécanisme conduisant à la rupture. HENRY (55) montre qu'une fissure se bloque momentanément sur les matériaux **ductiles** tels que l'argile, ce qui retarde d'autant la rupture.



Fig. 52.7 Relation entre la résistance à la compression et la porosité ouverte pour les calcaires à grains fins - Modèle de surface portante

<u>Remarque</u> : La figure 52.7 montre autour de 26 % de porosité une divergence par rapport à la relation e53, divergence déjà signalée à propos du module d'Young. Des formulations différentes (fig. 52.8) montrent la même anomalie: il semble que ce seuil de porosité corresponde, pour les craies, à un changement de structure peut-être imposé par la présence d'argile. En effet, l'oblitération des pores par le matériel argileux conduit à l'obtention de porosités toutes comprises entre 20 et 30 % pour les craies marneuses.



Autres formulations mathématiques de la relation $\sigma_c - \eta$

BUS

Comme en traction, le modèle de CARNIGLIA (e.55) s'applique le mieux pour un facteur de forme S = 3 (fig. 52.9).



Fig. 52.9 Relation $\sigma_c - \eta$ Modèle de CARNIGLIA (14) appliqué en compression

5232. Défaut critique et résistance à la compression

Bien que défini pour des états de contrainte de traction, nous avons essayé d'appliquer ce modèle en compression. En état de compression simple, un pore sphérique est soumis en deux points diamétraux à une contrainte locale de traction dans la direction de l'axe de compression (73) (fig.52.10).

L'initiation de la fissure en bord de trou est plus difficile qu'en traction; la contrainte doit être plus importante.

Fig. 52.10 Modèle de distribution de contraintes de traction autour d'un pore sollicité en compression, d'après (55)

La fissure initiale reste stable tant que σ reste inférieur à $\sigma_{_{\rm f}}$

La taille de défaut critique, calculée à partir des valeurs de K_{lc} pour la contrainte de rupture σ_c (tableau 52.11) ne se corrèlent absolument pas avec les défauts majeurs (pores les plus gros). Les valeurs sont souvent bien supérieures. Toutefois l'étude des relations entre K_{lc} / σ_c avec la porosité apporte quelques précisions (fig; 52.12).

	HT	HI	Н2	DC2	DC6	DC7	DC8
a c mm	0,07	0,054	0,049	0,12	0,05	0,10	0,120
a _o mm	0,02	0,035	0,03	0,12	0,075	0,07	0,06

Fig. 52.11 - Comparaison des tailles de défauts calculées (à partir d'essais de compression) a_c et mesurées a_o

Le rapport K_{lc} / σ_c diminue légèrement pour une faible augmentation de la porosité. La contrainte de rupture n'est pas uniquement liée à la propagation de fissure Le modèle proposé en terme de K_{lc} n'est pas correct en compression, le rapport K_{lc} / σ_c variant différemment en fonction de la porosité lors d'essais secs ou saturés.



Fig. 52.12

Effet de la porosité sur le rapport K_{lc} / σ_c à sec et à saturation

En effet, en compression, dès que la fissure tend à se propager, son champ de traction diminue très rapidement; la fissure tend à se stabiliser très vite. De plus les liaisons structurales étant fines, une fissure débouche très rapidement sur un pore. Ce qui conduit à une redistribution des contraintes. La propagation ne peut se poursuivre que par augmentation de la contrainte appliquée, interaction de fissures provenant de pores voisins ou naissance de fissures de cisaillement (56). La résistance à la rupture en compression est donc beaucoup plus liée à la géométrie de répartition des pores et donc à la porosité.

524. Influence des liquides

5241. Effet de l'eau et des alcools sur les caractéristiques mécaniques

La résistance à la rupture en compression varie dans le même sens que la résistance en traction pour des milieux de saturation variés (20).

La résistance chute plus rapidement dans l'eau qu'à sec en fonction de la porosité (fig. 52.7). L'équation $\sigma = \sigma \cdot e^{-b}$ prend les valeurs $\sigma = 53 \text{ daN} \cdot \text{mm}^{-2}$ $b \simeq 15,2$

Le module d'Young varie dans le même sens (fig. 52.3)

 $E_{o} = 8000 \text{ daN.mm}^{-2}$ b $\simeq 14,8$

Les caractéristiques mécaniques (σ_c E, ν) chutent en fonction de la tension de surface des liquides d'imprégnation.

La résistance à la rupture σ_c et le module d'Young E sont inversement proportionnels à la tension superficielle des liquides dans lesquels les craies sont immergées (12, 100).







Rôle de la tension superficielle de liquides sur le module d'Young d'une craie (B76)

Les variations du coefficient de Poisson ν sont plus difficiles à apprécier en fonction des difficultés technologiques de mesure (fig. 52.15). Le coefficient de Poisson semble varier dans le même sens que σ_c et E avec la tension superficielle des liquides; ceci est en contradiction avec BURSHTEIN (13) qui montre l'augmentation de la déformation transversale et donc de ν avec l'accroissement de l'humidité du matériau.



Fig. 52.15

Evolution du coefficient de Poisson avec la tension superficielle des liquides imprégnants (craie B76)

5242. Influence de la vitesse de chargement

Les essais ont porté sur une craie (B77b). La traverse appliquant la charge prend des vitesses de descente comprises entre 5 et 5000 μ .mn⁻¹.

Les caractéristiques mécaniques à la rupture varient avec la vitesse de déformation tant en traction (52) qu'en compression (59, 88). De telles variations s'effectuent toujours dans le même sens : plus la vitesse est élevée, plus les contraintes de rupture sont élevées.

Pour les essais à sec, l'interprétation de la dépendance entre contrainte de rupture et vitesse de déformation est à rechercher dans le développement d'une microfissuration : plus la vitesse de déformation est rapide, moins les défauts ont le temps de s'initier et de se propager; les caractéristiques mécaniques sont plus élevées.

Baignées dans différents liquides, les craies offrent des caractéristiques croissant avec la vitesse de chargement (fig. 52.16- 52.17), seul le coefficient de Poisson diminue (fig. 52.18). Quelle que soit la vitesse de chargement, pour chacune on retrouve des variations de caractéristiques inversement proportionnelles à la tension superficielle des liquides d'immersion.



Fig. 52.16

Effet de la vitesse de déformation sur la valeur de la résistance à la rupture en compression







Fig. 52.18 Evolution du coefficient de Poisson en fonction de la vitesse de déformation

L'évolution du module d'Young est peu sensible pour les vitesses de déformations inférieures à $70.10^{-6} \text{ s}^{-1}$; elle masque une nette élévation à $700.10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

Le coefficient de Poisson important à $0,7.10^{-6}$ s⁻¹ est divisé par deux à 7.10^{-6} s⁻¹, il évolue peu ensuite.

La contrainte à la rupture semble suivre une loi fonction du logarithme de la vitesse.

En fonction des liquides, l'augmentation des modules d'Young et de la résistance à la rupture est fonction de la viteese (9, 109). Lorsque la vitesse de déformation est élevée, il y a mise en charge des liquides d'imprégnation qui ne s'écoulent que lentement.

Ceci conduit à une rigidification des éprouvettes d'essais et donc à une augmentation du module d'Young.

Si tel est bien le phénomène, la viscosité des liquides est un facteur déterminant. La variation du module d'Young pour les vitesses extrémales semblent proportionnelle à la viscosité des liquides (fig. 52.19); des essais supplémentaires dans des alcools à viscosité différente permettraient de vérifier cette affirmation (par exemple Butanol 2,95 - Hexanol 8,53 poises).

	SEC	TETHANOL	EAU	OCTANOL
$\frac{E_{\max} - E_{\min}}{\left[E_{\max} - E_{\min}\right]_{sec}}$	1	1,02	1,01	1,18
Viscosité Po (Poises)	-	0,59	1,00	10,60

Fig. 52.19 - Influence de la viscosité des liquides sur la variation du module d'Young pour des vitesses de mise en charge différentes.

525. Influence de la teneur en argile

La teneur en argile affecte particulièrement les rapports $\frac{\sigma_{c}}{\sigma_{c}} \sec (\text{fig. 52.20})$ et $\frac{E \sec}{E \text{ saturé}}$ (fig. 52.21). Plus la teneur en a^{c}_{c} gile est forte, plus ces rapports sont forts, avec une sensibilité légèrement supérieure pour le rapport des modules d'Young. Une telle sensibilité a déjà été remarquée précédemment (fig. 51.15-52.2).

A sec, les valeurs obtenues pour des craies à porosité équivalente, sont sensiblement les mêmes quelle que soit la teneur en argile. Dans ce cas, les argiles ont peu de rôle et tout au plus un rôle équivalent à celui des pores en compression : une microfissure se trouve momentanément bloquée soit par augmentation de son rayon de courbure, dans un pore, soit par arrêt temporaire dû à la ductilité d'une plaquette d'argile.

En présence d'eau, les matériaux argileux jouent un rôle de lubrifiant entre les grains carbonatés, ce qui induit la baisse des caractéristiques mécaniques.




CONCLUSION

La microstructure des craies résulte de l'association de trois constituants : - une matrice crayeuse plus ou moins dense, constituée de particules de taille de l'ordre du micron, associées par des joints de grains. La surface et l'importance des joints, et donc leur énergie de liaison, induit une cohésion interne plus ou moins grande;

- des vides accessibles par porosimétrie au mercure. Outre la porosité ouverte globale, la porosité "piégée" est comptabilisée (elle rend compte de la quantité de pores à rayon moyen largement supérieur à leur rayon d'entrée). L'analyse des distributions de pores conduit à définir un facteur de forme, image de la morphologie des vides;
- des minéraux argileux présents sous forme soit de plaquettes de grande taille (100 μm), soit d'agrégats diffus en joints de grains.

La diminution de la porosité (de 40 à 8 %) ou la densification du matériau est bien évidemment associable à une augmentation des surfaces de joints de grains et/ou de la teneur en argiles.

L'ensemble des craies peut être considéré comme une matrice crayeuse calcitique ayant un certain nombre de défauts (pores, argiles, etc...) d'où l'intérêt d'associer les porosités et les teneurs en argile, selon les craies, aux propriétés mécaniques. A la lumière de la microstructure, les propriétés mécaniques des craies s'expriment de la manière suivante :

- l'application d'une contrainte isotrope montre que les craies ne sont pas fissurées à l'échelle de l'échantillon. Elles sont le plus souvent légèrement anisotropes dans la direction perpendiculaire à la stratification. Cet essai permet de déceler après un stade élastique, deux stades de déformation irréversible. Il y a alors rupture des liaisons intergranulaires;
- le dépouillement des essais de traction indirecte par flexion 3 points n'est pas adapté à de tels matériaux poreux;
- le modèle de surface portante liant résistance et porosité semble pouvoir s'appliquer, la formulation du type $\sigma = \sigma_{o} \cdot e^{-b\eta}$ paraissant la mieux adaptée. Cependant les valeurs de b sont supérieures à celles obtenues pour d'autres matériaux poreux. En compression, on remarque un écart à la relation $\sigma = \sigma_{o} \cdot e^{-b\eta}$ pour des porosités supérieures à 25-30 %;
- le modèle de concentration de contraintes peut s'appliquer pour des valeurs élevées du facteur de forme traduisant ainsi une morphologie de pores plus complexe que de simples vides sphériques;
- le module d'Young suit une loi du type $E = E_{0} e^{-b\eta}$ en fonction de la porosité.

L'application de la mécanique de la rupture en terme de K révèle que :

- les conditions de la rupture des craies dépendent de leur structure (matrice calcitique et défauts). La résistance à la traction dépend, elle, directement du défaut critique en taille et position.
- la résistance à la compression est essentiellement reliée à l'effet de groupe des défauts et donc à la porosité, puisque dans les craies la porosité est uniformément répartie. Le modèle microscopique en terme de K_{lc} n'est dans ce cas pas adapté.
- la taille des pores est inférieure à celle des défauts calculés. Les défauts critiques correspondent à l'association de nombreux défauts naturels (pores, argiles, etc...).

Le milieu environnant affecte particulièrement le comportement :

- le liquide d'imprégnation a une action d'autant plus déterminante que la porosité de la craie est élevée et que la teneur en argiles est importante;
- tension superficielle et constante diélectrique semblent gouverner la chute des caractéristiques mécaniques;
- la sensibilité à l'eau se manifeste par l'aptitude au gonflement. Il existe un gonflement instantané conduisant dans la plupart des cas à la stabilisation dans le temps; le gonflement peut conduire à la ruine totale de la roche par rupture, lorsque le matériau n'est plus fretté;
- les propriétés physico-chimiques interviennent largement dans le processus de gonflement. On peut distinguer leur effet sur la fragilisation des liaisons structurales, de celui sur la déformation des feuillets argileux, déformation génératrice de déplacements importants et de contraintes internes.

and the second secon

المعلى المحلي المعلم المعلم المحلي المحل المحلي المحلي

LISTE DES FIGURES

Fig.	1.1	Coupe lithologique - Carrière de Dannes-Camiers (Pas-de-Calais)
Fig.	1.2	Définition des craies étudiées
Fig.	1.3	Principaux constituants des craies, décelés par analyse diffracto- métrique aux rayons X, du résidu insoluble à HCl.
Fig.	1.4	Formules stoechiométriques moyennes employées dans les calculs selon l'importance de chacun des alumino-silicates argileux
Fig.	1.5	Principaux résultats issus des analyses minéralogiques
Fig.	2.1	Paramètres d'identification géotechnique
Fig.	2.2	Illustration de la loi de Jurin relative aux phénomènes de capillarité
Fig.	2.3	Principe du dispositif "macropore" : mesure de la porosité pour des pressions inférieures à la pression atmosphérique
Fig.	2.4	Principe du porosimètre à mercure
Fig.	2.5	Exemples de distributions erronées de pores, selon le rayon d'entrée, d'après (69)
Fig.	2.6	Dilatation thermique du mercure - Exemple numérique
Fig.	2.7	Effet de la temporisation sur la distribution de pores en compression
Fig.	2.8	Effet de la temporisation sur la distribution de pores en décompression
Fig.	2.9	Porosité ouverte et "volume piégé" des craies
Fig.	2.10	Courbes cumulatives de porosité $\eta = f(r)$
Fig.	2.11	Diagrammes de fréquence de volumes poreux injectés V = f(r), exprimés en mm3/g
Fig.	2.12	Facteurs de forme S, définis par porosimètrie
Fig.	2.13	Surfaces spécifiques des craies, exprimées en m2/g
Fig.	3.1	Effet de la saturation en eau sur le gonflement des craies, en fonction du temps - Définition des groupes A, B et C

Fig. 3.2 Exemple de dispersion des résultats de gonflement (craies H1-H1')

108			
	Fig.	3.3	Effet de la saturation en eau et en divers liquides (alcools - benzène) sur le gonflement des craies, en fonction du temps.
	Fig.	3.4	Influence du liquide d'immersion sur le gonflement à 1000 minutes, de craies - Tableau synthétique
	Fig.	3.5	Influence de la porosité des craies sur le gonflement dans l'eau (gonflement à 1000 minutes)
	Fig.	3.6	Effet de la surface spécifique des craies sur le gonflement dans l'eau (gonflement à 1000 minutes)
	Fig.	3.7	Rôle de la teneur en argile des craies sur le gonflement dans différents liquides d'imprégnation (gonflement à 1000 minutes)
	Fig.	3.8	Influence de la tension superficielle de différents liquides sur le gonflement à 1000 minutes de craies
	Fig.	3.9	Influence de la constante diélectrique à l'interface liquide-craie, sur le gonflement à 1000 minutes
	Fig.	3.10	Comparaison des résistances à la compression de craies ayant subi un gonflement (σ_{cg}) dans l'eau ou l'heptanol avec les résistances intrinsèques σ_c
	Fig.	3.11	Vérification de l'hypothèse du frettage expérimental dans le gonflement par saturation en eau.
	Fig.	4.1	Définition des directions principales de mesures de déformation, par rapport à la stratification dans un essai de compressibilité sur cube
	Fig.	4.2	Courbe théorique P-ɛ _i sous l'application d'une contrainte triaxiale isotrope
	Fig.	4.3	Craie DC4 : courbe contrainte hydrostatique - déformations linéaires et volumiques
	Fig.	4.4	Modules d'Young calculés à partir d'essais de compressibilité et de compression simple
	Fig.	4.5	Courbes contrainte hydrostatique - déformations linéaires pour les différentes craies testées.
	Fig.	51.1	Résultats d'essais de traction directe et indirecte (Brésilien, flexion 3 points) — Essais secs
	Fig.	51.2	Modèle de répartition des contraintes appliquées sur un disque plein, lors d'essais brésiliens
	Fig.	51.3	Essai de flexion 3 points

Fig. 51.4	Comparaison, pour les craies, des résistances à la traction directe- Brésilien, et à la compression
Fig. 51.5	Comparaison des résistances à la traction en essais directs et Brésiliens, avec les résistances en flexion 3points
Fig, 51.6	Relation entre la résistance à la traction des roches calcaires à grains fins et la porosité ouverte - Modèle de surface portante
Fig. 51.7	Relation $\sigma_t - \eta$, Modèle de concentration de contraintes
Fig. 51.8	Illustration d'autres formulations mathématiques de la relation σ - η
Fig. 51.9	Eprouvette de flexion 3 points pré-entaillée - mesure de K
Fig. 51.10	Valeurs du facteur d'intensité de contrainte critique K _{lc} (daN.mm ^{-3/2}) pour les différentes craies testées - essais réalisés à sec - (29)
Fig. 51.11	Influence de la taille de défaut critique a sur la résistance à la traction σ _{tB}
Fig. 51.12	Essais répétés de traction directe - rôle du plus grand défaut
Fig. 51.13	Comparaison des tailles de défauts calculées(à partir d'essais de traction) a et mesurées a c o
Fig. 51.14	Caractéristiques de la rupture en traction des craies - comparaison avec les valeurs de flexion calculées à partir de l'expression e5.10.
Fig. 51.15	Influence de l'eau sur la résistance en traction - Courbes à sec et à saturation en fonction de la porosité
Fig. 51.16	Effet de la porosité sur le rapport $K_{lc}^{\prime} \sigma_{tf}^{\prime}$ à sec et à saturation
Fig. 51.17	Influence des liquides sur la résistance à la traction d'une craie
Fig. 51.18	Rôle de la constante diélectrique sur la résistance à la traction d'une craie (B77) ímmergée dans l'eau ou les alcools
Fig. 51.19	Effet de la tension de surface de l'eau et des alcools sur la résistance à la traction d'une craie (B77)
Fig. 52.1	Courbes théoriques contrainte en compression simple-déformations longitudinale et transversale
Fig. 52.2	Courbes contraintes-déformations obtenues en compression sur différentes craies

110			
-----	--	--	--

Fig.	52.3	Variation du module d'Young E avec la porosité ฦ pour les roches calcaires à grains fins - Essais secs et saturés en eau
Fig.	52.4	Relation E - η : Modèle de MACKENZIE (74)
Fig.	52.5	Relation E - η : formulation de HASHIN-RICE (47, 93)
Fig.	52.6	Relation E - η : formulations de BAILEY et HILL, RADJY, WAGNER (6, 91, 111)
Fig.	52.7	Relation entre la résistance à la compression et la porosité ouverte pour les calcaires à grains fins - Modèle de surface portante
Fig.	52.8	Autres formulations mathématiques de la relation $\sigma_{_{ m C}}$ - η
Fig.	52.9	Relation $\sigma_c - \eta$ Modèle de CARNIGLIA (14) appliqué en compression
Fig.	52.10	Modèle de distribution de contraintes de traction autour d'un pore sollicité en compression, d'après (55)
Fig.	52.11	Comparaison des tailles de défauts calculées(à partir d'essais de compression) a et mesurées a c
Fig.	52.12	Effet de la porosité sur le rapport K $_{ m lc}$ / $\sigma_{ m c}$ à sec et à saturation
Fig.	52.13	Influence de la tension superficielle des liquides sur la résistance à la compression d'une craie (B76)
Fig.	52.14	Rôle de la tension superficielle de liquides sur le module d'Young d'une craie (B76)
Fig.	52.15	Evolution du coefficient de Poisson avec la tension superfi- cielle des liquides imprégnants (craie B76)
Fig.	52.16	Effet de la vitesse de déformation sur la valeur de la résistance à la rupture en compression
Fig.	52.17	Rôle de la vitesse de déformation sur la valeur du module d'Young
Fig.	52.18	Evolution du coefficient de Poisson en fonction de la vitesse de déformation (craie B77d)
Fig.	52.19	Influence de la viscosité des liquides sur la variation du module d'Young pour des vitesses de mise en charge différentes.
Fig.	52.20	Influence de la teneur en argile sur les rapports E sec/E saturé et σ_{c} sec/ σ_{c} saturé

SYMBOLES ET UNITES

Ϋ́	poids spécifique des grains	g/cm3
Υ _d	poids spécifique apparent sec	g/cm3
η _τ	porosité totale	%
η _f	porosité de fissure	%
η.	porosité ouverte	%
W	teneur en eau à saturation	%
Gf	déformation de gonflement	
εει	déformation longitudinale	
ε εt	déformation transversale	
∆v/v	déformation volumique	
έ	vitesse de déformation	s ⁻¹
σ_{td}	résistance à la traction directe	daN.mm ⁻²
σ _{tB}	" " en essais Brésilien	daN.mm ⁻²
$\sigma_{\tt tf}$	" de flexion	daN.mm ⁻²
σ	résistance à la compression	daN.mm ⁻²
σ	contrainte théorique pour η= 0	daN.mm ⁻²
σ_{f}	charge critique	daN.mm ⁻²
E	module d'Young	daN.mm ⁻²
Е _о	" " théorique pour η = Ο	$daN.mm^{-2}$
K	module volumétrique	$daN.mm^{-2}$
V Klo	coefficient de Poisson facteur d'intensité de contrainte en mode l	daN.mm ^{-3/2}

facteur de taille de grains F constante de forme а coefficient de géométrie d'arrangement des grains b a c taille de défaut critique mm taille réelle des défauts observés a_o mm T ou TS tension superficielle dynes/cm CDconstante diélectrique m²/g SC surface spécifique θ angle de mouillage Po viscosité poises

-:-:-:-:-:-:-:-

 $1 \text{ daN.mm}^{-2} = 100 \text{ bars} = 10^7 \text{ Pa}$ $1 \text{ A} = 10^{-4} \mu m = 10^{-10} \text{ m}$

PLANCHES PHOTOGRAPHIQUES

Planche l

RELATIONS INTERGRANULAIRES

MORPHOLOGIE DES GRAINS ET AMAS

1	Loges bien cristallisées de foraminifère. (DC1) x 2000
2	Coccolithe. Différents types de liaison notamment par pont (>) (DC6) x 10.000
3	Idem. (F1) x 10.000
4	Discolithes. Associations différentes de cristaux de calcite , de taille et forme variés. (F1) x 5000
5	Idem. (DC6) x 8000
6	Zone de transition entre 2 amas plus denses.(B77) x 8000
7	Liaisons par adhérence et coalescence (>). Une petite particule assure la liaison entre deux grains plus gros (>). (H1) x 10.000
8	Liaison par pont (
9.	Gros cristaux néoformes à l'intérieur de loges de foraminifère. (H2) x 1000

10

36

Cristaux de grande taille dans une matrice fine. (DC6) x 3000

114

PLANCHE 1























Planche 2

SITUATION ET MORPHOLOGIE DES ARGILES

11.	Lamelles argileuses disséminées entre les grains de calcite. (DC 12) x 1000.
12	Grandes "plaquettes" d'argile, superposées; (DC12) x 1000
	Juxtaposition des deux types de structures argileuses. (DC 12) x 3000
14	Argile abondante colmatant des pores. (B77) x 3000
15	Lamelles d'argile insérées entre les grains calcitiques. (H2) x 3000



PLANCHE 2













Planche 3

MORPHOLOGIE DES DISCONTINUITES

(pores, argile, etc...)

16	Fragment de globigérine. (DC 12) x 1200
17	Cristal de feldspath emballé d <mark>ans la matière crayeuse.</mark> (DC 10) x 1000
18	Plaquette argileuse. (DC 12) x 200
19	Foraminifère. (H1) x 600
20	Nannoconnus. (H1) x 3000
21	Discontinuité de moindre taille constituée par un test bien cristallisé. (HI) x 4500
22	Idem. (DC 6) x 5000
23	Trace d'un gros cristal dolomitique. (B77) x 2000
24	Pores tétraédriques aigus. (DC 12) x 3000
25	Pores oblitérés par de l'argile; (DC 12) x 3000
26	Pores de faibles dimensions. (F1) x 10.000
27	Porosité fermée; test fracturé par la préparation de l'échantillon. (DC 10) x 1600

PLANCHE 3



BUS

Planche 4

RELATION MICROSTRUCTURE RESISTANCE MECANIQUE

Structure des différentes craies classées approximativement par ordre décroissant de porosité et par ordre croissant de résistance mécanique à sec et de teneur en argile.

28	HI	Sénonien (Coniacien)	x 3000
29	F 1	Sénonien (Coniacien)	x 3000
30	DC6	Cénomanien supérieur	x 3000
31	DC7	Cénomanien moyen	х 3000
32	B77	Turonien supérieur	x 3000
33	H2	Turonien supérieur	x 3000
34	DC10	Cénomanien inférieur	x 3000
35	DC12	Cénomanien inférieur	x 3000

PLANCHE 4











10 µ

and the second second

BIBLIOGRAPHIE



BIBLIOGRAPHIE

 ALLIROT D. (1976) Contribution à l'étude de l'anisotropie des d tions et de la rupture d'une roche stratifiée. Thèse (Cycle, Grenoble 1. ANDREI S. (1977) Propriétés hydrauliques et mécaniques des sols saturés. Rev. Fr. Géotech., 2, p. 49-78. Anonyme (1913-1976) Coupes géologiques des forages de Dannes, d la Boulonnaise et de quelques forages environnants. Co personnelle. ATHY L.F. (1930) Density, Porosity and compaction of sedimenta Bull. Amer. Assoc.Petrol. Geol., 14, (1), p. 1-24. AUBRY M.P. (1976) Pétrographie des craies. Données de laboratoi Colloque Franc. Géol. Ing., Rouen 5-6 juin. BAILEY J.E. et HILL N.A. (1970) The effect of porosity and micr on the mechanical properties of ceramics. Proc. Brit. 	léforma- Docteur 3°
 (2) ANDREI S. (1977) Propriétés hydrauliques et mécaniques des sols saturés. Rev. Fr. Géotech., 2, p. 49-78. (3) Anonyme (1913-1976) Coupes géologiques des forages de Dannes, d la Boulonnaise et de quelques forages environnants. Co personnelle. (4) ATHY L.F. (1930) Density, Porosity and compaction of sedimenta Bull. Amer. Assoc. Petrol. Geol., 14, (1), p. 1-24. (5) AUBRY M.P. (1976) Pétrographie des craies. Données de laboratoi Colloque Franc. Géol. Ing., Rouen 5-6 juin. (6) BAILEY J.E. et HILL N.A. (1970) The effect of porosity and micr on the mechanical properties of ceramics. Proc. Brit. 	
 (3) Anonyme (1913-1976) Coupes géologiques des forages de Dannes, d la Boulonnaise et de quelques forages environnants. Co personnelle. (4) ATHY L.F. (1930) Density, Porosity and compaction of sedimenta Bull. Amer. Assoc.Petrol. Geol., 14, (1), p. 1-24. (5) AUBRY M.P. (1976) Pétrographie des craies. Données de laboratoi Colloque Franc. Géol. Ing., Rouen 5-6 juin. (6) BAILEY J.E. et HILL N.A. (1970) The effect of porosity and micr on the mechanical properties of ceramics. Proc. Brít. 	s non
 (4) ATHY L.F. (1930) Density, Porosity and compaction of sedimenta Bull. Amer. Assoc.Petrol. Geol., 14, (1), p. 1-24. (5) AUBRY M.P. (1976) Pétrographie des craies. Données de laboratoi Colloque Franc. Géol. Ing., Rouen 5-6 juin. (6) BAILEY J.E. et HILL N.A. (1970) The effect of porosity and micr on the mechanical properties of ceramics. Proc. Brit. 	lu Cygne, de ommunication
 (5) AUBRY M.P. (1976) Pétrographie des craies. Données de laboratoi Colloque Franc. Géol. Ing., Rouen 5-6 juin. (6) BAILEY J.E. et HILL N.A. (1970) The effect of porosity and micr on the mechanical properties of ceramics. Proc. Brit. 	iry rocks.
(6) BAILEY J.E. et HILL N.A. (1970) The effect of porosity and micr on the mechanical properties of ceramics. Proc. Brit.	re.
12, b. 12. 22.	costructure Ceram.Soc.,
(7) BAL'SHIN Y.(1949) Relation of mechanical properties of powder metheir porosity and the ultimate properties of porous-metherials. Doklady Akad. Sci. U.S.S.R., 67,(5), p. 831	etals and etal-ceramic -834.
(8) BARDON C. (1964) Importances des phénomènes ioniques sur les ar Rev. Inst. Franc. du Pétrole, 19, (9), p. 961-957.	giles.
(9) BIENAWSKI Z.T. (1966) Time-Dependent Behaviour of Fractured Rock South African Council Scientif. Ind. Research, MEG. 49	k. Report 3, p.123-137.
 BIGNOT G. et AUBRY M.P. (1973) Géologie de la craie dans le Bas Bull. Liaison Labo. Ponts et Chaussées, Spécial V, p. 	sin Parisien. 11-22.
(11) BORDIA S.K. (1971) The effects of size and stress concentration dilatancy and fracture of rock. Int. J. Rock Mech. Min 8, p. 6 29-640.	on the Sci.,
(12) BROCH E. (1974) The influence of water on some rock properties. Congr. Int. Soc. Rock Mech., Denver, p. 33-38.	Proc. 3rd.
(13) BURSHTEIN L. (1969) Effect of moisture on the strength and defor of sandstone. Sov. Min. Sci., 5, p. 573-576.	ormability
(14) CARNIGLIA S.C. (1972) Working model for porosity effects on the strength of ceramics. J. Amer. Ceram. Soc., 55, (12),p	uniaxial .610-618.

126	
(15)	CARNIGLIA S.C. (1973) Data fitting to new strength-grain size - porosity fonction for ceramics. J. Amer. Ceram. Soc., 56,(11), p. 547.
(16)	CASTER F.G. et MALLARD D.J. (1974) A study of the strenght, compressibility and density trends within the chalk of south east England. Eng. Geol., 7, p. 44-55.
(17)	CAYEUX L. (1897) Contribution à l'étude micrographique des terrains sédimentaires - Craie du Bassin Parisien. (Thèse, Lille, n°13), Ann. Soc. Géol. Nord, 26, p. 178-187.
(18)	CAYEUX L. (1935) Les roches sédimentaires de France. Roches carbonatées. Ed. Masson, Paris.
(19)	COBLE R.L. et KINGERY W.D. (1956) Effect of porosity on physical properties of sintered alumina. J. Amer. Ceram. Soc., 39, (11), p. 377-385.
(20)	COLBACK P.S.B. et WIID B.L. (1965) The influence of moisture content on the compressive strength of rock. Proc. Symp. Rock Mech., 3rd, Toronto, p. 65-83.
(21)	COLBEAUX J.P., DEBRABANT P., LEPLAT J. et ROBASZYNSKI F. (1975) Les craies de Sainghin-en-Mélantois (Nord) : faunes du passage turono- coniacien, tectonique cisaillante, physico-chimie. Ann. Soc. Géol. Nord, 95, (1), p. 17-35.
(22)	Collectif (1969) Géologie du Nord de la France. Ann. Soc. géol. Nord, 89, (1).
(23)	" (1973) La Craie. Bull. laison Labo. Ponts et Chaussées, Spécial V.
(24)	COPPOLA J.A. et BRADT R.C. (1973) Effect of porosity on fracture of $A1_2^0{}_3$. J. Amer. Ceram. Soc., 56 (7), p. 392-393.
(25)	DELOYE F.X. (1977) Utilisation du calcul automatique en analyse minéralogique quantitative.Bull. líaíson Labo. Ponts et Chaussées, 89, p. 33-38.
(26)	DESSENNE J.L. (1971) Etude rhéologique et géotechnique de la craie. Thèse Docteur Ingénieur, Grenoble I.
(27)	DESTOMBES J.P. et SHEPHARD-THORN E. (1973) Résultats géologiques des recher- ches pour l'implantation d'un tunnel soum la Manche, 1964-1965. Mém. Bur. Rech. Géol. Minières, 79, p. 101-115.
(28)	DOREMUS C. (1976) Techniques de porosimétrie et de compressibilité appliquées aux craies. D.E.A. Géol. Appl.,Lille I.

- (29) DOREMUS C., HENRY J.P. et PAQUET J.- Propriétés mécaniques des calcaires microcristallins en relation avec leur microstructure. A paraître.
- (30) DUCKWORTH W. (1953). Discussion of Ryshkewitch paper. J. Amer. Ceram. Soc., 36, (2), p. 68.
- (31) DUTHOIT B. et HAZEBROUCK R. (1976).- Propriétés mécaniques de craies. Relations avec leur microstructure. Rôle de l'environnement. Thèse Docteur 3° Cycle, Lille 1.
- (32) DUTHOIT B., HAZEBROUCK R. et PAQUET J. (1976).- Influence de l'eau sur les propriétés mécaniques de craies. Ann. Soc. géol. Nord, 96, (1), p. 13-20.
- (33) DUTHOIT B., HAZEBROUCK R. et PAQUET J. (1977). Comportement de craies sous contraintes isotropes (O à 800 bars). Ann. Soc. Géol. Nord, 97, (2), p. 143-151.
- (34) EUDIER M. (1962).- Mechanical properties of sintered low alloy steels.
 Powder Met., 9, p. 278-285.
- (35) EVANS A.G., GILLING D. et DAVIDGE R.W. (1970).- The temperature dependance of the strength of polycrystalline MgO. J. Mat. Sci., p. 187-198.
- (36) FINE J. et VOUILLE G. (1970). L'anisotropie des roches. Influence sur l'essai brésilien. Rev. Ind. Min., N° spécial, p. 5-12.
- (37) FRANCOIS D. (1973).- Tentative de théorie de la rupture des matériaux poreux. Communication personnelle.
- (38) FREIMAN S.W. (1974).- Effect of alchols on crack propagation in glass.
 J. Amer. Ceram. Soc., 57, p. 350-359.
- (39) FREVEL L.K. et KRESSLEY L.J. (1963).- Modifications in mercury porosity. Analytical Chemistry, 35, (10), p. 1492-1502.
- (40) GOGUEL J. (1975). La déformation des roches. Ann. Mines, Fév. Mars, p. 33-36.
- (41) GONI J., RAGOT J.P. et SIMA A. (1969). Caractéristiques géométriques de la microfissuration des roches. Colloque Géotechnique, Toulouse, p. 1.69-1.86.
- (42) GOSSELET J. (1904).- Les assises crétaciques et tertiaires dans les fosses et sondages du Nord de la France. Etude Gites min. France, 1.

GRIFFITH A.A. (1924) .- Theory of rupture. Proc. 1st. Congr. Appl. Mech., (43) Delft, p. 55-63. GUERIN B. (1966).- Contribution à l'étude hydrogéologique du bassin de la (44) Canche. Thèse Docteur 3° Cycle, Paris-Sorbonne. HANDBOOK OF CHEMISTRY AND PHYSICS (1966) .- The Chemical rubber Co. (45) Cleveland, 47 éd. HANDIN J. et HAGER R.V. (1958) .- Experimental deformation of sedimentary (46) rocks under confining pressure : test at high temperature. Bull. Amer. Assoc. Petrol. Geol., 42, (12), p. 2892-2934. HASHIN Z. (1962).- Elastic moduli of heterogeneous materials. J. Appl. (47) Mechanics, 29, (1), p. 452-453. HASSELMAN D.P.H. et FULRATH R.M. (1966) .- Proposed fracture theory of a (48) dispersion strengthened glass matrix. J. Amer. Ceram. Soc., 49, (2), p. 68-72. HASSELMAN D.P.H. et FULRATH R.M. (1967) .- Micromechanical stress concentra-(49)tions in two phase brittle matrix ceramic composites. J. Amer. Ceram. Soc., 50, (8), p. 399-404. HASSELMAN D.P.H. (1969) .- Griffith flaws and the effect of porosity on (50) the tensile strength of brittle ceramics. J. Amer. Ceram. Soc., 52, (8), p. 457. (51)HASSELMAN D.P.H. (1970) .- Voigt and reuss moduli of polycrystalline solids with microcracks. J. Amer. Ceram. Soc., 53, (3), p. 170. (52) HAWKES I. et MELLOR M. (1970) .- Uniaxial testing in rock mechanics laboratories. Eng. Geol., 4 (3), p. 177-285. (53) HAWKES I. et MELLOR M. (1971) .- Measurement of tensile strength by diametral compression of disc and annuli. Eug. Geol. 5, (3), p. 173-225. HENRY J.P. et PAQUET J. (1976) .- Mecanique de la rupture de roches calci-(54) tiques. Bull. Soc. géol. France, 18, (6), p. 1573-1582. (55)HENRY J.P. (1978).- Mécanique linéaire de la rupture appliquée à l'étude de la fissuration et de la fracture de roches calcaires. Thèse Docteur Sciences, Lille. (56)HENRY J.Y., HENRY J.P. et PAQUET J.- Rupture en compression à partir d'un trou. A paraître. HILL R.D. (1960). - A study of pore-size distribution of fired clay (57)bodies. Trans. Brit. Ceram. Soc., 59, (6), p. 189-212.

- (58) HIRAMATSU Y. et OKA Y. (1970). Oise test, ring test, rectangular plate test and irregular test for determining the tensile strength of rocks. Proc. 2nd. Congr. Int. Soc. Rock Mech., Beograd, 2, p. 199-206.
- (59) HOUPERT R. (1973).- Comportement mécanique des roches cristallines à structure quasi-isotrope. Thèse Docteur Sciences, Nancy.
- (60) HRMA P. et SATAVA (1974).- Model for strength of brittle porous materials.
 J. Amer. Ceram. Soc., 57, (1), p. 71-73.
- (61) INGLES O.G. et LEE J.K. (1971). The influence of initial shape and pore anisotropy on strength of brittle soils. Geotehcnique, 21, (2), p. 143-153.
- (62) JAEGER J.C. et COOK N.G.W. (1969).- Fundamentals of rock mechanics. ed. Methuen.
- (63) JAEGER J.C. et COOK N.G.W. (1971). Fundamental soft rock mechanics. Chapman et Hall Ldt.-Science Paper.
- (64) JUIGNET P. et POMEROL B. (1975). La clinoptilolite dans le Crétacé supérieur du Bassin de Paris.Bull. inf. Geol. Bassin de Paris, 12, p. 25-34.
- (65) KNUDSEN F.P. (1959).- Dependence of mechanical strength of brittle polycrystalline specimens of porosity and grain size. J. Amer. Ceram. Soc., 42, (8), p. 376-387.
- (66) KNUDSEN F.P. (1962).-Effect of porosity on Young's Modulus of alumina.
 J. Amer. Ceram. Soc., 45, (2), p. 94-95.
- (67) KROKOSKY E.M. et HUSAK A. (1968).- Strength characteristics of basalt rock in ultra-high vacuum. J. Geoph. Research, 73, (6), p. 2237-2247.
- (68) KRUYER S. (1958). The penetration of mercury and capillary condensation in packed spheres. Trans. Faraday Soc., 54, p. 1758-1767.
- (69) LANDY R.A. et BREZNY B. (1973).- Pore-size distribution in pitchimpregnated magnesite Brick. Ceramic Bulletin, 52, (7), p.555-559.
- (70) LE ROUX A. (1971).- Le microscope électronique à balayage, applications

 à l'étude des marnes. Colloque de Microscopie électronique, Caen.
 Bull. Liaison Labo. Ponts et Chaussées, 54, p. 6-13.

(71)	LE ROUX A. (1973) Texture et comportement des craies. Bull. Liaison Labo. Ponts et Chaussées, Spécial V., p. 59-63.
(72)	LE ROUX A. (1973) Caractéristiques mécaniques des roches argileuses en relation avec leur texture. Bull. Liaison Labo. Ponts et Chaussées, 61, p. 155-178.
(73)	LURE A.I. (1964) Three dimensional problems of the theory of elasticity. ed. Interscience, New York.
(74)	MACKENZIE J.K. (1950) Elastic constants of a solid containing spherical holes. Proc. Phys. Soc., 63 B (1), p. 2-11.
(75)	MAURY V. (1970) Mécanique des milieux stratifiés. éd. Dunod, Paris.
(76)	MILLOT G., CAMEZ T. et BONTE A. (1957) Sur la montmorillonite dans les craies. Bull. Serv. Carte géol. Als. Lorr., 10, (2), p. 25-26.
(77)	MONCIARDINI C. (1974) Application d'une échelle microbiostratigraphique à la cartographie géologique de la craie du Bassin de Paris. Bull. Bur. Rech. Géol. Minières, 2, (11), p. 28-38.
(78)	MORLIER P. (1970) Rôle des fluides en mécanique des roches. Proc. 2nd Cong. Int. Soc. Rock Mech., Beograd, 1.
(79)	MORLIER P. (1970) Comportement des roches sous contrainte en fonction de leur teneur en eau. La Houille Blanche, 5, p. 471-475.
(80)	MORLIER P. (1971) Description de l'état de fissuration d'une roche à partir d'essais non destructifs. Rock Mechanics, 3, p. 125-138.
(81)	MURAYAMA S. et YOGI N. (1966) Swelling of mudstone due to sucking of water. Proc. 1st.Congr. Int. Soc. Rock Mech., Lisbon, 1, p.495-498.
(82)	NOEL D. (1970) Coccolithes crétacées. La craie campanienne du Bassin de Paris. éd. CNRS, Paris.
(83)	OBERT L. et DUVALL W.I. (1967) Rock mechanics and the design of structure in rock. ed. John Wiley and Sons. Inc.
(84)	OROWAN E. (1949) Fracture and strength of solids (Metals). Repts. Prog. Phys., 12, p. 185-232.
(85)	PASSMORE E.M., SPRIGGS R.M. et VASILOS T. (1965) Strength-grain size- porosity relations in alumina. J. Amer. Ceram. Soc., 48, (1), p. 1-7.

- (86) PEI YUAN CHEN (1977).- Table of key lines in X-ray powder diffraction patterns of minerals in clays and associated rocks. Dep. Nat. Res. Geol. Survey occasional paper -21.
- (87) PELLEGRINO A. (1970).- Mechanical behaviour of soft rocks under high stresses. Proc. 2nd. Cong. Int. Soc. Rock Mech., Beograd, 3, (25).
- (88) PENG S.etPODNIEKS E.R. (1972).- Relaxation and the behavior of faited rock. Int. J. Rock Mech. Min. Sci., 9, p. 699-712.
- (89) PERAMI R. (1971).- Contribution à l'étude expérimentale de la microfissuration des roches sous actions mécaniques et thermiques. Thèse Docteur Science, Toulouse.
- (90) PETCH N.J. (1953).- Cleavage strength of polycrystals. J. Iron. Steel Inst., 174, (1), p. 25-28.
- (91) POWERS T.C. (1968).- The thermodynamics of volume change and creep. Matériaux et Construction, 1, (6), p. 487-508.
- RADJY F. (1974). Fracture of hardened cement paste in relation to surface forces and porosity. J. Amer. Ceram. Soc., 57, (2), p. 88-89.
- (93) RICE R.W. (1975).- Effect of inhomogeneous porosity on elastic properties of ceramics. J. Amer. Ceram. Soc., 58, (9-10), p. 458-459.
- (94) ROBERTS J.T.A. et UEDA Y. (1972).- Influence of porosity on deformation and fracture of UO₂. J. Amer. Ceram. Soc., 55, (3), p. 117-124.
- (95) ROSE A.J. (1970).- Tables et abaques. CNRS, Paris, 2ème éd.
- (96) RYSHKEVITCH E. (1953).- Compression strength of porous sintered alumina and zirconia. J. Amer. Ceram. Soc., 36, (2), p. 65-68.
- (97) SANGHA C.M. et DHIR R.K. (1972).- Influence of time on the strenght, deformation and fracture properties of a lower devonian sandstone. Int. J. Rock Mech. Min. Sci., 9, p. 343-354.
- (98) SANGHA C.M. et DHIR R.K. (1975).- Strength and deformation of rock subject to multiaxial compressive stresses. Int. J. Rock Mech. Min. Sci., 12, p. 277-282.
- (99) SANZ G. (1972).- Methodes pratiques d'étude de la résistance à la propagation brutale des fisssures. Dans Rupture des Métaux, Ed. Masson, Paris.

- (100) SIMPSON D.R. et FERGUS J.H. (1968).- The effect of water on the compressive strength of diabase. J. Geoph. Research, 73, (20), p. 6591-6594.
- (101) SOMERTON W.H., MASONHEIMER R. et SINGHAL A. (1970).- Study of pore and matrix anisotropies of porous rocks. Proc. 2nd. Congr. Int. Soc. Rock Mech., Beograd 1 (21), p. 143-151.
- (102) SPRIGGS R.M. (1961).- Expression for effect of porosity on elastic modulus of polycrystalline refractory materials, particularly aluminum oxide. J. Amer. Ceram. Soc., 44, (12), p. 628-629.
- (103) STRUILLOU R. (1969). Prévision de l'altérabilité des matériaux employés en Génie Civil. Colloque de Géotechnique, Toulouse. Bull. Liaison Labo. Ponts et Chaussées, 42, p. 35-46.
- (104) TALLON J.P. (1976).- Influence de la texture sur certaines propriétés géotechniques des craies franches. Colloque franc. Géol. Ing. Rouen, 5-6 juin.
- (105) THENOZ B., FARRAN J. et CAPDECOMME L. (1966).- Rôle des argiles dans le comportement des roches cristallines mises au contact de l'eau. Proc. 1st. Congr. Int. Soc. Rock Mech., Lisbon 1, p. 495-498.
- (106) TOURENQ C. (1969).- Etude de la rupture des roches par la méthode des répliques. Colloque de géotechnique, Toulouse. Bull. Liaison Labo. Ponts et Chaussées, 42, p. 47-56.
- (107) TOURENQ C. et ARCHIMBAUD C. (1974). Propriétés des calcaires. Bull. Liaison Labo. Ponts et Chaussées, 73, p. 171-178.
- (108) VASILOS T., MITCHELL J.B. et SPRIGGS R.M. (1964).- Mechanical properties of pure, dense Magnesium oxide as a fonction of temperature and grain size. J. Amer. Ceram. Soc., 47, (12), p. 606-610.
- (109) VUTUKURI V.S., LAMA R.D. et SALUJA S.S. (1974).- Handbook on mechanical properties of rocks. Trans. Tech. Publ. 1.
- (110) VUTUKURI V.S. (1974).- The effect of liquids on the tensile strength of limestone. Int. J. Rock Mech. Min. Sci., 11, p. 27-29.
- (111) WAGNER P., O'ROURKE J.A. et ARMSTRONG P.E. (1972). Porosity effects in polycrystalline graphite. J. Amer. Ceram. Soc., 55, (4), p. 214-219.
- (112) WALSH J.B. (1965). The effect of cracks on the compressibility of rock.J. Geoph. Research, 70, (2), p. 381-389.



132