

Université des Sciences et Technologies de Lille
Laboratoire de Mécanique de Lille (UMR CNRS 8107)
Ecole Centrale de Lille

(Numéro d'ordre : 3472)

THESE

pour l'obtention du titre de

DOCTEUR

de

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

Discipline : Génie Civil

présentée par

Maxime LION

**INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LE COMPORTEMENT
POROMECANIQUE OU HYDRAULIQUE D'UNE ROCHE CARBONATEE
ET D'UN MORTIER. ETUDES EXPERIMENTALES**

soutenue le 02 juillet 2004 devant le jury composé de

M. Olivier COUSSY	ENPC	Président
M. Luc DORMIEUX	ENPC	Rapporteur
M. Thierry REUSCHLE	IPG de Strasbourg	Rapporteur
M. Patrick LEBON	ANDRA	Examineur
M. Djimédo KONDO	USTL	Examineur
M. Frédéric SKOCZYLAS	Ecole Centrale de Lille	Directeur de thèse
Mme Béatrice LEDESERT	USTL	<u>Invitée</u>

Remerciements

Au moment d'exprimer sa reconnaissance envers les personnes qui ont, de près ou de loin, contribué à la réalisation de ce travail, je souhaite tout d'abord remercier Frédéric Skoczylas qui a dirigé cette thèse et qui a su me faire profiter de ses nombreux conseils.

Je souhaite ensuite exprimer ma reconnaissance à Messieurs Luc Dormieux et Thierry Reuschlé qui ont accepté d'être rapporteurs de ce mémoire et je tiens sincèrement à les remercier pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail.

Monsieur Olivier Coussy m'a fait l'honneur de présider le jury. Qu'il trouve ici l'expression de toute ma gratitude.

Messieurs Patrick Lebon et Djimédo Kondo ainsi que Madame Béatrice Ledésert ont participé à l'évaluation de ce travail. Je les en remercie sincèrement.

Je tiens à remercier en particulier Béatrice Ledésert et Djimédo Kondo qui ont suivi de très près le déroulement de ce travail de thèse et qui ont su me faire partager leur curiosité scientifique, leur disponibilité, leur gentillesse. Leur apport, tant sur le plan scientifique que sur le plan humain, m'a été précieux. Merci pour tout, tout simplement.

Je remercie chaleureusement le personnel et les collègues thésards du laboratoire de Génie Civil de l'Ecole Centrale de Lille. Je pense en particulier à Ismail Yurtdas, Linda Boucard, Thierry Dubois, Alain Leblanc et Nadine Dessey.

Enfin, j'ai une pensée pour toutes celles et ceux qui m'ont permis de mener à bien cette thèse, à savoir ma famille et mes amis. Un grand merci à mon frère, à mes parents, à ma grand-mère (et toute la famille...et mon chien aussi). Et une pensée spéciale pour mon grand-père...

Un autre grand merci à tous les amis : Céline et Omar Sharif ainsi que la p'tite Louise, Céline et Guigui l'informaticien ainsi que le p'tit Arthur, Emilie et Eric (encore appelé le Bjorn Borg des Flandres), Caro et Tonio, Mélanie et ch'Manu...et à tous les autres !

Sommaire

Introduction générale	1
Chapitre I : Influence de la température sur le comportement mécanique, poromécanique et hydraulique des roches	6
<i>Introduction</i>	7
I.1 Introduction à la mécanique des milieux poreux	8
I.1.1 Rappels de mécanique des milieux continus.....	8
I.1.2 Définition d'un milieu poreux saturé	9
I.1.3 Notions de porosité	10
I.1.4 Déformabilité d'un milieu poreux.....	11
I.1.5 Poroélasticité linéaire isotrope	13
I.1.6 Prise en compte des constituants du milieu poreux.....	15
I.1.7 Exemples de propriétés poroélastiques pour des roches carbonatées	16
I.1.8 Généralités sur la caractérisation expérimentale du comportement des roches	18
I.2 Notions de perméabilité	22
I.2.1 Loi de Darcy.....	22
I.2.1 Phénomènes de glissement – Effet Klinkenberg.....	24
I.2.1 Perméabilité des roches	26
I.2.1 Variation de la perméabilité des roches sous contraintes hydrostatiques	28
I.3 Influence de la température sur le comportement des roches	29
I.3.1 Aspects microstructuraux	29
I.3.1 Variation de la perméabilité en fonction de la température	34
I.3.1 Variation du comportement mécanique en fonction de la température	42
I.3.1 Variation du comportement poromécanique en fonction de la température	47
Conclusion	52

Chapitre II : Description des méthodes expérimentales – Conception d’un dispositif de mesure de perméabilité sous températures élevées	53
<i>Introduction</i>	54
II.1 Description du calcaire d’Anstrude	55
II.1.1 Composition minéralogique	55
II.1.2 Analyse microstructurale	56
II.1.3 Distribution porosimétrique	59
II.2 Préparation des échantillons	61
II.3 Méthodes de mesures de la porosité et de la perméabilité	62
II.3.1 Mesure de la porosité	62
II.3.2 Mesure de la perméabilité intrinsèque par injection d’éthanol en régime permanent	62
II.3.2 Mesure de la perméabilité apparente par Pulse-Test	65
II.4 Méthodes de mesures des propriétés élastiques	67
II.5 Méthodes de mesures des propriétés poroélastiques	70
II.5.1 Détermination des modules d’incompressibilité	71
II.5.2 Détermination du coefficient de Skempton	74
II.5.3 Détermination du coefficient de Biot	75
II.5.4 Détermination du module de Biot	76
II.6 Propriétés physiques des fluides utilisés	78
II.7 Séchage et traitement thermique des échantillons	78
II.8 Descriptif de la campagne expérimentale	80
II.9 Conception d’un dispositif de mesure de la perméabilité sous températures élevées	82
II.9.1 Exemples de dispositifs sous températures élevées existants	82
II.9.2 Mise au point du dispositif	86

II.9.3 Principes de mesure et dépouillement des essais.....	88
Conclusion	92
 Chapitre III : Présentation et analyse des résultats expérimentaux	94
 Introduction	95
 III.1 Caractérisation initiale du calcaire d'Anstrude	97
III.1.1 Porosité de la roche à l'état sain	97
III.1.2 Perméabilité de la roche à l'état sain.....	97
III.1.3 Propriétés élastiques de la roche à l'état sain	101
III.1.4 Propriétés poroélastiques de la roche à l'état sain.....	102
 III.2 Influence de la préfissuration thermique	105
III.2.1 Variation de la porosité en fonction de la préfissuration thermique	105
III.2.2 Variation de la perméabilité en fonction de la préfissuration thermique	106
III.2.3 Variation des propriétés élastiques en fonction de la préfissuration thermique	108
III.2.4 Variation des propriétés poroélastiques en fonction de la préfissuration thermique	112
III.2.5 Contribution de la modélisation micromécanique de l'endommagement à l'interprétation des résultats	125
 III.3 Evolution de la perméabilité du calcaire d'Anstrude sous températures élevées	133
 Conclusion	137
 Chapitre IV : Application aux matériaux à matrice cimentaire – Influence de la température sur la perméabilité d'un mortier	139
 Introduction	140

IV.1 <i>Evolution de la microstructure des matériaux à matrice cimentaire en fonction de la température</i>	142
IV.1.1 Brefs rappels sur la microstructure des matériaux à matrice cimentaire.....	142
IV.1.2 Effets de la température.....	144
IV.1.3 Variation de la porosité et de la perméabilité en fonction de la température.....	145
IV.2 <i>Descriptif de la campagne expérimentale</i>	149
IV.2.1 Choix du matériau	149
IV.2.2 Procédure expérimentale	150
IV.3 <i>Influence de la préfissuration thermique sur la porosité et la perméabilité du mortier</i>	151
IV.4 <i>Evolution de la perméabilité du mortier sous températures élevées</i>	155
Conclusion	159
Conclusion générale	162
Références bibliographiques	167
Annexe A : Vérification de l'isotropie mécanique du calcaire d'Anstrude	180
Annexe B : Détermination de la durée du palier des cycles thermiques pour le mortier	183

INTRODUCTION GENERALE

L'implication du facteur « température » dans le domaine de la mécanique des roches peut se trouver dans de nombreuses et diverses applications. On peut citer par exemple la géothermie, l'activité pétrolière, le stockage et l'entreposage de déchets radioactifs, le stockage souterrain de chaleur [Homand 1986 ; Berest et *al.* 1988 ; Somerton 1992]. Même si nos propres travaux ne sont pas destinés à une application spécifique, ce bref inventaire permet tout d'abord de souligner la diversité des domaines concernés par l'influence de la température sur le comportement des roches. Ensuite, cela démontre également pourquoi cette thématique de recherche a toujours porté un intérêt indépendamment de la nature des roches étudiées. En effet, les applications citées précédemment font intervenir tous types de roches : granites, grès, calcaires, argiles, roches salifères, roches basaltiques,...

Les stockages de déchets radioactifs à grande profondeur doivent par exemple s'intéresser à l'effet de la température sur des matériaux rocheux comme les argiles ou les granites (matériaux peu poreux et peu perméables) sans compter les matériaux « artificiels » (matériaux à matrice cimentaire) qui servent généralement de barrières imperméables. Une alternative possible au stockage souterrain à grande profondeur est l'entreposage. L'entreposage des déchets radioactifs désigne en fait un stockage souterrain à faible profondeur et de courte durée (200/300 ans). On voit donc que l'évolution des techniques de stockage prévoit un élargissement du type des massifs rocheux susceptibles d'être destinés à l'enfouissement des déchets. Des simulations réalisées par le Commissariat à l'Énergie Atomique, en cas de défaillance du système de ventilation au sein de l'entreposage, font état d'une augmentation de la température jusqu'à 200/250°C. Ces niveaux de température sont d'ailleurs identiques à ceux rencontrés dans le domaine de la géothermie à grande profondeur (200°C à 5000 m de profondeur). Ces deux exemples illustrent les raisons pour lesquelles nous avons choisi de mener nos travaux dans la gamme de température comprise entre la température ambiante et 200/250°C.

En ce qui concerne le matériau témoin utilisé pour nos travaux, nous l'avons choisi essentiellement en fonction d'un des objectifs de notre étude qui est de contribuer à l'étude expérimentale du comportement poromécanique des roches microfissurées (microfissuration thermique dans notre cas). En effet, les études expérimentales traitant de l'influence de la microfissuration sur le comportement poromécanique des roches sont rares et essentiellement focalisées sur des roches poreuses comme les grès. La microfissuration thermique des grès voit un intérêt dans le domaine pétrolier et on peut citer l'inventaire complet réalisé par

Somerton [Somerton 1992] portant sur les travaux menés à l'Université de Berkeley depuis de nombreuses années. Néanmoins, c'est dans le cadre de la théorie micromécanique des milieux fissurés que cette thématique de recherche connaît ses développements les plus importants ; on peut citer par exemple les travaux de Dormieux et *al.* [Dormieux et *al.* 2002] et de Pensée [Pensée 2002]. La prise en compte d'une microfissuration au sein d'un milieu poreux est complexe. En effet, le milieu poreux étant défini comme la superposition d'une phase matricielle (comprenant une portion de vides occlus) et d'une phase poreuse (porosité ouverte et accessible aux fluides saturants), on voit que le rôle des fissures va dépendre de nombreux facteurs : leur localisation (phase matricielle ou phase poreuse), leur ouverture ou leur fermeture, la présence de fluide ou non au sein des fissures...

Nos travaux ont pour objectif d'analyser d'un point de vue expérimental l'interaction entre la microfissuration et le comportement poromécanique d'une roche et ainsi de contribuer aux développements expérimentaux et théoriques mentionnés précédemment. Pour mener cette étude expérimentale, qui comprend la réalisation de nombreux essais, nous avons choisi comme matériau témoin une roche calcaire poreuse : le calcaire d'Anstrude. Cette roche offre certaines facilités quant à la conduite des essais hydrauliques et poromécaniques dans la mesure où elle nous permet d'effectuer de très nombreux essais et ainsi d'apporter le plus d'informations possibles.

Ainsi, l'objectif général de notre étude est d'évaluer l'influence de la température sur le comportement hydraulique et poromécanique d'une roche poreuse. Pour notre campagne expérimentale, l'aspect thermique peut se concevoir sous deux formes différentes, à savoir soit la réalisation d'essais sur une roche préfissurée thermiquement (c'est-à-dire sur une roche ayant subi un traitement thermique) soit la réalisation d'essais directement menés sous températures élevées. Notre but est de concilier les deux approches.

La première, c'est-à-dire l'étude du comportement de la roche avant et après traitement thermique, ne pose aucun problème technique dans la mesure où tous les essais se déroulent après le refroidissement des échantillons. Ainsi, l'ensemble des dispositifs expérimentaux présents au laboratoire a pu être utilisé afin de mener des essais de porosité, de perméabilité (au liquide et au gaz), de compression uniaxiale et de compression hydrostatique sur des échantillons sains (avant traitement) et préfissurés (après traitement). Nos résultats expérimentaux ont alors permis d'établir un lien avec la modélisation micromécanique de l'endommagement ; les travaux que nous avons menés en collaboration avec Djimédo Kondo du Laboratoire de Mécanique de Lille sont d'ailleurs destinés à coupler les approches

théoriques et expérimentales. De plus, une analyse pétrographique du calcaire d'Anstrude a été entreprise en collaboration avec Béatrice Ledéserf du Laboratoire Processus et Bilans des Domaines Sédimentaires de l'Université de Lille 1. Des observations de la microstructure de la roche ont alors pu être réalisées avant et après traitement thermique.

La seconde approche, consistant à effectuer des essais sous températures élevées, nécessite la mise au point d'un dispositif expérimental spécifique. En effet, le matériel présent au laboratoire est adapté uniquement pour la réalisation d'essais à température ambiante. La conception d'un dispositif expérimental sous hautes températures et plus précisément la mise au point d'un dispositif de mesure de la perméabilité au gaz sous températures élevées (jusqu'à 200°C) a été notre objectif fixé.

Enfin, il paraissait intéressant de mener des investigations sur un autre matériau que le calcaire d'Anstrude et qui est susceptible de se comporter différemment que ce dernier sous l'effet de la température. C'est pourquoi nous avons choisi d'étudier l'influence de la température sur le comportement hydraulique d'un matériau à matrice cimentaire (mortier normalisé). Les effets de la température sur ces types de matériaux sont complètement différents de ce qui est généralement rencontré pour les matériaux rocheux. Des essais hydrauliques après pré-fissuration thermique mais également sous températures élevées ont été conduits sur des échantillons de mortier. Ces travaux trouvent un intérêt spécifique dans la mesure où très peu d'études traitent de l'influence de la température sur la perméabilité des matériaux à matrice cimentaire. Ainsi, la conception de notre dispositif expérimental sous hautes températures nous offre la possibilité d'apporter des informations utiles quant à la compréhension des phénomènes qui ont lieu au sein des matériaux à matrice cimentaire sous températures élevées.

Le contexte général du travail exposé dans cette thèse ayant été présenté, la structuration du mémoire a été établie comme suit :

Dans le premier chapitre, nous dressons un inventaire du comportement hydraulique, mécanique et poromécanique des roches. L'aspect thermique est également abordé et nous présentons une synthèse bibliographique des études traitant de l'influence de la température sur la perméabilité, les propriétés élastiques et poroélastiques des matériaux rocheux.

Dans le second chapitre, nous exposons tout d'abord la caractérisation minéralogique et pétrographique du calcaire d'Anstrude. Ensuite, les méthodes expérimentales liées à la détermination des propriétés hydrauliques et mécaniques et poromécaniques à température ambiante sont abordées. La fin de ce chapitre est consacrée à la conception du dispositif de mesure de la perméabilité sous températures élevées.

Le troisième chapitre est consacré à la présentation et l'interprétation des résultats de la campagne expérimentale menée sur le calcaire d'Anstrude. La caractérisation initiale du matériau (à l'état sain) est tout d'abord abordée (détermination des propriétés hydrauliques, élastiques et poroélastiques de la roche avant traitement thermique). L'influence de la préfissuration thermique sur le comportement de la roche est ensuite traitée. A la fin de ce chapitre, les mesures de perméabilité au gaz sous températures élevées, réalisées sur le calcaire d'Anstrude, sont exposées et analysées.

Enfin, le quatrième et dernier chapitre traite de l'étude expérimentale que nous avons menée sur un mortier. L'influence de la température sur la perméabilité du mortier est étudiée selon les deux approches : après préfissuration thermique et sous températures élevées.

A la fin de ce mémoire, une synthèse générale de nos travaux est présentée, ainsi que les perspectives qui en découlent.

CHAPITRE I

Influence de la température sur le comportement mécanique, poromécanique et hydraulique des roches

Introduction

Ce chapitre présente les éléments théoriques de base de la mécanique des roches. Les matériaux rocheux sont des milieux qui contiennent des vides, ce sont des milieux poreux. La porosité des roches est très diversifiée ; par exemple, pour des roches carbonatées, les marbres ont des porosités très faibles ($\approx 2\%$) alors que les craies ont des porosités élevées ($\approx 40\%$).

Les premiers paragraphes de ce chapitre traitent de la théorie qui permet de prendre en compte la présence de vides connectés au sein des matériaux rocheux : la théorie de la mécanique des milieux poreux. Cette théorie est un développement de la théorie de la mécanique des milieux continus ; elle aboutit à la formulation de la loi de comportement poroélastique linéaire. Les notions de perméabilité sont abordées dans un second temps. Nous présentons les notions théoriques liées aux écoulements monophasiques dans les milieux poreux. Le comportement hydraulique propre aux matériaux rocheux est également traité afin de faire le lien entre la microstructure des roches et leur perméabilité.

L'influence de la température sur le comportement des roches est ensuite abordée. Nous présentons les phénomènes physiques qui peuvent engendrer la modification de la microstructure des matériaux rocheux. Dès lors, les propriétés mécaniques et hydrauliques sont susceptibles d'être également modifiées. Des exemples tirés de la littérature illustrent différentes tendances d'évolution de ces paramètres (perméabilité, propriétés élastiques et poroélastiques). Le facteur température est ici considéré de deux manières différentes : nous abordons à la fois l'évolution du comportement des roches sous température mais aussi lorsque des traitements thermiques sont appliqués.

I.1 Introduction à la mécanique des milieux poreux

I.1.1 Rappels de mécanique des milieux continus

La théorie de la mécanique des milieux continus s'appuie sur la considération d'un matériau au sein duquel il n'y a aucun vide, aucune inclusion. Le matériau est alors composé exclusivement de matière solide. Les hypothèses d'homogénéité et d'isotropie conduisent à la formulation de la loi de comportement élastique linéaire isotrope traduite par la loi de Hooke [Charlez 1991] :

$$\sigma_{ij} = \lambda \operatorname{tr} \bar{\varepsilon} \delta_{ij} + 2\mu \varepsilon_{ij} , \quad (\text{I.1})$$

où σ_{ij} est le tenseur des contraintes, ε_{ij} le tenseur des déformations, λ la constante de Lamé, μ le module de cisaillement et δ_{ij} le symbole de Kronecker.

La loi de Hooke peut également se formuler comme suit :

$$\sigma_{ij} = \left(K - \frac{2\mu}{3} \right) \operatorname{tr} \bar{\varepsilon} \delta_{ij} + 2\mu \varepsilon_{ij} , \quad (\text{I.2})$$

où K est le module d'incompressibilité.

Les différentes écritures de la loi de Hooke dépendent des relations entre les propriétés élastiques. Les relations les plus importantes sont les suivantes :

$$K = \frac{E}{3(1-2\nu)} , \quad (\text{I.3})$$

$$\nu = \frac{3K - E}{6K} , \quad (\text{I.4})$$

$$E = 2\mu (1 + \nu) , \quad (\text{I.5})$$

où E est le module d'Young et ν le coefficient de Poisson.

I.1.2 Définition d'un milieu poreux saturé

La théorie de la mécanique des milieux poreux, initialement établie par Biot [Biot 1941 ; Biot 1955 ; Biot 1956 ; Biot 1957], consiste à considérer non plus un milieu continu mais un milieu composé de deux phases continues qui sont la phase solide (matrice) et la phase poreuse saturée par un fluide. La Figure I.1 schématise le principe de superposition nécessaire à la définition d'un milieu poreux saturé assimilé à un milieu continu équivalent.

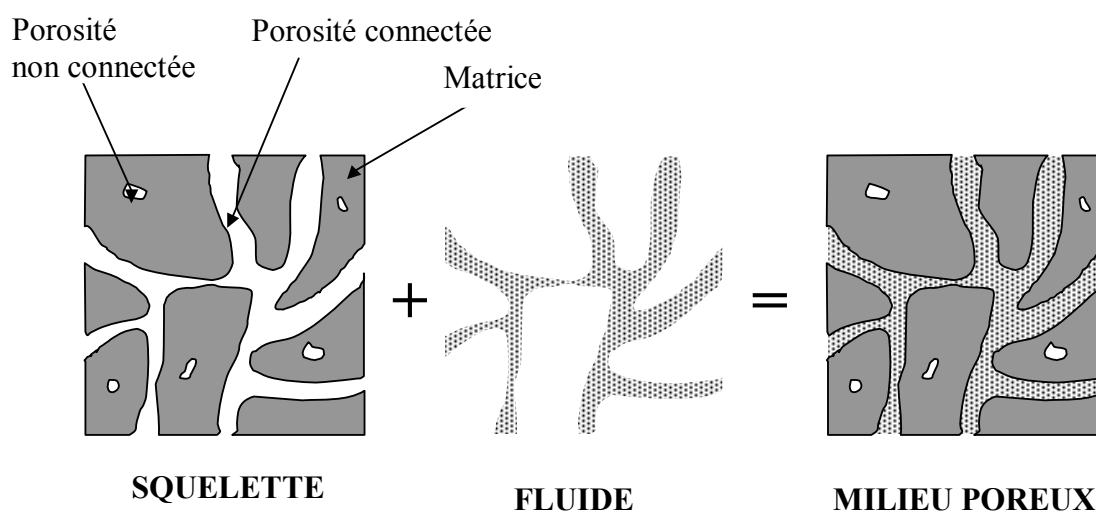


Figure I.1. Description d'un milieu poreux saturé.

La théorie de Biot permet donc de décomposer les comportements de chaque phase pour étudier le comportement global du matériau. Le matériau dans son ensemble est défini par le squelette qui ne va pas réagir de la même façon selon que le fluide saturant est sous pression ou non. En effet, un milieu poreux saturé peut se définir comme un milieu continu ouvert, c'est-à-dire qu'il peut y avoir échange de matière avec l'extérieur [Coussy 1991]. C'est justement cette condition « nouvelle », par opposition à la théorie classique des milieux continus définissant le milieu comme un système fermé, qui fait que le comportement du milieu poreux dépend des échanges ou des non échanges avec l'extérieur. Par exemple on peut considérer deux comportements différents d'un milieu poreux lors d'une sollicitation extérieure : un premier où la pression du fluide saturant reste constante (système ouvert) et un deuxième où le fluide saturant n'a pas la possibilité de dissiper les surpressions interstitielles

engendrées (système fermé). Ces exemples distinguent deux cas extrêmes qui permettent de déterminer l'interaction entre la phase fluide et le squelette :

- le cas drainé : le milieu est un système ouvert qui permet l'échange de matière avec l'extérieur et donc la dissipation des surpressions interstitielles.
- le cas non drainé : le milieu est un système fermé qui ne permet pas l'échange de matière avec l'extérieur. Il en résulte la création de surpressions interstitielles qui influencent le comportement du squelette.

I.1.3 Notions de porosité

La définition d'un milieu poreux saturé nécessite d'apporter quelques précisions quant à la définition de la porosité. Dans l'absolu, la porosité représente la fraction totale des vides contenus dans un matériau sans tenir compte de la localisation et de la connectivité de ces vides. Cependant cette distinction est importante puisque, comme le montre la Figure I.1, la notion de porosité, d'un point de vue poromécanique, correspond à la fraction des vides qui est accessible au fluide saturant. Ainsi, la porosité non connectée ou occluse s'insère dans la phase matricielle et non dans la phase poreuse saturée. On utilisera donc le terme générique de porosité pour appeler ce qui est en vérité la porosité connectée :

$$\phi = \frac{\text{Volume des vides connectés}}{\text{Volume total}} , \quad (\text{I.7})$$

où ϕ est la porosité.

La matrice solide d'un milieu poreux ne correspond donc pas uniquement à la matière solide qui compose le matériau. La porosité occluse (fissures intramatricielles, inclusions,...) entre dans sa constitution et va alors influencer son comportement mécanique.

Ne pas prendre en compte la porosité occluse dans la définition de la porosité est en accord avec les méthodes de mesure couramment utilisées. En effet, le principe des mesures de la porosité est de saturer ou d'injecter un fluide dans l'espace poreux du matériau. On peut distinguer la mesure purement quantitative qui donne la valeur globale de la porosité et la mesure descriptive qui fournit des indications sur la morphologie de l'espace poreux en plus

de sa quantification. La méthode classiquement employée est la porosimétrie au mercure. Celle-ci permet de mettre en évidence la distribution géométrique des pores au sein d'un matériau. Un exemple de courbe porosimétrique est présenté sur la Figure I.2, les pores sont supposés cylindriques et leur géométrie est donc définie par un rayon d'accès. Ceci est donc une vision « idéalisée » de la porosité.

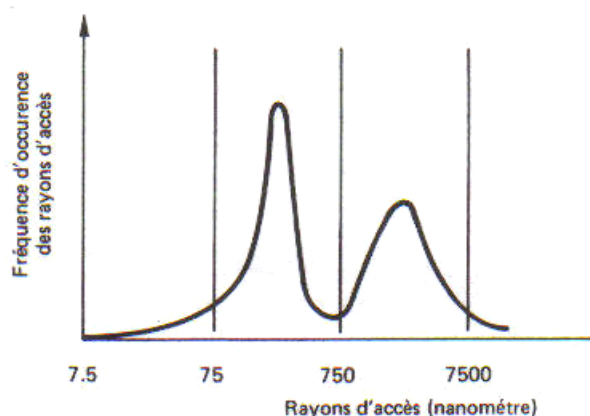


Figure I.2. Exemple de courbe porosimétrique [Bourbié et *al.* 1986].

Les courbes porosimétriques apportent des précisions sur les familles de pores qui composent une structure poreuse (par exemple sur la Figure I.2, deux familles de pores sont mises en évidence). Notons que le détail des principes de mesures de la porosité se trouve dans le deuxième chapitre qui est consacré au travail expérimental que nous avons mené.

I.1.4 Déformabilité d'un milieu poreux

En 1923, Terzaghi a introduit la notion de contrainte effective dans le cas des sols (milieux sans cohésion). Il a montré que la pression interstitielle jouait un rôle important dans la déformabilité d'un milieu poreux (squelette) en aboutissant à la relation suivante :

$$\sigma_{ij}^{eff} = \sigma_{ij} + p\delta_{ij}, \quad (I.8)$$

où σ_{ij}^{eff} est le tenseur des contraintes effectives et p la pression interstitielle.

Cette relation permet d'exprimer la déformabilité d'un milieu poreux mais sous certaines conditions uniquement. En effet, les hypothèses qui sont faites consistent à dire que le squelette du milieu poreux se déforme mais que les grains solides (la matrice) ne se déforment pas. En 1941, Biot [Biot 1941] a développé la théorie des milieux poreux en considérant que la matrice solide subissait également des déformations. Ces considérations sont adaptées aux milieux cohérents comme les roches. L'interaction entre la déformabilité des différents constituants d'un milieu poreux a causé un réajustement de la formulation des contraintes effectives :

$$\sigma_{ij}^{eff} = \sigma_{ij} + bp\delta_{ij}, \quad (I.9)$$

où b est le coefficient de Biot.

Le coefficient de Biot ($0 \leq b \leq 1$) est donc un coefficient minorant les effets de la pression interstitielle. Il indique dans quelles proportions la pression interstitielle soulage le squelette des contraintes totales suite à la déformation de la matrice solide. On peut dire que la loi de Terzaghi est un cas particulier de la relation (I.9) lorsque $b = 1$. La Figure I.3 schématise les théories de Terzaghi et de Biot en rappelant leurs hypothèses.

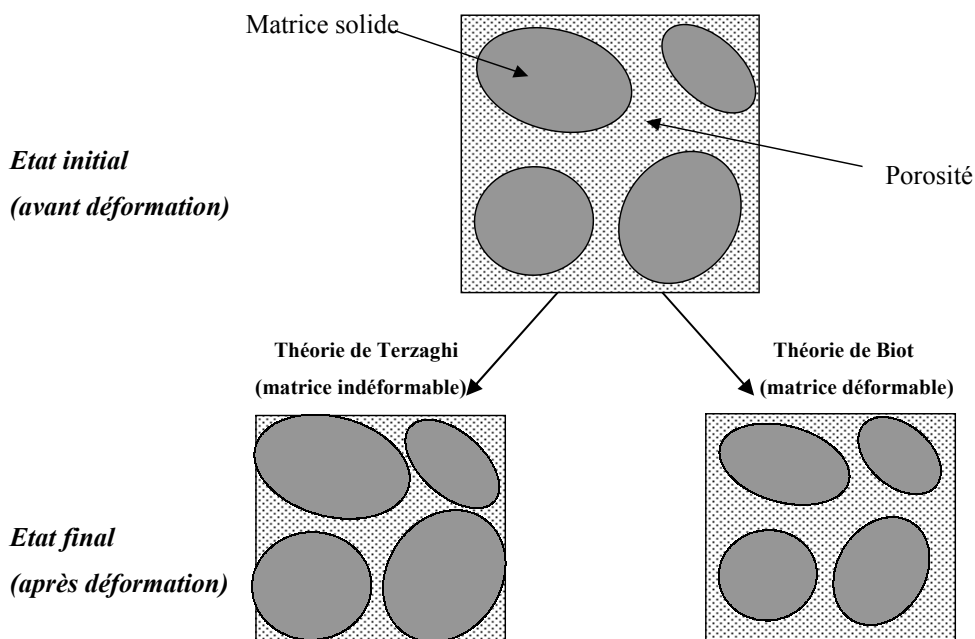


Figure I.3. Schématisation des principes de Terzaghi et de Biot.

I.1.5 Poroélasticité linéaire isotrope

La théorie de la poroélasticité linéaire isotrope s'appuie sur les hypothèses suivantes [Coussy 1991 ; Charlez 1991] :

- le matériau est isotrope et homogène,
- les relations contraintes/déformations sont linéaires et réversibles,
- les déformations sont petites,
- la transformation est supposée isotherme.

Biot [Biot 1941] a établi les lois de comportement d'un milieu poreux en développant la loi de Hooke de manière à intégrer l'effet de la pression interstitielle. Plus tard, Coussy [Coussy 1991] a développé les principes de la thermodynamique des milieux continus ouverts pour aboutir à la formulation générale du comportement poroélastique :

$$\left\{ \begin{array}{l} \varepsilon_{ij} = \left(\frac{1 + \nu_U}{E_U} \right) \sigma_{ij} - \frac{\nu_U}{E_U} \text{tr} \bar{\sigma} \delta_{ij} + \frac{bM}{3K_U} \left(\frac{m}{\rho_0^f} \right) \delta_{ij} \text{ (non drainé)} \\ \varepsilon_{ij} = \left(\frac{1 + \nu_B}{E_B} \right) \sigma_{ij} - \frac{\nu_B}{E_B} \text{tr} \bar{\sigma} \delta_{ij} + \frac{b}{3K_B} p \delta_{ij} \text{ (drainé)} \end{array} \right. , \quad (I.10)$$

$$\frac{m}{\rho_0^f} = \frac{1}{M} \left(1 + \frac{b^2 M}{K_B} \right) p + \frac{b}{3K_B} \text{tr} \bar{\sigma}$$

où E_U et E_B sont respectivement les modules d'Young non drainé et drainé, ν_U et ν_B les coefficients de Poisson non drainé et drainé, M le module de Biot, m l'apport de masse fluide par unité de volume initial et ρ_0^f la masse volumique du fluide à l'état initial.

L'inversion du système d'équations (I.10) fournit l'expression des contraintes totales et de la pression interstitielle. La formulation de la loi du comportement poroélastique devient alors :

$$\begin{cases} \sigma_{ij} = \left(K_U - \frac{2\mu}{3} \right) tr\bar{\varepsilon} \delta_{ij} + 2\mu\varepsilon_{ij} - bM \left(\frac{m}{\rho_0^f} \right) \delta_{ij} \text{ (non drainé)} \\ \sigma_{ij} = \left(K_B - \frac{2\mu}{3} \right) tr\bar{\varepsilon} \delta_{ij} + 2\mu\varepsilon_{ij} - bp \delta_{ij} \text{ (drainé)} \\ p = M \left(-b tr\bar{\varepsilon} + \frac{m}{\rho_0^f} \right) \end{cases}, \quad (I.11)$$

où K_U et K_B sont respectivement les modules d'incompressibilité non drainé et drainé et μ le module de cisaillement (μ est un paramètre unique car le fluide ne reprend pas les efforts de cisaillement).

Le Tableau I.1 recense les fonctions de couplage fluide/squelette ainsi que leur interprétation physique.

<i>Couplage</i>	<i>Interprétation physique</i>
$\left(K_U - \frac{2\mu}{3} \right) tr\bar{\varepsilon} \delta_{ij} + 2\mu\varepsilon_{ij}$	Variation des contraintes totales engendrée par les déformations du squelette dans des conditions non drainées et isothermes
$\left(K_B - \frac{2\mu}{3} \right) tr\bar{\varepsilon} \delta_{ij} + 2\mu\varepsilon_{ij}$	Variation des contraintes totales engendrée par les déformations du squelette dans des conditions drainées et isothermes
$-bM \left(\frac{m}{\rho_0^f} \right) \delta_{ij}$	Variation des contraintes totales engendrée par l'apport de masse fluide dans des conditions isothermes et sans déformation
$-bp \delta_{ij}$	Variation des contraintes totales engendrée par la variation de pression interstitielle dans des conditions isothermes et sans déformation
$-Mbtr\bar{\varepsilon}$	Variation de la pression interstitielle engendrée par les déformations du squelette dans des conditions non drainées et isothermes
$M \frac{m}{\rho_0^f}$	Variation de la pression interstitielle engendrée par l'apport de masse fluide dans des conditions isothermes et sans déformation

Tableau I.1. Interprétation physique du couplage poromécanique.

I.1.6 Prise en compte des constituants du milieu poreux

Les caractéristiques des constituants du milieu poreux sont introduites suivant l'hypothèse d'une matrice élastique linéaire isotrope. Le comportement du fluide est, par nature, isotrope. Dès lors, les différents modules d'incompressibilité qui interviennent dans la théorie des milieux poreux sont les suivants :

- les modules d'incompressibilité du squelette K_U et K_B qui sont respectivement les modules non drainé et drainé,
- le module d'incompressibilité de la matrice solide K_S ,
- le module d'incompressibilité du fluide saturant K_{fl} .

Les relations principales entre les caractéristiques de la matrice, du fluide et les paramètres drainé et non drainé sont [Coussy 1991 ; Charlez 1991] :

$$b = 1 - \frac{K_B}{K_S} \text{ (relation de Biot),} \quad (\text{I.12})$$

$$\frac{1}{M} = \frac{b - \phi}{K_S} + \frac{\phi}{K_{fl}}, \quad (\text{I.13})$$

$$K_U = \frac{\phi \left(\frac{1}{K_S} - \frac{1}{K_{fl}} \right) + \frac{1}{K_S} - \frac{1}{K_B}}{\phi \left(\frac{1}{K_S} - \frac{1}{K_{fl}} \right) \frac{1}{K_B} + \left(\frac{1}{K_S} - \frac{1}{K_B} \right) \frac{1}{K_S}}. \quad (\text{I.14})$$

Le coefficient de Skempton détermine les surpressions interstitielles engendrées par les contraintes totales dans le cas non drainé. Ses formulations théoriques en fonction des autres caractéristiques poroélastiques sont :

$$B = \frac{\frac{1}{K_B} - \frac{1}{K_S}}{\phi \left(\frac{1}{K_{fl}} - \frac{1}{K_S} \right) + \left(\frac{1}{K_B} - \frac{1}{K_S} \right)}, \quad (\text{I.15})$$

$$B = \frac{Mb}{K_U}. \quad (I.16)$$

La relation de Biot montre bien l'interaction entre la déformation du squelette et celle de la matrice solide. Cette relation permet également de faire le lien avec la théorie de Terzaghi qui est un cas particulier lorsque $b = 1$, c'est-à-dire lorsque le module d'incompressibilité de la matrice solide tend vers l'infini (*i.e.* matrice incompressible).

Nous reviendrons plus en détail sur les relations entre les propriétés poroélastiques dans le chapitre II traitant de leur détermination expérimentale ; ceci dans l'optique d'une étude comparative entre les valeurs mesurées et les valeurs théoriques.

I.1.7 Exemples de propriétés poroélastiques pour des roches carbonatées

L'analyse poromécanique dépend de l'interaction entre le comportement global du matériau (le squelette) et celui d'une phase qui le constitue. La relation de Biot en est l'exemple le plus marquant. Ainsi, le coefficient de Biot, paramètre primordial de la théorie des milieux poreux, est une évaluation du rôle de la matrice solide relativement à celui du squelette. Le Tableau I.2 propose une brève synthèse d'exemples de propriétés poroélastiques pour diverses roches carbonatées. Le cas des roches carbonatées est un bon exemple pour expliquer la définition du coefficient de Biot. En effet, le module d'incompressibilité de la matrice solide de ces roches est souvent très élevé (la calcite a un module d'incompressibilité proche de 75 GPa) ; sa valeur dépendra alors de la fraction de vides occlus (moins il y aura de porosité occluse plus sa valeur tendra vers le module d'incompressibilité de la calcite). La relation entre le comportement du squelette et de la matrice va alors dépendre de la porosité connectée. Ceci est très clair lorsque l'on compare les propriétés poroélastiques des marbres, des calcaires et des craies qui sont des roches composées du même minéral mais qui ont une porosité croissante dans une gamme étendue de 2 à 40 % (Tableau I.2). D'un point de vue poromécanique, on peut considérer que le comportement de la matrice solide est pratiquement identique pour ces roches. Par contre, leur comportement à l'échelle du squelette est complètement différent et ce du fait que chaque type de roche a une structure poreuse qui lui est propre.

Roche	ϕ (%)	K_B (GPa)	K_S (GPa)	K_U (GPa)	b	B
Marbre de Tennessee [GRECO 1990]	2	40	50	44,2	0,20	0,47
Marbre de Morawica [Fabre et al. 1997]	3,4	58	75	-	0,23	-
Calcaire de Villeperdue [Reuschlé 1990 ; Fabre et al. 1997]	6,4	36	61	-	0,41	-
Calcaire de Tonnerre [Gourri 1991 ; Fabre et al. 1997]	13	18,6	41,4	21,9	0,53	0,20
Calcaire de Salem [Hart et al. 1995]	13	21,2	72,6	31,2	0,70	0,46
Calcaire de Chauvigny [Gourri 1991 ; Fabre et al. 1997]	17,4	15,7	52,6	17,9	0,69	0,20
Calcaire de Lavoux [Gourri 1991 ; Fabre et al. 1997 ; Heugas 1991]	21,9	13,1	58,9	19,7	0,77	0,30
Craie de Lixhe [Gourri 1991 ; Fabre et al. 1997]	42,8	3,9	42,5	5,7	0,87	0,35
Craie de Lézennes [Skoczylas et al. 1998]	40	2,5	65	-	0,96	-

Tableau I.2. Exemples de propriétés poroélastiques pour des roches carbonatées.

La valeur du coefficient de Biot augmente avec la porosité (il tend vers 1 pour les craies). De même, lorsque la porosité est très faible (cas des marbres) le coefficient de Biot tend vers 0. Ceci est logique puisque si la porosité est très faible, cela signifie que le squelette du matériau est pratiquement composé de la matrice solide. Cette configuration se rapproche alors de celle d'un matériau tel que défini par la mécanique des milieux continus et pour lequel il n'y a pas d'interaction fluide/squelette. Ces quelques exemples illustrent de manière générale que la porosité est un facteur influant sur le coefficient de Biot. Certains auteurs ont même réajusté l'intervalle de définition du coefficient de Biot, et plus précisément sa limite

basse, en fonction de la porosité : $\frac{3\phi}{2 + \phi} \leq b \leq 1$ [Zimmerman 2000].

I.1.8 Généralités sur la caractérisation expérimentale du comportement des roches

Plusieurs types d'essais mécaniques et poromécaniques sont généralement employés en laboratoire afin de caractériser le comportement des roches. On peut distinguer les essais déviatoriques (compressions uniaxiale et triaxiale) et les essais hydrostatiques. Dans tous les cas, les déformations des roches testées sont mesurées à la fois longitudinalement et radialement (ou transversalement). Pour les milieux isotropes, la déformation volumique est déterminée par :

$$\varepsilon_V = \varepsilon_1 + 2\varepsilon_3, \quad (\text{I.17})$$

où ε_V est la déformation volumique, ε_1 la déformation longitudinale et ε_3 la déformation transversale.

Essais déviatoriques

Les essais déviatoriques les plus courants sont les essais de compression uniaxiale et les essais triaxiaux de révolution. Ces deux types d'essais consistent à solliciter le matériau rocheux suivant une direction principale (σ_1) tout en maintenant un chargement constant suivant les deux autres directions principales (σ_3). Le cas des essais de compression uniaxiale se distingue alors des essais triaxiaux de révolution par le simple fait que $\sigma_3 = 0$ (Figure I.4). L'allure des courbes contraintes/déformations ainsi que l'interprétation qui en découle sont similaires pour ces deux types d'essais. La Figure I.5 illustre le comportement en compression uniaxiale d'une roche. On remarque alors que son comportement peut se décomposer en plusieurs phases [Bourbié et *al.* 1986] :

- une phase de serrage de $\sigma_1 = 0$ à $\sigma_1 = \sigma_1^S$. Elle correspond à la fermeture progressive des fissures préexistantes jusqu'au seuil de fermeture des fissures σ_1^S ,
- une phase linéaire de $\sigma_1 = \sigma_1^S$ à $\sigma_1 = \sigma_1^F$. Elle désigne la phase élastique linéaire durant laquelle aucune fissuration n'est engendrée par la contrainte déviatorique.

Cette phase s'achève lorsque le seuil de fissuration σ_1^F est atteint (lorsque la déformation volumique tend à s'éloigner de la linéarité),

- une phase de propagation stable de la fissuration de $\sigma_1 = \sigma_1^F$ à $\sigma_1 = \sigma_1^L$. Durant cette phase, la fissuration se développe de manière progressive. Néanmoins, même si la fissuration s'accroît, la roche subit toujours une diminution de volume jusqu'au seuil de dilatance σ_1^L ,
- une phase de propagation instable de la fissuration de $\sigma_1 = \sigma_1^L$ à $\sigma_1 = \sigma_1^M$. A partir du seuil de dilatance, la création de fissures tend à inverser l'évolution de la déformation volumique (augmentation de la déformation volumique). Ce comportement se poursuit et s'intensifie jusqu'au seuil de rupture σ_1^M .

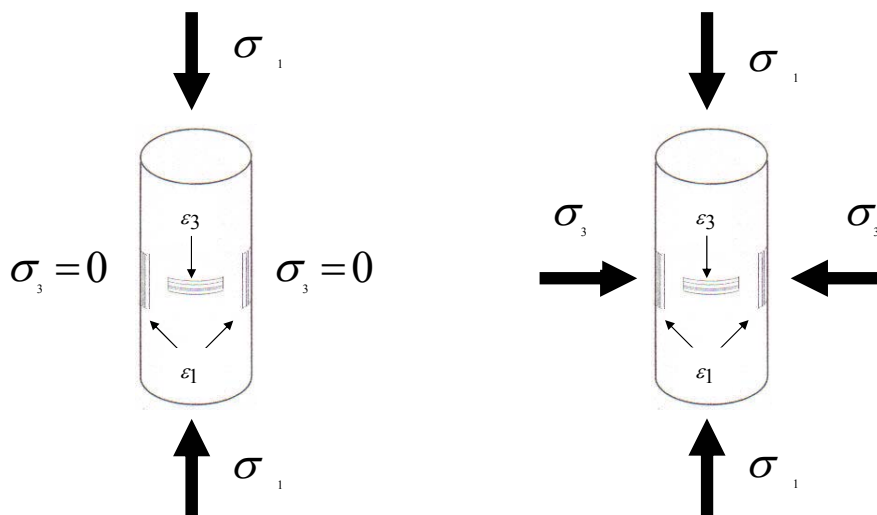


Figure I.4. Configuration des essais de compression uniaxiale et triaxiale de révolution.

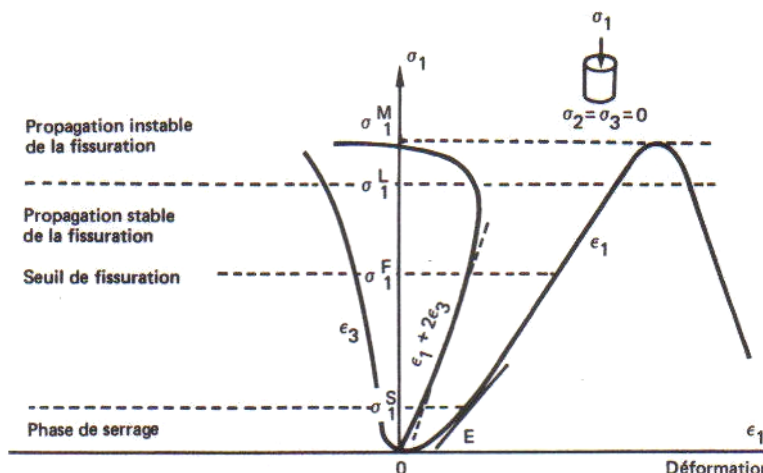


Figure I.5. Essai de compression uniaxiale sur une roche [Bourbié et al. 1986].

Notons que l'interprétation des courbes contraintes/déformations est la même dans le cas des essais triaxiaux de révolution (le déviateur sera alors défini par $\sigma_3 - \sigma_1$ et non plus par σ_1 comme dans le cas des essais de compression uniaxiale).

Essais hydrostatiques

Les essais hydrostatiques, également appelés essais de compressibilité, consistent à appliquer la même sollicitation suivant les trois directions principales ; on a donc $\sigma_1 = \sigma_3 = \sigma_h$, σ_h est appelé la contrainte hydrostatique (Figure I.6) ; elle est également couramment appelée pression de confinement (P_C). Dans ce cas, et pour un matériau isotrope, les déformations longitudinales et transversales sont égales. C'est pour cette raison que l'interprétation des courbes contraintes/déformations ne fait intervenir que la déformation volumique.

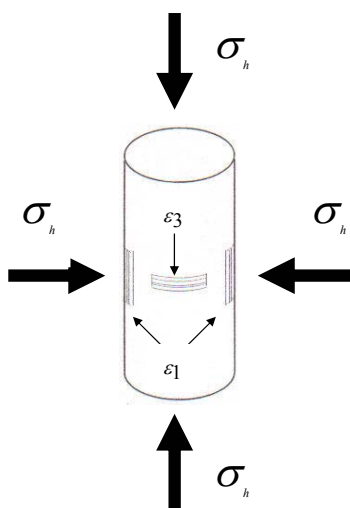


Figure I.6. Configuration des essais hydrostatiques.

La Figure I.7 schématise le comportement d'une roche sous sollicitations hydrostatiques (seule la déformation volumique est prise en compte). Les différentes phases qui composent la courbe contraintes/déformations sont les suivantes [CFMR 2000] :

- une phase de serrage de $\sigma_h = 0$ à $\sigma_h = \sigma_h^S$. Elle correspond, à l'instar des essais déviatoriques, à la fermeture progressive des fissures jusqu'au seuil σ_h^S à partir duquel la déformation volumique devient linéaire. La porosité de fissures ϕ_f peut alors être déduite,

- une phase élastique linéaire de $\sigma_h = \sigma_h^S$ à $\sigma_h = \sigma_h^E$. La structure de la roche ne subit pas de modifications irréversibles jusqu'au seuil d'effondrement des pores σ_h^E ,
- une phase d'effondrement des pores de $\sigma_h = \sigma_h^E$ à $\sigma_h = \sigma_h^R$. Elle désigne la rupture des joints de grains qui provoque un effondrement et un réarrangement de la structure poreuse de la roche (diminution importante de la porosité) jusqu'au seuil de raidissement σ_h^R ,
- une phase de raidissement à partir de $\sigma_h = \sigma_h^R$. Le réarrangement de la structure poreuse de la roche tend à se stabiliser ce qui engendre un phénomène de raidissement.

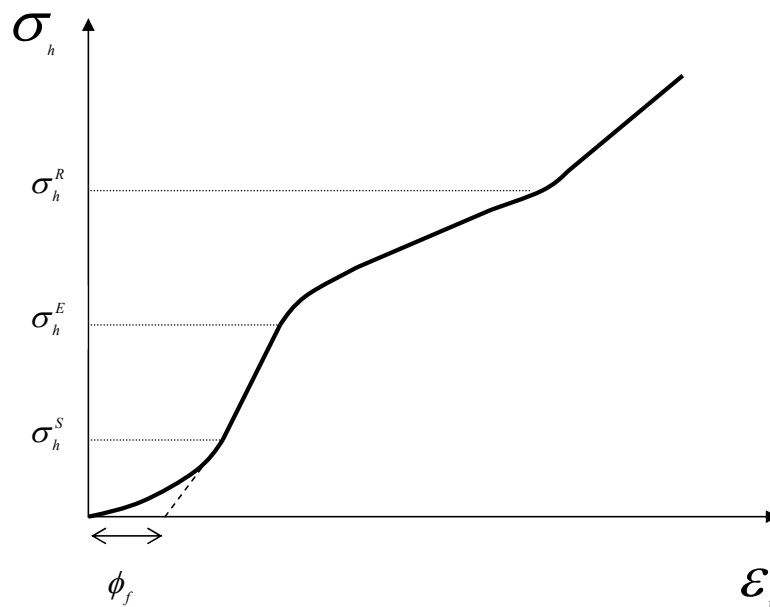


Figure I.7. Schématisation de la déformation volumique d'une roche sous sollicitations hydrostatiques.

Les contraintes qui doivent être appliquées afin d'observer ces différentes phases varient selon la microstructure initiale des roches. En effet, plus la porosité initiale est importante et plus les seuils d'effondrement des pores et de raidissement sont bas (cas des craies par exemple) [CFMR 2000].

I.2 Notions de perméabilité

La perméabilité caractérise l'aptitude d'un milieu poreux à se laisser traverser par un fluide sous l'effet d'un gradient de pression. Dans ce qui suit, nous traiterons uniquement le cas des écoulements monophasiques, c'est-à-dire que les milieux poreux considérés sont saturés par une seule phase fluide. La perméabilité est indépendante des propriétés du fluide saturant contrairement à la conductivité hydraulique. En effet, la conductivité hydraulique traduit une vitesse de percolation qui dépend de la nature du fluide. La perméabilité, qui a l'unité d'une surface, est quant à elle une propriété intrinsèque des matériaux. La perméabilité peut être ainsi analysée en fonction de la microstructure des milieux poreux et ce sont essentiellement les caractéristiques morphologiques de l'espace poreux (tortuosité, connectivité, surface spécifique, taille des pores,...) qui sont les facteurs influant sur sa valeur [Dana 1999 ; Dullien 1992].

I.2.1 Loi de Darcy

En 1856, Darcy a établi une relation entre la vitesse de percolation d'un fluide dans un milieu poreux et le gradient de pression du fluide. Cette relation s'appuie sur les hypothèses suivantes [Dullien 1992] :

- les forces d'écoulement sont dues à la viscosité (les forces d'inertie sont négligées),
- le milieu poreux est totalement saturé par une seule phase fluide,
- les écoulements du fluide sont supposés laminaires,
- le fluide n'a pas d'interaction physico-chimique avec le matériau.

L'objectif de ce paragraphe n'est pas de donner les développements théoriques nécessaires à l'établissement de la loi de Darcy. Nous présenterons uniquement de manière générale une formulation simplifiée qui est d'ailleurs justifiée par les conditions expérimentales liées à la mesure de la perméabilité.

Ainsi, la première hypothèse concerne l'isotropie du milieu poreux et donc de la perméabilité. La perméabilité est alors définie par un scalaire indépendamment de la direction de l'écoulement. Ensuite, nous considérons uniquement le cas d'un écoulement

unidirectionnel tout en négligeant l'effet des pertes de charge associées aux différences d'altitude. Suivant ces considérations, la loi de Darcy s'écrit [Dullien 1992] :

$$\vec{V} = -\frac{k}{\eta} \overrightarrow{\text{grad} p}, \quad (\text{I.18})$$

où \vec{V} est la vitesse de filtration, η la viscosité dynamique du fluide, k la perméabilité intrinsèque et p la pression du fluide de percolation.

La relation (I.18) représente donc l'écriture de la loi de Darcy sous la forme la plus simple qui soit. De plus, les conditions qui ont été prises pour aboutir à cette relation ne sont pas restrictives puisqu'elles sont satisfaites lors des études en laboratoire (vérification de l'isotropie du matériau, application d'un écoulement unidirectionnel, effet de la pesanteur négligeable du fait de la petite taille des échantillons).

La loi de Darcy ne prend en compte que la viscosité dynamique et le gradient de pression du fluide de percolation. Ceci permet de rappeler que c'est la viscosité du fluide qui gouverne l'écoulement, lequel peut d'ailleurs être appelé écoulement visqueux. La Figure I.8 donne un exemple du profil des vitesses d'un fluide visqueux dans un tube capillaire.

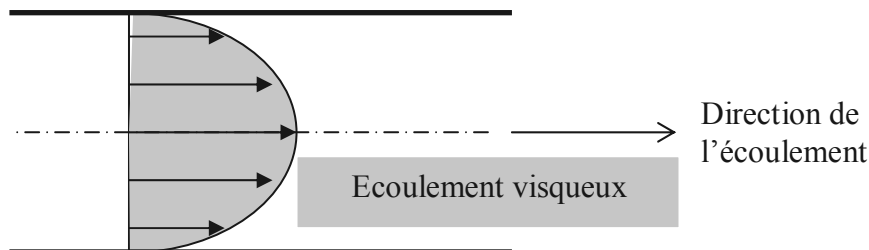


Figure I.8. Profil des vitesses d'un fluide visqueux dans un tube capillaire.

On remarque que, pour un écoulement visqueux, les vitesses sont nulles aux parois du tube capillaire. La Figure I.8 schématise de manière générale le profil des vitesses au sein d'un espace poreux. La nullité de la vitesse aux parois des pores est une condition nécessaire pour l'application de la loi de Darcy. Cette condition est satisfaite lorsque le fluide de percolation est un fluide visqueux qui adhère aux parois des pores ; c'est le cas des liquides. Par contre, si le fluide de percolation est un gaz, il faudra alors prendre en compte des phénomènes de glissement aux parois des pores.

I.2.2 Phénomènes de glissement – Effet Klinkenberg

Lorsque le fluide de percolation est un gaz, on ne peut plus considérer que l'écoulement est régi uniquement par la viscosité. En effet, le glissement des molécules de gaz aux parois des pores provoque une modification du profil des vitesses (Figure I.9). La vitesse aux parois des pores n'est plus nulle et il en résulte que l'écoulement du gaz comprend à la fois un écoulement de glissement et un écoulement visqueux. Ces phénomènes de glissement étant dus aux chocs entre les parois des pores et les molécules de gaz, ils sont d'autant plus accentués que le libre parcours moyen des molécules est grand. On voit donc qu'il y a un rapport entre la taille (ou le diamètre) des pores et l'intensité des phénomènes de glissement. En effet, plus les pores sont de petites tailles et plus les molécules de gaz ont tendance à subir des chocs aux parois des pores. Ces perturbations font donc intervenir la microstructure des matériaux et le libre parcours moyen des molécules de gaz. Ce dernier paramètre, qui peut être maîtrisé et ajusté, fournit le moyen d'atténuer les phénomènes de glissement. Il dépend de la pression de gaz : quand la pression augmente, le libre parcours moyen des molécules diminue. Afin d'atténuer les phénomènes de glissement, il faut donc que la pression du gaz en percolation soit élevée. Dans l'absolu, on peut même dire que si la pression du gaz tendait vers l'infini alors l'écoulement par glissement serait totalement éliminé et il ne subsisterait que l'écoulement visqueux.

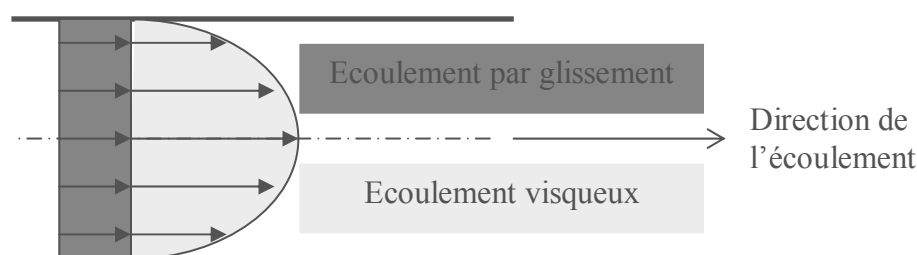


Figure I.9. Profil des vitesses d'un gaz dans un tube capillaire.

Le fait que l'écoulement des gaz combine l'écoulement par glissement et l'écoulement visqueux implique une modification de la terminologie employée pour nommer la perméabilité au gaz. On appellera perméabilité apparente la perméabilité d'un matériau pour lequel le fluide de percolation est un gaz. Ce terme est utilisé afin de la différencier de la notion de perméabilité intrinsèque qui est indépendante de la nature du fluide percolant. En

1941, Klinkenberg a développé une théorie qui consiste à formuler une relation linéaire entre la perméabilité apparente et la perméabilité intrinsèque [Klinkenberg 1941] :

$$k_a = k \left(1 + \frac{\beta}{p_m} \right), \quad (\text{I.19})$$

où k_a est la perméabilité apparente, β le coefficient de Klinkenberg et p_m la pression moyenne du gaz.

Cette relation fait intervenir la pression moyenne du gaz et le coefficient de Klinkenberg. Ce dernier est une caractéristique intrinsèque qui traduit l'influence de la morphologie de l'espace poreux sur l'intensité des phénomènes de glissement. La théorie de Klinkenberg considère que la perméabilité apparente évolue de manière linéaire en fonction de l'inverse de la pression moyenne de gaz (Figure I.10).

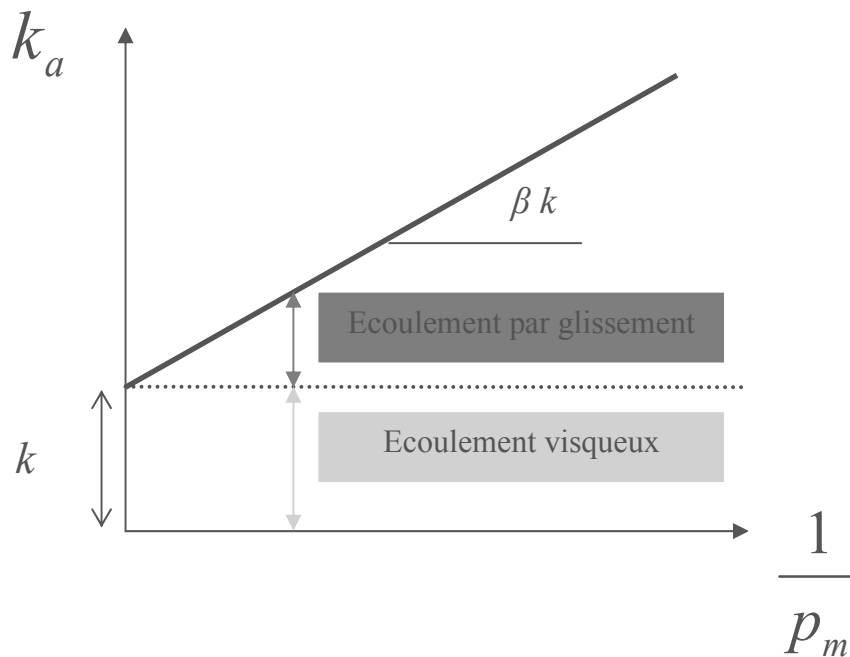


Figure I.10. Schématisation du principe de Klinkenberg.

La perméabilité intrinsèque peut alors être déterminée. Elle correspond à la valeur de la perméabilité apparente lorsque l'inverse de la pression moyenne de gaz tend vers 0, c'est-à-

dire lorsque la pression tend vers l'infini. Le coefficient de Klinkenberg peut alors être calculé à partir de la pente de la droite représentée sur la Figure I.10. Le coefficient de Klinkenberg, dépendant de la morphologie de l'espace poreux, peut être formulé de la manière suivante [Klinkenberg 1941] :

$$\beta = \frac{4c\bar{\lambda} p_m}{r}, \quad (\text{I.20})$$

où c est une constante proche de 1, $\bar{\lambda}$ le libre parcours moyen des molécules de gaz et r le rayon moyen des pores.

Etant donné que $\bar{\lambda} p_m$ est toujours constant pour une température donnée, le coefficient de Klinkenberg dépend uniquement de la taille moyenne des pores : β augmente lorsque r diminue.

Dans la littérature, le terme « effet Klinkenberg » est généralement utilisé pour désigner les phénomènes de glissement des molécules aux parois des pores. Dans ce mémoire, nous utiliserons également cette terminologie.

I.2.3 Perméabilité des roches

L'unité utilisée pour exprimer la perméabilité est le m^2 . Cependant, dans le domaine de la physique des roches, on rencontre couramment la perméabilité exprimée en *Darcy*, avec l'équivalence $1 \text{ Darcy} = 1 D \approx 10^{-12} \text{ m}^2$. Le *millidarcy* est également fréquemment employé ($1 \text{ mD} \approx 10^{-15} \text{ m}^2$). La perméabilité des roches couvre une gamme étendue de valeurs. La Figure I.11 illustre la diversité des valeurs de perméabilité, qui peuvent être rencontrées pour différentes roches, exprimées en fonction de leur porosité. Néanmoins, la perméabilité est essentiellement influencée par la morphologie de l'espace poreux (connectivité, tortuosité, diamètre des pores). C'est pour cette raison que des roches très poreuses comme des craies peuvent avoir une perméabilité relativement faible du fait de la finesse des pores [Bousquié 1979 ; Bourbié et al. 1986 ; Gourri 1991]. La Figure I.12 montre en effet que la taille des pores est un facteur prépondérant sur les valeurs de perméabilité des roches.

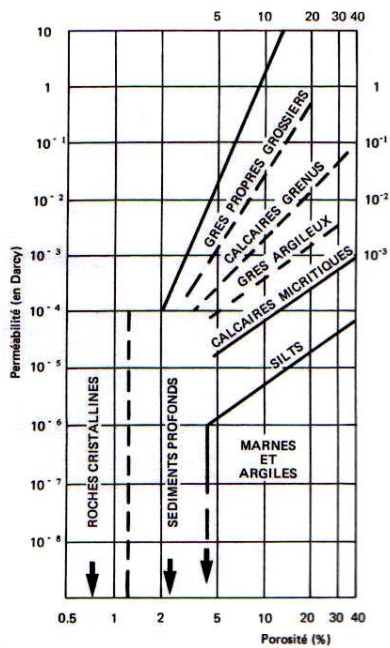


Figure I.11. Perméabilité et porosité des roches [Bourbié et al. 1986].

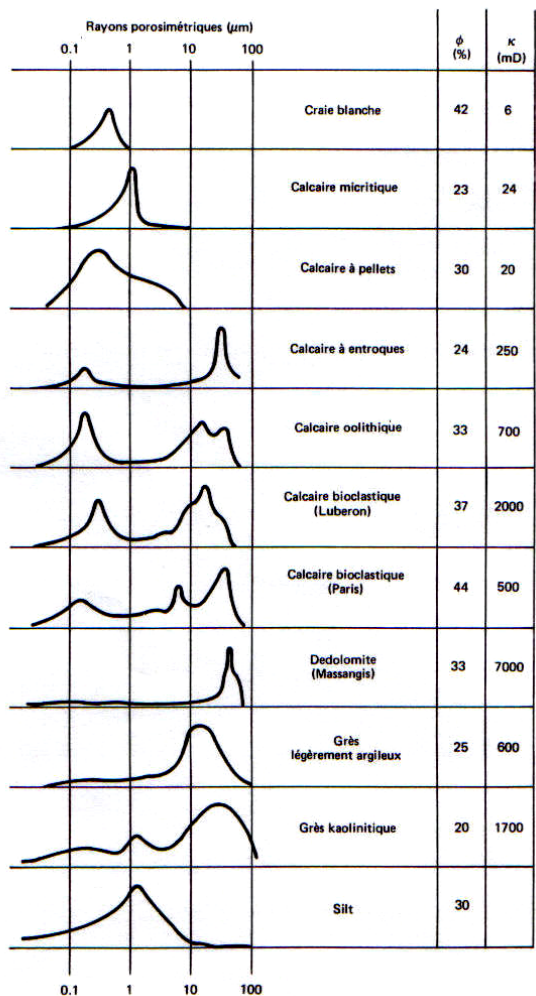


Figure I.12. Perméabilité et courbe porosimétrique des roches [Bourbié et al. 1986].

I.2.4 Variation de la perméabilité des roches sous contraintes hydrostatiques

De nombreuses études ont traité de l'influence des sollicitations mécaniques sur la perméabilité des roches. Généralement, les essais hydrostatiques et triaxiaux sont réalisés afin de caractériser la variation de la perméabilité des roches sous contraintes. Les essais triaxiaux, qui sont conduits jusqu'à la rupture des échantillons, mettent en évidence le rôle de la fissuration induite par le déviateur sur l'évolution de la perméabilité [Heiland et *al.* 2001 ; Zhu et *al.* 1997a ; Zhu et *al.* 1997b]. Dans ce paragraphe, nous nous contenterons d'aborder l'évolution de la perméabilité sous charge hydrostatique. Ce choix peut se justifier par le fait que les essais hydrostatiques ne conduisent pas à la rupture et qu'ils favorisent l'interprétation des phénomènes physiques liés à la microstructure initiale des roches [Suri et *al.* 1997 ; David et *al.* 2001]. C'est pour cette raison que ces essais sont également fréquemment réalisés lorsque la microstructure des roches a subi des modifications comme par exemple une préfissuration thermique ou mécanique (voir I.3.2). La Figure I.13 montre un exemple d'évolution de la perméabilité et de la porosité d'un grès soumis à des contraintes hydrostatiques.

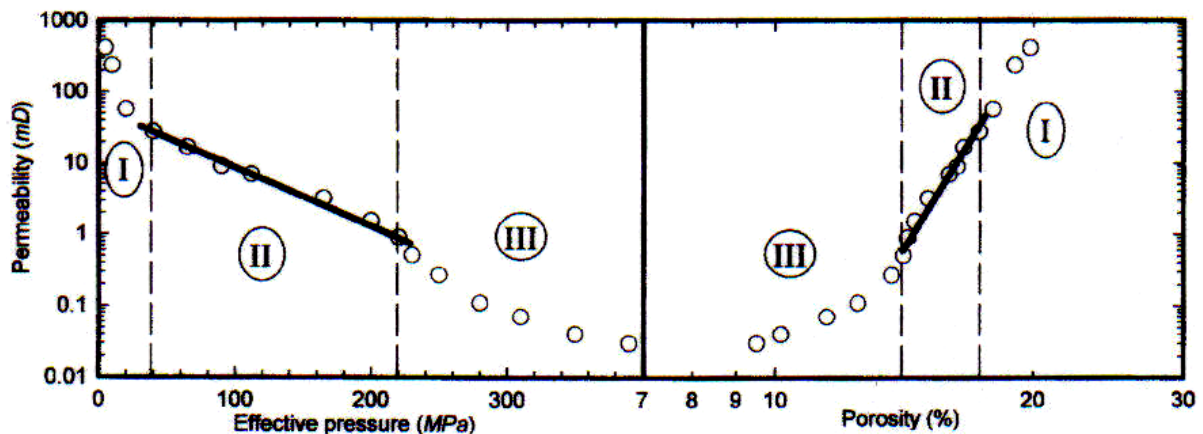


Figure I.13. Evolution de la perméabilité et de la porosité d'un grès sous sollicitations hydrostatiques : l'évolution de la perméabilité est exprimée en échelle semi-log (à gauche) et celle de la porosité en échelle log-log (à droite) [David et *al.* 2001].

La variation de la perméabilité et de la porosité en fonction des sollicitations hydrostatiques se décompose en plusieurs phases (Figure I.13) [David et *al.* 2001] :

- une phase où la perméabilité et la porosité diminuent fortement en début de chargement consécutivement à la fermeture progressive des fissures préexistantes (fissures connectées au réseau poreux),
- une phase où la perméabilité et la porosité évoluent de manière quasi-linéaire. La perméabilité étant exprimée en échelle logarithmique sur la Figure I.13, il en résulte que son évolution suit une loi exponentielle du type :

$$k = k_0 e^{-\gamma \sigma^{eff}}, \quad (I.21)$$

où k_0 est la perméabilité initiale et γ un facteur de forme.

Cette relation empirique désigne l'évolution de la perméabilité qui est due à la compaction élastique des vides. Pour les roches, le coefficient γ peut varier de 0,001 à 0,020 [David et *al.* 2001].

- une phase où la perméabilité et la porosité subissent à nouveau des diminutions importantes. Cette évolution est liée à l'effondrement des pores qui provoque un réarrangement des vides.

I.3 Influence de la température sur le comportement des roches

I.3.1 Aspects microstructuraux

Lors d'une augmentation de température, les minéraux qui composent les roches subissent des dilatations thermiques. Des phénomènes d'incompatibilité de déformation surviennent alors lorsque l'ordre de grandeur des dilatations thermiques n'est pas le même suivant les minéraux [Homand 1986 ; Somerton 1992 ; Zaraiski et *al.* 1994]. On parle alors de dilatations différentielles. Les dilatations différentielles peuvent être causées par la présence de plusieurs types de minéraux dans les roches (roches polyminérales) et par l'anisotropie de la dilatation thermique des minéraux (roches monominérales et polyminérales).

La variation du coefficient de dilatation thermique des minéraux en fonction de la température n'est pas linéaire. Le Tableau I.3 donne les valeurs de la dilatation thermique de la calcite et du quartz selon les axes cristallographiques et plus précisément l'axe c (axe ternaire). Ces deux minéraux sont les plus « sensibles » à la température puisque ce sont ceux qui ont à la fois les dilatations thermiques les plus importantes et les anisotropies de dilatation les plus marquées. De plus, le comportement de la calcite est particulier dans la mesure où ce minéral subit une contraction perpendiculairement à l'axe c pour une augmentation de température (la déformation volumique reste positive).

Minéral	Axe	Pourcentage de dilatation thermique (%) entre 20 °C et :			
		100 °C	200 °C	400 °C	600 °C
Calcite	// axe c	0,19	0,48	1,12	1,82
	⊥ axe c	-0,04	-0,10	-0,18	-0,22
Quartz	// axe c	0,08	0,18	0,43	1,02
	⊥ axe c	0,14	0,30	0,73	1,75

Tableau I.3 : Dilatation thermique de la calcite et du quartz.

Les phénomènes de dilatations différentielles provoquent une concentration des contraintes aux joints de grains et donc une fissuration. Plusieurs modèles existants sont utilisés pour interpréter la fissuration thermique [Homand 1986] : le modèle de l'inclusion sphérique, le modèle du bicristal, le modèle de l'agrégat polycristallin.

Néanmoins, le modèle de l'inclusion sphérique est celui qui est le plus couramment employé [Hettema 1996 ; Fredrich et al. 1986]. Il consiste à considérer une inclusion dont les propriétés physiques et mécaniques sont différentes de celles de la matrice au sein de laquelle elle se trouve. La Figure I.14 schématise ce modèle.

En tenant compte de certaines simplifications, l'inclusion sphérique est soumise à une contrainte thermique de l'ordre de [Hettema 1996] :

$$\sigma^{th} \approx E_m \Delta\alpha \Delta T, \quad (I.22)$$

où σ^{th} est la contrainte thermique, E_m le module d'Young de la matrice, $\Delta\alpha$ la différence des dilatations thermiques et ΔT la différence de température.

Les contraintes induites dans la matrice sont [Homand 1986] :

$$\sigma_{rr} = \frac{\sigma^{th} R_0^3}{r_0^3} \text{ et } \sigma_{\theta\theta} = -\frac{\sigma^{th} R_0^3}{2r_0^3}, \quad (I.23)$$

où σ_{rr} est la contrainte radiale, $\sigma_{\theta\theta}$ la contrainte orthoradiale, R_0 le rayon de l'inclusion et r_0 la distance radiale depuis le centre de l'inclusion.

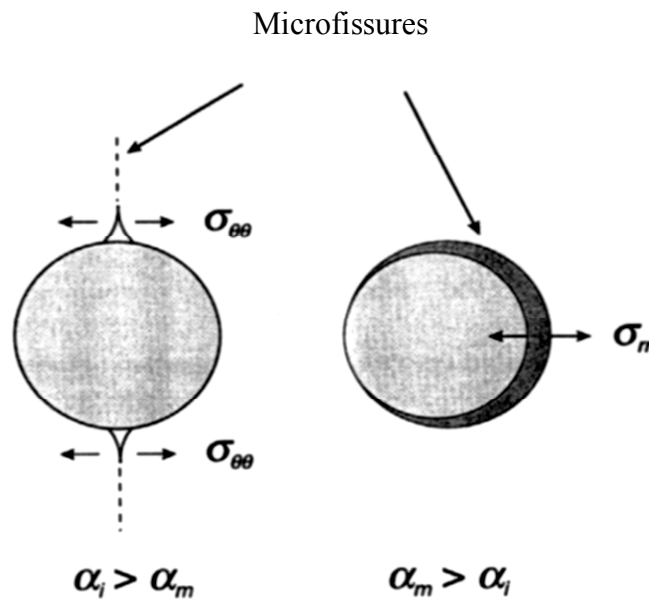


Figure I.14. Modèle de l'inclusion sphérique (α_i : dilatation thermique de l'inclusion, α_m : dilatation thermique de la matrice) [Hettema 1996].

La Figure I.14 montre que lorsque $\alpha_i > \alpha_m$, il en résulte la formation de fissures radiales au sein de la matrice. Par contre, lorsque $\alpha_i < \alpha_m$, les fissures se développent à l'interface inclusion/matrice.

La création de fissures peut être observée par exemple à partir des mesures de la déformation volumique des roches en fonction de la température. En effet, la dilatation thermique des matériaux rocheux subit de brusques augmentations consécutivement à la formation de fissures (Figure I.15) [Cooper et al. 1977 ; Homand 1986]. La fissuration thermique comprend à la fois la création de nouveaux vides et l'élargissement des vides préexistants, ce qui implique une augmentation de la porosité.

Néanmoins, un autre phénomène peut intervenir au sein des matériaux rocheux lors d'une élévation de température : la libre dilatation des grains dans les vides initiaux [Somerton 1992]. Dans ce cas, une diminution de la porosité est observée (contraction thermique du volume poreux).

Ces deux phénomènes (formation de fissures et densification thermique) sont antinomiques et expliquent pourquoi le comportement des roches en fonction de la température est varié. La Figure I.16 illustre la contraction thermique du volume poreux de trois grès (grès de Bandera, grès de Boise et grès de Berea). La convention de signe positif a été adoptée par l'auteur pour exprimer la diminution du volume poreux notée $\Delta V_p/V_p$.

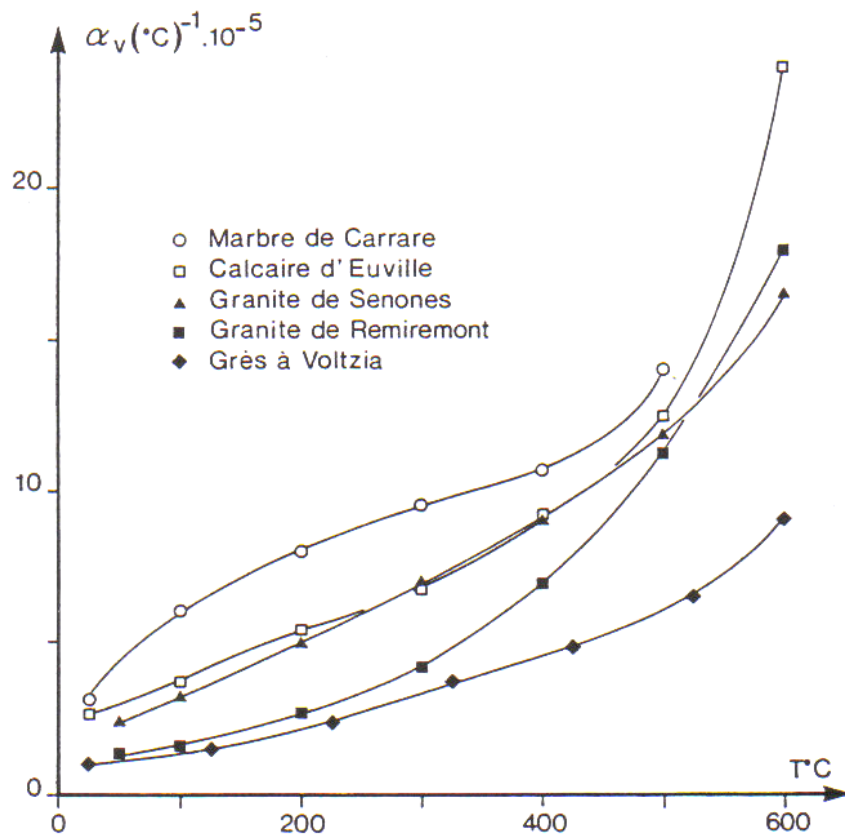


Figure I.15. Dilatation thermique volumique (α_v) de différentes roches en fonction de la température [Homand 1986].

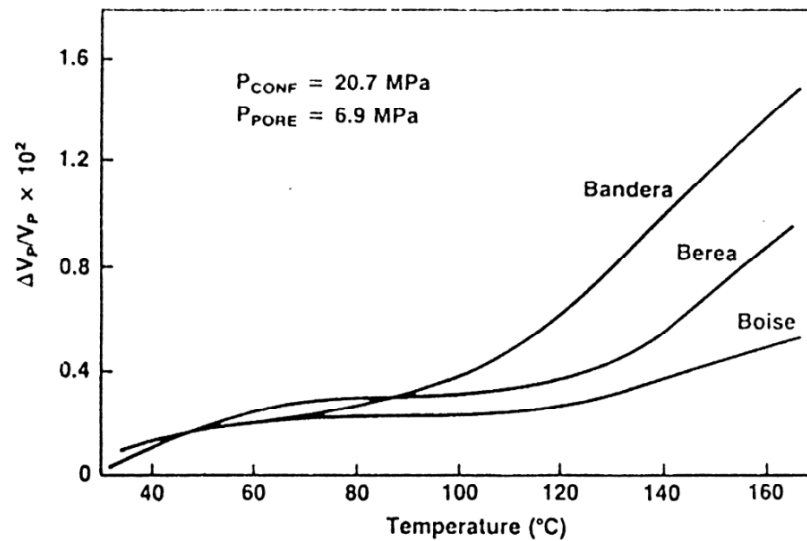


Figure I.16. Contraction thermique du volume poreux de trois grès [Somerton 1992].

Nous voyons donc que l'évolution de la microstructure des roches en fonction de la température va dépendre de la prépondérance soit des phénomènes de fissuration soit des phénomènes de densification précédemment décrits. Plusieurs paramètres liés à la microstructure initiale des roches vont influencer leur sensibilité à la température [Homand 1986] :

- **la porosité initiale.** Plus la porosité est faible et plus les roches sont sensibles à la température. Quand la porosité initiale est faible (cas des granites ou des marbres par exemple), des fissures peuvent se former à des températures relativement faibles (de l'ordre de 100°C). Au contraire, les roches poreuses comme les grès sont peu sensibles à la température puisque la dilatation thermique des constituants peut s'effectuer assez librement. La porosité fissurale influence également la sensibilité des roches à la température Plus les roches sont fissurées initialement et moins elles sont sensibles à la température. En effet, les fissures préexistantes offrent des espaces libres à la dilatation des minéraux.
- **la composition minéralogique.** Si les constituants sont multiples (roches polyminérales) et/ou leur dilatation thermique anisotrope, il en résulte des dilatations thermiques différentielles qui favorisent la formation de fissures.

- **la texture.** Plus la texture est homogène et plus la fissuration se développe fortement. Les roches à texture hétérogène sont moins sensibles à la température puisque qu'elles offrent plus de liberté à la dilatation des minéraux.
- **la granularité.** Elle influence la fissuration dans la mesure où les phénomènes de dilatations thermiques différentielles sont amplifiés avec la taille des grains. Ainsi, plus la taille des grains est importante et plus les roches sont sensibles à la température.
- **la pression exercée sur les roches lors du chauffage.** Wong et *al.* [Wong et *al.* 1979] ont montré que la formation de fissures est atténuée quand les roches sont soumises à des contraintes extérieures lors du chauffage.

Il y a deux façons d'appréhender le comportement des roches en fonction de la température. Il y a le comportement des roches sous température et celui des roches préfissurées thermiquement (essais menés à température ambiante après que les roches aient subi des cycles thermiques). Dans les paragraphes suivants, nous distinguerons ces deux configurations afin d'illustrer l'évolution du comportement hydraulique, mécanique et poromécanique des roches en fonction de la température.

Enfin, soulignons que certaines modifications minéralogiques peuvent avoir lieu sous température. On peut citer par exemple la transformation du quartz (changement de phase), la déshydratation des minéraux argileux, la décarbonatation...

Des phénomènes physico-chimiques peuvent également intervenir lorsqu'un fluide saturant n'est pas inerte vis-à-vis de la roche [Somerton 1992]. Ces phénomènes n'ont pas été abordés, volontairement, dans la mesure où les conditions de notre propre étude font qu'ils n'interviennent pas (absence de matière argileuse dans la composition de la roche calcaire utilisée et absence des phénomènes de décarbonatation qui interviennent à des températures proches de 700°C).

I.3.2 Variation de la perméabilité en fonction de la température

La mesure de la perméabilité sous température nécessite la prise en compte de l'évolution des propriétés physiques du fluide de percolation en fonction de la température.

En effet, la viscosité des liquides diminue lorsque la température augmente. Par contre, la viscosité des gaz augmente avec la température. La modification de la viscosité des fluides est primordiale pour déterminer correctement la perméabilité intrinsèque (indépendamment des propriétés des fluides de percolation). De plus, lorsque le fluide utilisé est un gaz, les phénomènes de glissement aux parois des pores s'intensifient avec la température. Wei et *al.* [Wei et *al.* 1986] et Li et *al.* [Li et *al.* 2001] ont observé une augmentation du coefficient de Klinkenberg avec la température.

L'évolution de la perméabilité des roches avec la température peut suivre trois tendances :

- la perméabilité peut diminuer,
- la perméabilité peut tout d'abord diminuer puis augmenter,
- la perméabilité peut augmenter.

Ces tendances vont dépendre de la nature des roches et des gammes de température employées lors des mesures de perméabilité.

Une diminution de la perméabilité sous température est couramment observée sur les roches poreuses comme les grès [Greenberg et *al.* 1968 ; Weibrandt et *al.* 1975] ou sur les roches qui ont une granularité très fine [Shmonov et *al.* 1994 ; Fischer et *al.* 1992]. Ces roches favorisent les phénomènes de dilatation libre des grains dans les vides tout en ne provoquant pas de fissuration thermique.

La Figure I.17 montre l'évolution de la perméabilité du grès de Berea sous température (la température est donnée en Fahrenheit). La Figure I.17 donne également les valeurs de la perméabilité durant le refroidissement et l'on remarque qu'il subsiste une perméabilité résiduelle inférieure à la perméabilité initiale qui témoigne de la déformation irréversible des grains dans les vides.

La Figure I.18 illustre la diminution de la perméabilité d'un calcaire à grains fins en fonction de la température. De même, son évolution sous contrainte hydrostatique est donnée pour différents niveaux de température.

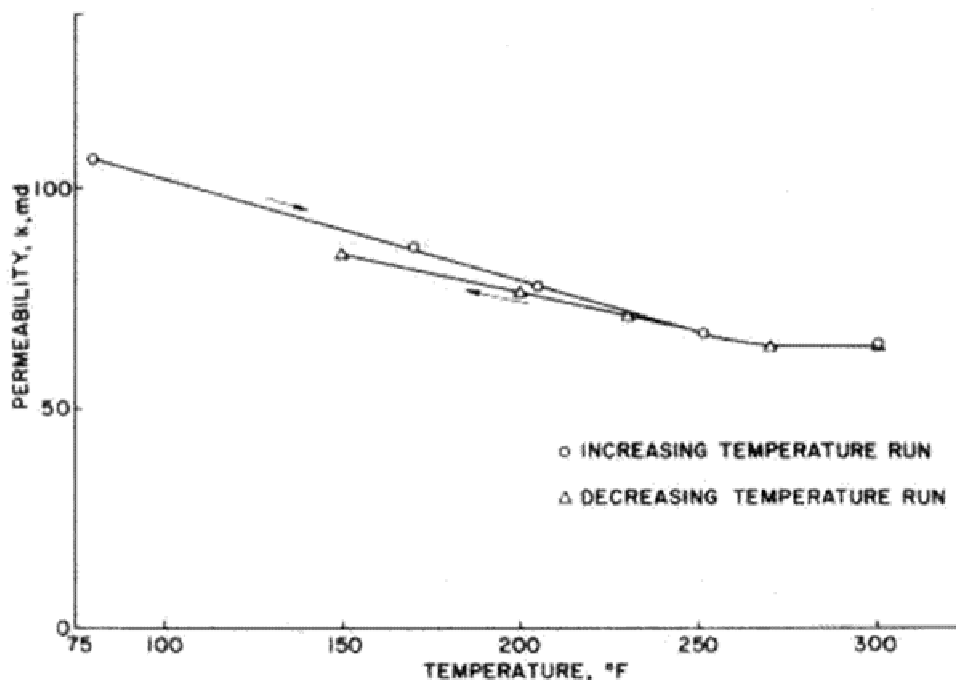


Figure I.17. Perméabilité du grès de Berea sous température [Weibrandt et *al.* 1975].

La densification thermique qui cause une réduction de la perméabilité peut être une première étape de l'évolution de la perméabilité des roches sous température. Elle est alors suivie d'une seconde phase correspondant à la fissuration du matériau, ce qui engendre une augmentation de la perméabilité. Shmonov et *al.* [Shmomov et *al.* 1994] observent ce type de comportement sur un marbre à grains grossiers (Figure I.19). Le matériau devient pratiquement imperméable à 300°C puis la création de fissures provoque une brusque augmentation de la perméabilité.

Voegele et *al.* [Voegele et *al.* 1985] trouvent que la perméabilité du granite de Westerly diminue dans un premier temps consécutivement à la fermeture des fissures, causée par la dilatation des minéraux, puis augmente du fait de la formation de fissures (Figure I.20). La Figure I.20 donne également les valeurs de la perméabilité lors du refroidissement et montre que la perméabilité résiduelle est supérieure à la perméabilité initiale, ce qui est la conséquence de la formation irréversible de fissures.

Dans le cas de certaines roches, il se peut que seuls les phénomènes de fissuration thermique interviennent [Le Guen 1991 ; Shmonov et *al.* 1994]. Dans ce cas, la perméabilité subit une augmentation continue en fonction de la température. La Figure I.21 illustre cette tendance d'évolution observée sur une roche basaltique [Shmonov et *al.* 1994].

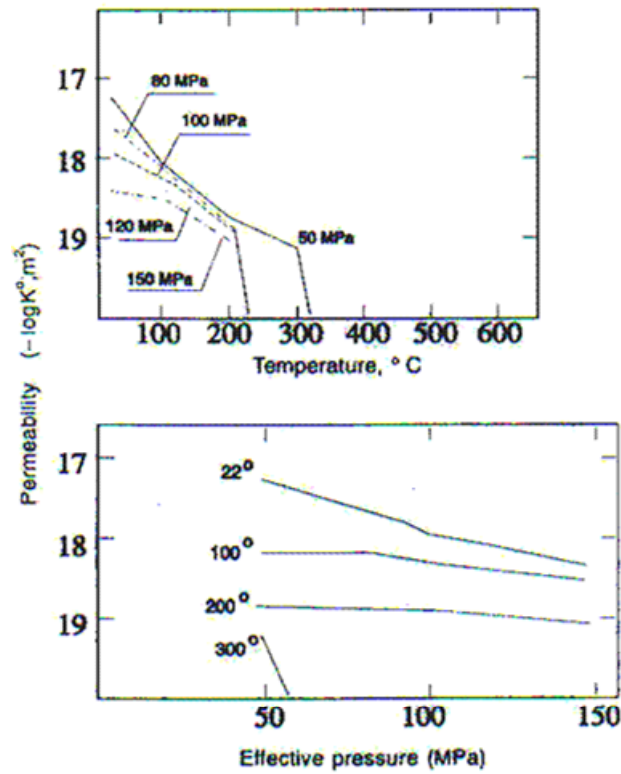


Figure I.18. Perméabilité d'un calcaire à grains fins sous température [Shmomoov et *al.* 1994].

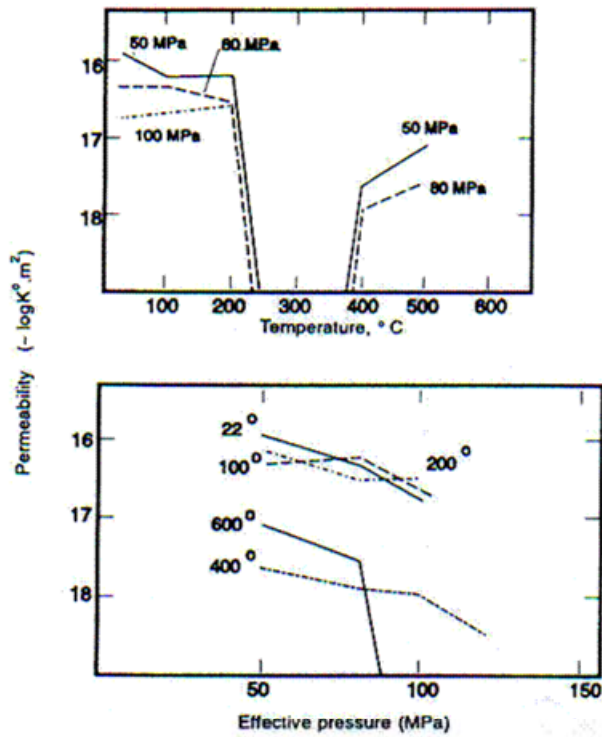


Figure I.19. Perméabilité d'un marbre sous température [Shmomoov et *al.* 1994].

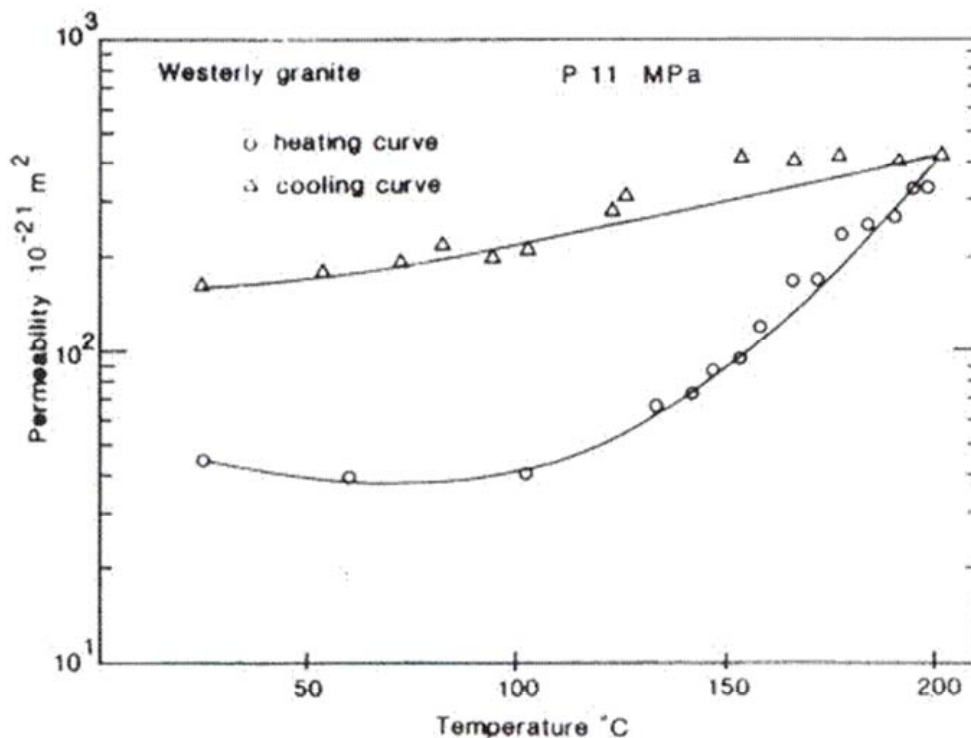


Figure I.20. Perméabilité du granite de Westerly sous température [Voegele et al. 1985].

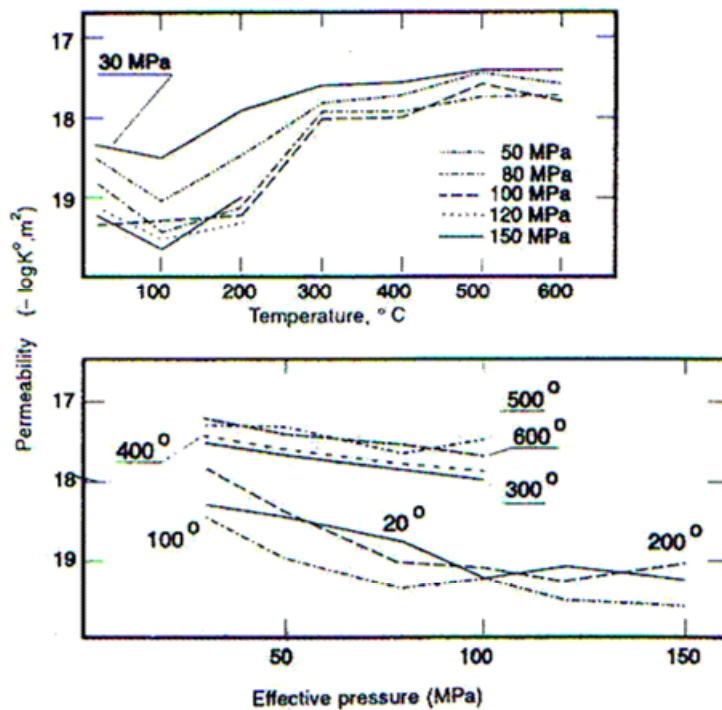


Figure I.21. Perméabilité d'un basalte sous température [Shmonov et al. 1994].

Lorsque la perméabilité des roches est évaluée après refroidissement, on peut retrouver les mêmes tendances d'évolution observées sous température. Ainsi, la Figure I.22 montre l'évolution de la perméabilité (rapport de la perméabilité après traitement thermique et de la perméabilité initiale) d'un grès en fonction de la préfissuration thermique. Dans un premier temps la perméabilité diminue. Cette évolution est attribuée à la déformation résiduelle des grains dans les vides. Ensuite, lorsque la température atteinte lors des cycles thermiques augmente, la création de fissures provoque une augmentation de la perméabilité.

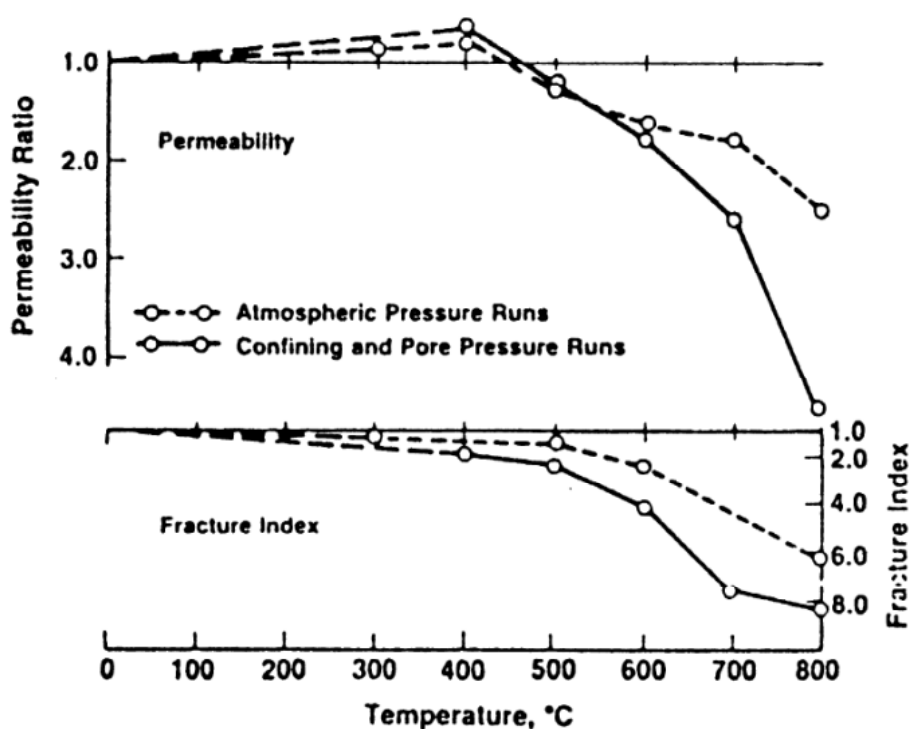


Figure I.22. Perméabilité d'un grès préfissuré thermiquement [Somerton 1992].

Darot *et al.* [Darot *et al.* 1992] observent une phase initiale de fermeture irréversible des fissures exercée durant les cycles thermiques effectués à 120°C sur un granite. Ensuite, les phénomènes de fissuration thermique sont prépondérants et guident l'évolution de la perméabilité (Figure I.23).

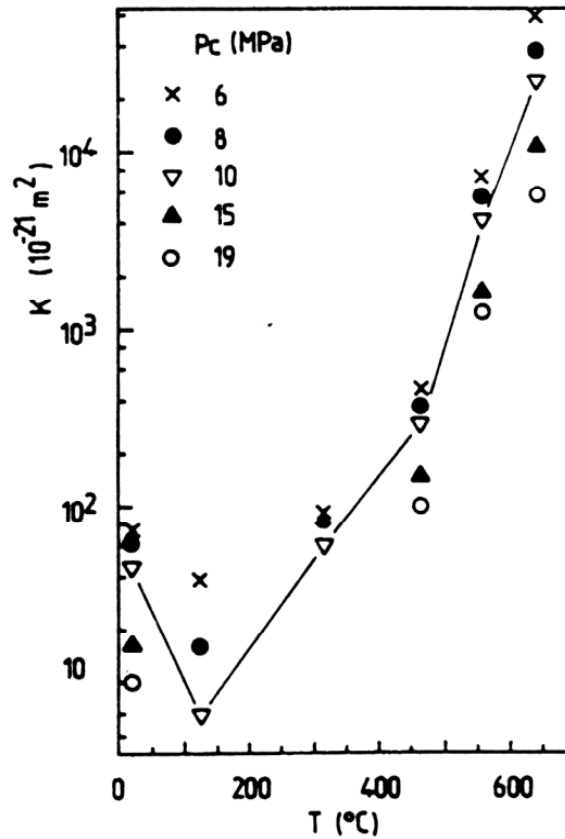


Figure I.23. Perméabilité d'un granite préfissuré thermiquement [Darot et *al.* 1992].

Cependant, il est généralement observé une augmentation continue de la perméabilité des roches avec la préfissuration thermique [Jones et *al.* 1997 ; David et *al.* 1999 ; Homand et *al.* 1984]. La Figure I.24 montre que cette tendance est rencontrée pour divers types de roches. Généralement, l'effet des contraintes hydrostatiques sur la perméabilité des roches préfissurées permet de compléter l'évaluation de la fissuration engendrée [Darot et *al.* 2000 ; Le Ravalec et *al.* 1996 ; Voegele et *al.* 1985]. La Figure I.25 présente l'évolution de la perméabilité d'une roche préfissurée thermiquement en fonction de la contrainte hydrostatique.

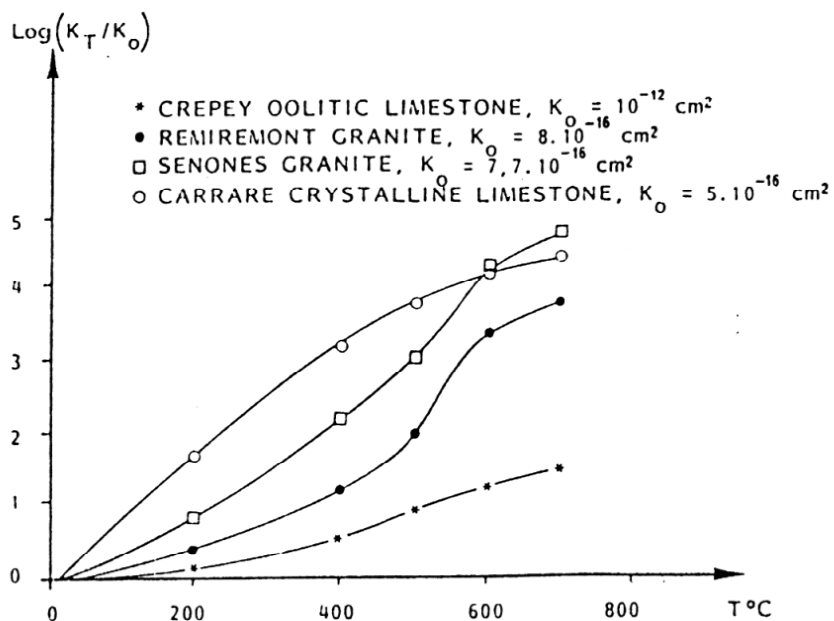


Figure I.24. Variation de la perméabilité de différentes roches avec la préfissuration thermique [Homand et al. 1984].

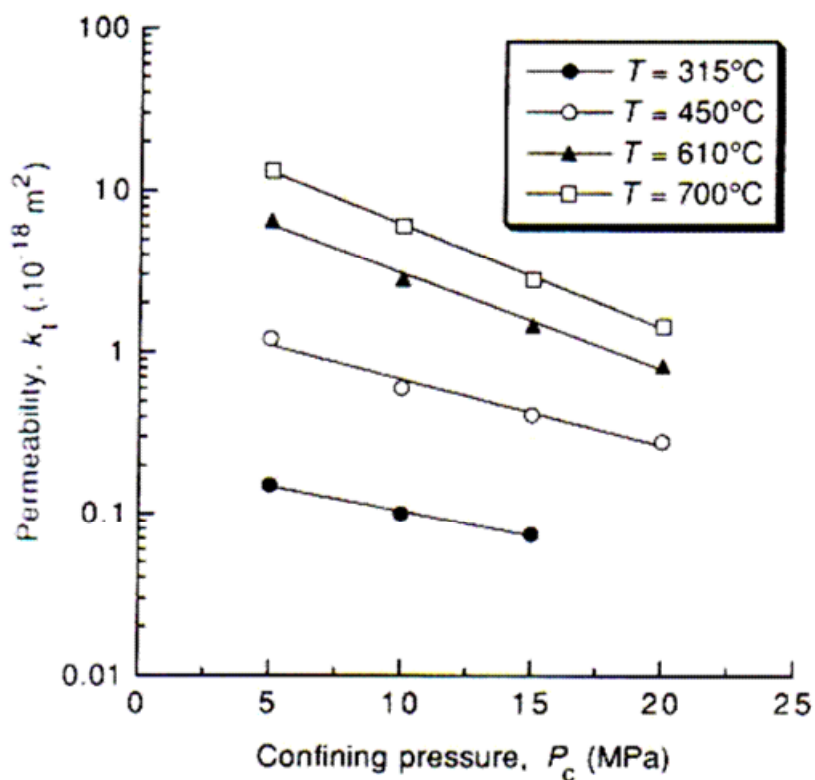


Figure I.25. Influence de la contrainte hydrostatique sur la perméabilité d'une roche préfissurée thermiquement [Le Ravalec et al. 1996].

Plus la température de préfissuration est élevée et plus la perméabilité des roches est sensible aux contraintes hydrostatiques. Ceci permet de mettre en évidence aussi bien la quantité des fissures engendrées que leur interconnectivité.

I.3.3 Variation du comportement mécanique en fonction de la température

Certains travaux avaient pour objet l'influence de la température sur le comportement triaxial déviatorique des roches [Griggs et al. 1960 ; Heard 1960 ; Fischer et al. 1989 ; Rutter 1974 ; Lempp et al. 1994]. Ces études ont permis de mettre en évidence que la température, à l'instar de la pression de confinement, tendait à rendre les matériaux rocheux ductiles.

Etant donné que nous n'avons pas réalisé d'essais triaxiaux de révolution dans nos travaux, nous mettrons l'accent sur les exemples trouvés dans la littérature qui concernent les essais de compressions uniaxiale et hydrostatique réalisés en fonction de la température.

Lors des essais de compression uniaxiale, il est généralement admis que la température provoque une diminution du module d'Young, du coefficient de Poisson, de la contrainte à la rupture et du seuil de plasticité [Homand 1986]. Ces évolutions sont principalement causées par la fissuration thermique et concernent aussi bien les essais sous température que les essais menés sur des roches préfissurées thermiquement.

La Figure I.26 présente les essais de compression uniaxiale réalisés sur un calcaire à différentes températures. Un exemple d'évolution du coefficient de Poisson d'un granite en fonction de la température est également présenté sur la Figure I.27.

Néanmoins, des tendances différentes peuvent être rencontrées. Par exemple, Homand [Homand 1986] montre que la résistance à la rupture et le module d'Young d'un calcaire micritique peuvent augmenter sous température. Cette évolution a été attribuée au développement de zones plastiques en tête de fissures. La Figure I.28 illustre cet exemple à partir de la mesure du module d'Young. On remarque alors que le module d'Young du calcaire de Bazoilles augmente entre 200°C et 400°C.

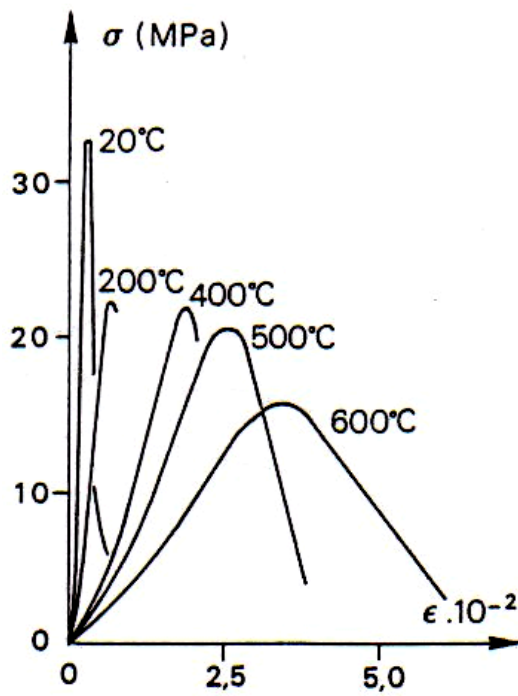


Figure I.26. Essais de compression uniaxiale sous température sur le calcaire d'Euville [Homand 1986].

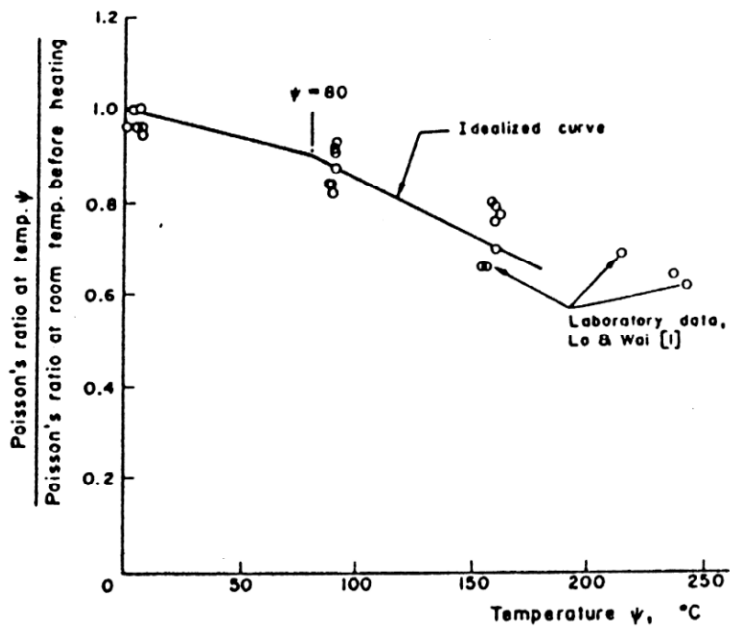


Figure I.27. Evolution du coefficient de Poisson d'un granite sous température [Wai et al. 1982]

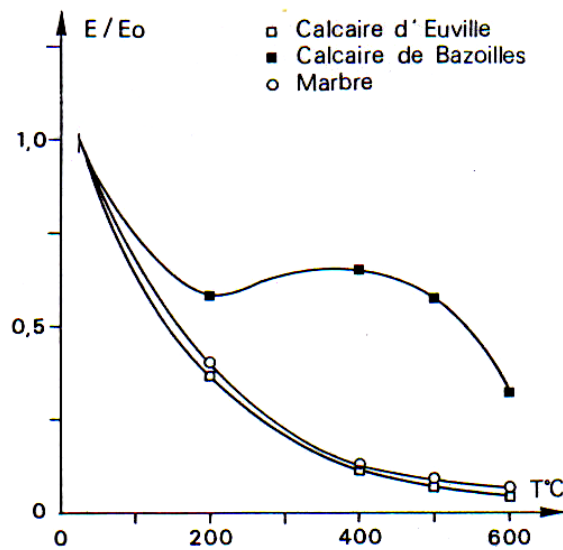


Figure I.28. Evolution du module d'Young de différentes roches sous température [Homand 1986].

Lorsque les roches sont peu sensibles à la température, il se peut que leur structure se densifie et se rigidifie. Houpert et *al.* [Houpert et *al.* 1989] observent ce phénomène sur des grès dont la résistance à la compression augmente avec la température.

Les tendances générales observées sous température (*i.e.* diminution du module d'Young, de la résistance à la rupture,...) sont également rencontrées pour les essais de compression uniaxiale réalisés après traitements thermiques [Homand 1986 ; Pérami 1971]. La Figure I.29 montre que c'est le premier cycle thermique qui endommage le plus le matériau et qui engendre les modifications les plus importantes pour la résistance à la rupture et le module d'Young. L'accroissement de la phase de serrage est également plus marqué après le premier cycle thermique. Lorsque plusieurs cycles thermiques sont répétés, les propriétés mécaniques du matériau diminuent encore mais de manière atténuée.

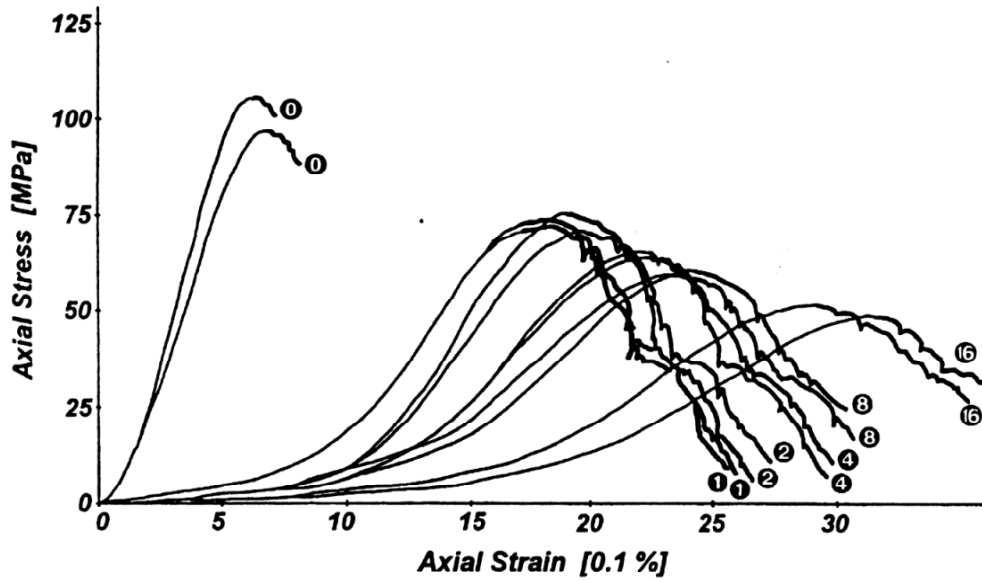


Figure I.29. Essais de compression uniaxiale sur un marbre préfissuré thermiquement à 600°C (les chiffres correspondent aux nombres de cycles thermiques effectués) [Mahmutoglu 1998].

Le comportement en compression uniaxiale du calcaire d'Euville après traitements thermiques est présenté sur la Figure I.30. On retrouve les mêmes tendances d'évolution que sous température, à savoir une diminution de la résistance à la rupture, du module d'Young et du seuil de plasticité.

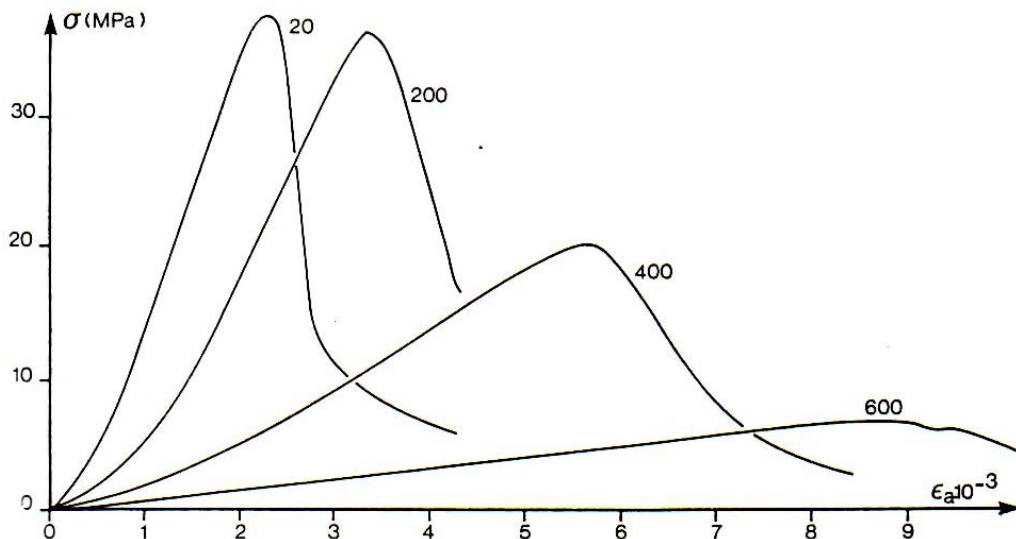


Figure I.30. Essais de compression uniaxiale sur le calcaire d'Euville préfissuré thermiquement [Homand 1986].

Cependant, des tendances d'évolution différentes peuvent être rencontrées. Par exemple, Ferrero et al. [Ferrero et al. 2001] observent une augmentation de la résistance à la rupture et une diminution du module d'Young pour deux marbres préfiissurés thermiquement.

Des essais hydrostatiques sont couramment réalisés sur des roches préfiissurées thermiquement [Homand 1986 ; Homand et al. 1988 ; Berest et al. 1989]. Ils permettent de mettre en évidence la création de fissures. En effet, la phase de serrage subit un accroissement et la pression de fermeture des fissures une augmentation lorsque les cycles thermiques engendrent une microfissuration. Par contre, lorsque les fissures sont complètement refermées, les modules d'incompressibilité n'évoluent pratiquement pas (Figure I.31).

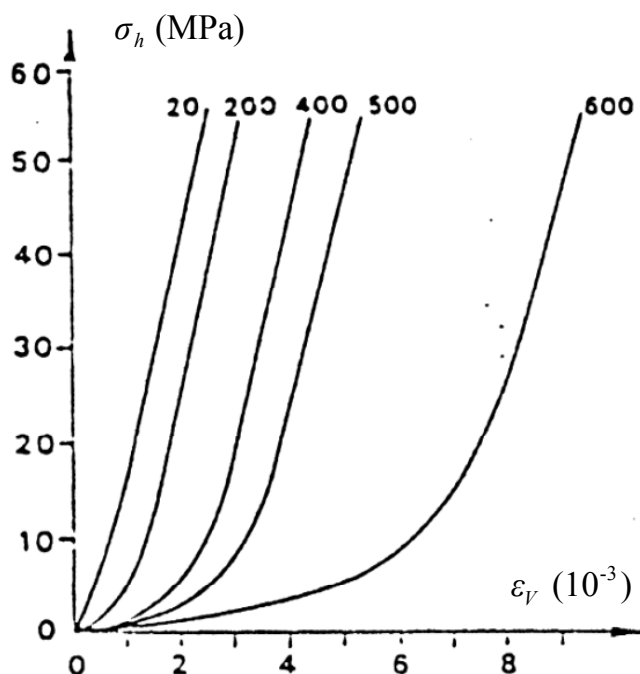


Figure I.31. Essais de compression hydrostatique sur un grès de Fontainebleau préfiissuré thermiquement [Homand et al. 1988].

Les essais de compressibilité permettent également de déterminer la fraction volumique de la porosité fissurale (Figure I.32). L'évolution de la fissuration peut alors être quantifiée à partir des essais hydrostatiques. Néanmoins, aucune indication n'est fournie concernant la localisation ou l'interconnectivité des fissures.

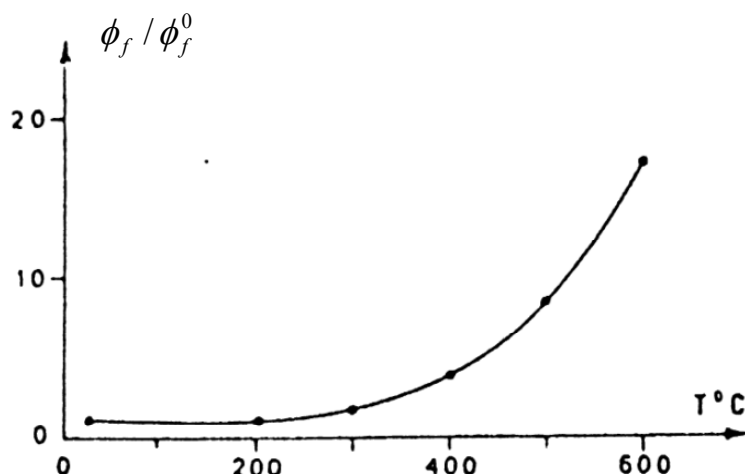


Figure I.32. Variation de la porosité de fissure d'un grès de Fontainebleau préfissuré thermiquement [Berest et *al.* 1989].

I.3.4 Variation du comportement poromécanique en fonction de la température

Très peu d'études ont traité de l'influence de la température sur les propriétés poromécaniques des roches. Les travaux qui ont abordé cette thématique intéressent essentiellement le domaine pétrolier, c'est pourquoi ils sont focalisés sur l'étude des roches gréseuses.

Concernant le comportement poromécanique des grès sous température, Hettema et *al.* [Hettema et *al.* 1998] et Somerton [Somerton 1992] montrent que le module d'incompressibilité de la matrice solide n'évolue pratiquement pas. Ces résultats démontrent que les grès ne subissent pratiquement pas de fissuration intramatricielle. Le Tableau I.4 recense les résultats obtenus par Somerton pour les grès de Bandera, de Berea et de Boise.

La diminution des modules d'incompressibilité de la matrice solide des grès est faible et négligeable. Somerton [Somerton 1992] observe également pour ces roches une diminution des modules d'incompressibilité du squelette. Dans ce cas, la diminution du module d'incompressibilité du squelette guide l'évolution du coefficient de Biot qui a alors tendance à augmenter.

Roche	Température (°C)	Module d'incompressibilité de la matrice (GPa)
Grès de Bandera	20	44,3
	100	-
	200	42,9
Grès de Berea	20	41,6
	100	41,6
	200	36,2
Grès de Boise	20	44,1
	100	-
	200	41,4

Tableau I.4. Variation du module d'incompressibilité de la matrice solide de trois grès sous température [Somerton 1992].

Somerton [Somerton 1992] trouve la même tendance d'évolution pour le module d'incompressibilité du squelette d'un grès fin contenant de la calcite (30 % de calcite environ). La Figure I.33 illustre le comportement de cette roche ; son module de compressibilité (l'inverse du module d'incompressibilité) est donné en fonction de la contrainte hydrostatique.

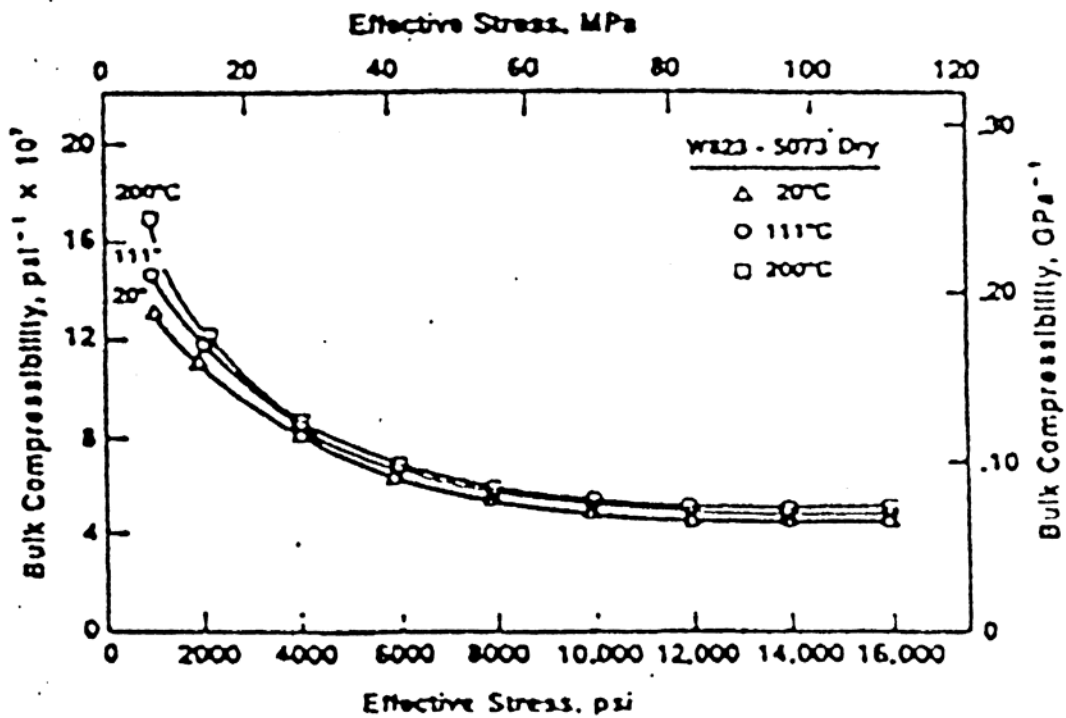


Figure I.33. Evolution du module de compressibilité du squelette d'un grès fin contenant de la calcite, sous température, en fonction de la contrainte hydrostatique [Somerton 1992].

On remarque que le module de compressibilité diminue quand la contrainte augmente, c'est-à-dire que le module d'incompressibilité augmente au fur et à mesure de la fermeture des fissures. Quand les fissures sont fermées, les modules d'incompressibilité se stabilisent et une légère diminution est observée en fonction de la température. Cet exemple représente également le comportement du squelette des trois grès cités précédemment. Par contre, pour cette roche, Somerton [Somerton 1992] trouve une diminution importante du module d'incompressibilité de la matrice solide (Tableau I.5). Le module d'incompressibilité de la matrice est initialement très proche de celui de la calcite. La diminution brutale de ce module sous température peut être attribuée à la fissuration intramatrix. On remarque donc que cette fois l'évolution du coefficient de Biot va être guidée par l'évolution du module d'incompressibilité de la matrice. Dans ce cas, la diminution du module d'incompressibilité de la matrice provoque une diminution du coefficient de Biot.

Roche	Température (°C)	Module d'incompressibilité de la matrice (GPa)
Grès fin avec calcite	20	66,1
	100	51,3
	200	34,9

Tableau I.5. Variation du module d'incompressibilité de la matrice d'un grès fin contenant de la calcite, sous température [Somerton 1992].

Les études qui ont abordé l'effet de cycles thermiques sur les propriétés poromécaniques permettent de tirer pratiquement les mêmes conclusions que sous température. Sibai [Sibai 1990] et Ortega [Ortega 1994] ont observé que le module d'incompressibilité du squelette des grès diminuait avec la préfissuration thermique. La Figure I.34 présente un exemple de courbes expérimentales obtenues à partir d'essais drainés réalisés sur un grès ayant subi des cycles thermiques. Ortega [Ortega 1994] a mesuré la porosité et les modules d'incompressibilité de trois grès préfissurés thermiquement, les résultats sont donnés dans le Tableau I.6. La préfissuration thermique provoque une augmentation de la porosité connectée et une diminution du module d'incompressibilité du squelette. Par contre, le module d'incompressibilité de la matrice ne varie pratiquement pas (légère diminution). Ces résultats sont très proches de ceux de Somerton [Somerton 1992] obtenus sous température sur les grès de Berea, de Bandera et de Boise. Ainsi, la fissuration engendrée par les cycles thermiques est essentiellement liée à l'espace poreux ouvert. Elle influence donc uniquement le

comportement du squelette sans affecter celui de la matrice. Une augmentation du coefficient de Biot résulte des évolutions relatives des modules d'incompressibilité. Cette tendance a été également observée par Karami [Karami 1998] sur un grès préfissuré mécaniquement.

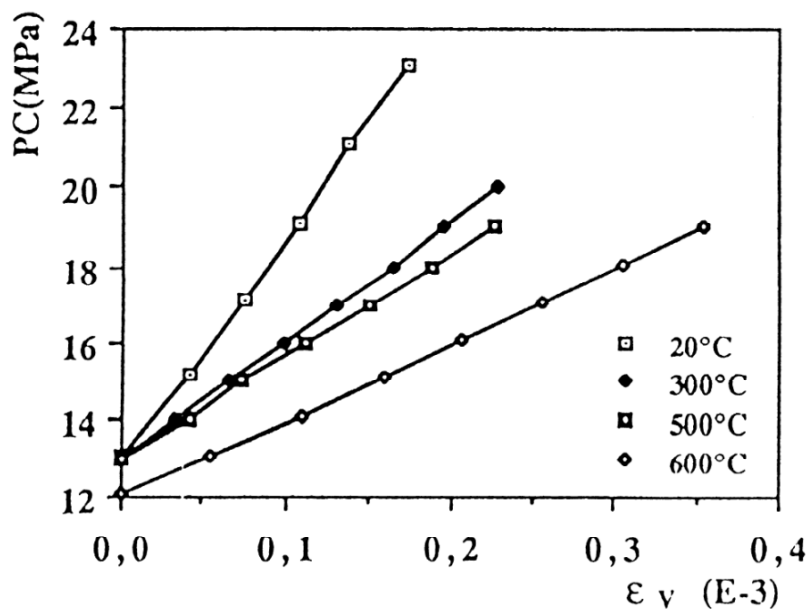


Figure I.34. Essais de compression hydrostatique drainés sur un grès préfissuré thermiquement [Sibai 1990].

Roche		ϕ (%)	Module d'incompressibilité du squelette (GPa)	Module d'incompressibilité de la matrice (GPa)	b
Grès de Fontainebleau	avant traitement	5,9	30,9	38,6	0,12
	après traitement	6,3	7,9	33,7	0,77
Grès jaune des Vosges	avant traitement	17,2	17,4	41,2	0,58
	après traitement	17,4	15,7	38,2	0,59
Grès rouge des Vosges	avant traitement	18,8	13,9	38,6	0,64
	après traitement	20,1	8,4	34,1	0,76

Tableau I.6. Variation des propriétés poroélastiques de trois grès préfissurés à 450°C [Ortega 1994].

Malgré le peu de valeurs dont nous disposons, nous pouvons tout de même remarquer que l'état de fissuration influence le comportement poromécanique des roches. Il semble même que c'est la nature et la localisation des fissures qui guident le comportement de chaque phase (squelette et matrice). Ainsi, une fissuration qui prend part au réseau poreux va causer une diminution importante du module d'incompressibilité du squelette alors qu'une fissuration intramatricielle va provoquer une diminution du module d'incompressibilité de la matrice. Le coefficient de Biot dépend de ces deux modules d'incompressibilité. Les évolutions relatives de ces derniers vont alors guider l'évolution du coefficient de Biot.

Généralement, la fissuration intergranulaire est supposée liée à la phase poreuse et la fissuration intragranulaire à la phase matricielle. Ainsi, si la fissuration est principalement intergranulaire, le coefficient de Biot va augmenter alors que si elle est principalement intragranulaire, il va diminuer. Soulignons qu'il s'agit ici d'une vision « simpliste » de l'effet de la fissuration sur le comportement poromécanique. Tout d'abord, la création simultanée de fissures intragranulaires et intergranulaires, qui a été couramment observée sur des roches préfissurées thermiquement [Homand 1986 ; Fredrich et al. 1986 ; Homand et al. 1989], montre qu'il est difficile de dissocier l'effet de la fissuration intragranulaire et celui de la fissuration intergranulaire. Ensuite, l'interaction entre la fissuration et le comportement poromécanique dépend de la localisation des fissures mais également de leur connectivité ou non à la porosité, de leur ouverture ou de leur fermeture [Dormieux et al. 2002]. Par exemple, si une fissure connectée à la porosité est ouverte, elle peut par conséquent être accessible au fluide interstitiel et être considérée comme étant liée à l'espace poreux. Par contre, si la fissure est fermée et/ou que le fluide de saturation n'y a pas accès, elle entre alors dans la constitution de la matrice solide. En fait, c'est l'ouverture ou la fermeture des fissures connectées à la porosité qui déterminent leur localisation d'un point de vue poromécanique. Par contre, une fissure isolée au sein de la matrice solide sera toujours considérée comme non connectée à l'espace poreux, qu'elle soit ouverte ou fermée. Ces exemples évoquent toute la complexité des phénomènes qui peuvent guider l'évolution des propriétés poroélastiques en fonction de la fissuration.

Conclusion

Dans ce premier chapitre, nous avons présenté les éléments de base de la mécanique des milieux poreux et des écoulements monophasiques dans les roches. L'effet de la température sur le comportement hydraulique, mécanique et poromécanique des roches a également été abordé. Cette synthèse a montré que la thématique générale de l'influence de la température sur le comportement des roches intéresse tous types de matériaux rocheux : grès, calcaire, granite, marbre,...

Nous avons pu remarquer que la température pouvait engendrer des phénomènes antinomiques comme la densification et la fissuration. C'est la raison pour laquelle différentes tendances ont pu être observées concernant l'évolution de la perméabilité, des propriétés élastiques et poroélastiques. Des études nombreuses et variées ont été menées dans le cadre de la mécanique des milieux continus. Cependant, le cadre de la poromécanique n'a été que très rarement utilisé (essentiellement sur des grès poreux pour le domaine pétrolier).

Nous avons pu tout de même dégager plusieurs tendances d'évolution des propriétés poroélastiques avec la température. La localisation d'une éventuelle fissuration thermique est un élément primordial. En effet, si la fissuration thermique engendrée est considérée comme liée à l'espace poreux, le comportement du squelette est directement affecté alors que celui de la matrice solide ne l'est pas. Au contraire, si la fissuration n'est pas connectée à l'espace poreux (*i.e.* fissuration intramatricielle) alors le comportement de la matrice solide est directement affecté et celui du squelette l'est indirectement.

Le chapitre suivant expose la campagne expérimentale que nous avons menée. Nous décrirons dans un premier temps le matériau rocheux qui a fait l'objet de notre étude. Dans un second temps, nous présenterons le matériel utilisé ainsi que les procédures expérimentales liées à l'application des cycles thermiques et à la détermination des propriétés hydrauliques, mécaniques et poromécaniques.

CHAPITRE II

Description des méthodes expérimentales – Conception d'un dispositif de mesure de perméabilité sous températures élevées

Introduction

Ce chapitre est destiné à la description du matériau et du matériel utilisés. La roche qui a été choisie pour cette étude est brièvement décrite dans le premier paragraphe. Il s'agit d'un calcaire poreux (20 % de porosité environ) de composition monominérale (100 % de calcite) : le calcaire d'Anstrude. Cette roche offre des avantages « techniques » dans la mesure où son homogénéité et sa porosité facilitent la réalisation des essais hydrauliques, mécaniques et poromécaniques. Cette condition nous paraissait nécessaire puisque très peu d'études ont traité de l'influence de la préfissuration thermique sur le comportement poromécanique des roches. Il fallait donc en premier lieu expérimenter les essais sur une roche qui permette des mesures poromécaniques complètes en un temps raisonnable.

Dans les paragraphes suivants, les méthodes de mesures de la porosité, de la perméabilité, des propriétés élastiques et des propriétés poroélastiques sont abordées. Différents types d'essais sont décrits : essais de porosimétrie, essais de perméabilité (au liquide et au gaz), essais de compression hydrostatique (à l'état sec et à l'état saturé), essais de compression uniaxiale (à l'état sec). Le matériel utilisé et la procédure expérimentale adoptée sont également présentés. Les conditions expérimentales liées à l'application de cycles thermiques sont ensuite traitées. L'étude porte sur la caractérisation du comportement d'un calcaire avant et après traitement thermique ; le comportement initial est désigné comme étant celui de la roche après séchage à 60°C. Deux niveaux de température ont été adoptés pour les cycles thermiques : 150°C et 250°C. Pour chaque niveau de température, la roche est soumise à un cycle thermique qui comprend une montée en température, la stabilisation de la température de consigne (150°C ou 250°C) puis un refroidissement. Afin d'atténuer les problèmes liés à la dispersion des résultats, ce sont les échantillons testés initialement (à l'état sain) qui sont ensuite testés à nouveau après traitement thermique. Cette procédure a pu être appliquée pour la majeure partie des essais. Cependant, pour les essais de compression uniaxiale, des échantillons différents ont été pris pour chaque niveau de température car ces essais mènent à l'endommagement et à la rupture du matériau.

Enfin, la conception d'un dispositif de mesure de la perméabilité sous températures élevées (200°C) est présentée. L'aspect technique de la mise au point du dispositif est abordé et nous détaillerons la procédure employée ainsi que la méthode de dépouillement des essais.

II.1 Description du calcaire d'Anstrude

Le calcaire d'Anstrude est exploité comme roche ornementale à Bierry les Belles Fontaines, en Bourgogne (France). Il s'agit d'un calcaire oolitique d'âge Bathonien (étage du Jurassique moyen) qui forme une strate de 10 m d'épaisseur. L'analyse microstructurale a été réalisée en collaboration avec Béatrice Ledésert du Laboratoire Processus et Bilans des Domaines Sédimentaires (PBDS) de l'université de Lille 1. Ainsi, les études que nous avons menées comprennent la diffraction par rayons X (DRX ; Anticathode Cu) et les observations au Microscope Optique (MO) et au Microscope Electronique à Balayage (MEB).

Par ailleurs, nous avons fait réaliser des essais de porosimétrie au mercure par l'Ecole des Mines de Douai.

II.1.1 Composition minéralogique

La caractérisation de la roche par DRX, effectuée au Laboratoire PBDS, montre que la calcite est le seul minéral qui compose le calcaire d'Anstrude. En effet, seuls les pics de la calcite sont observés sur le diffractogramme présenté sur la Figure II.1.

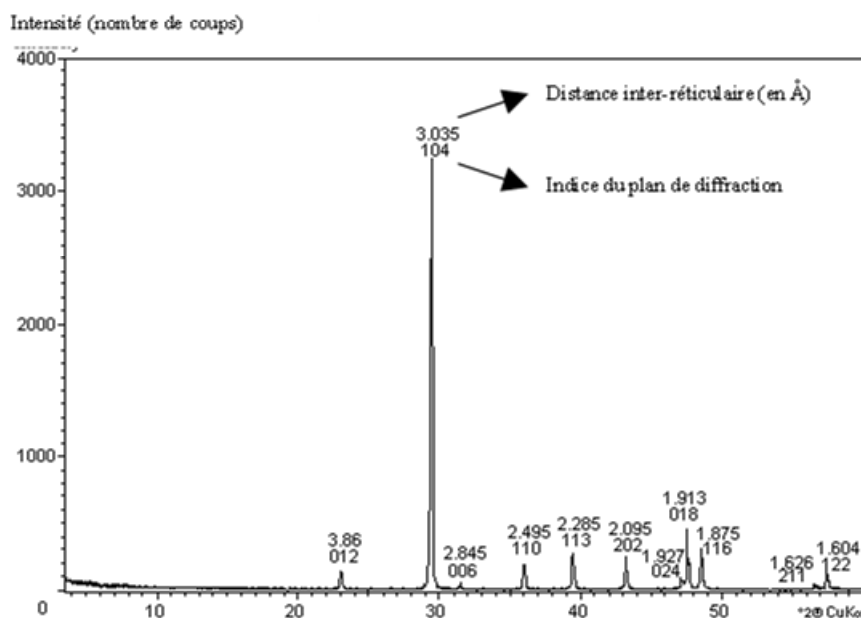


Figure II.1. Diffraction par rayons X sur le calcaire d'Anstrude : 100 % de calcite (JCPDS 05-0586).

II.1.2 Analyse microstructurale

La microstructure de la roche a été observée au MO (Olympus BX60 couplé à une caméra vidéo) et au MEB (Cambridge Stereoscan 250 MK2) au Laboratoire PBDS.

Les lames minces réalisées pour l'étude au MO ont une épaisseur de 30 μm . De la résine colorée (au bleu de méthylène) a également été utilisée afin d'imprégner les vides et de faire apparaître la porosité. La Figure II.2 donne une vue globale de la microstructure du calcaire (*i.e.* à faible grossissement). On voit que la roche est composée d'éléments plus ou moins sphériques (oolites) et de fragments fossilisés qui sont liés par un ciment calcitique. La taille des oolites varie entre 100 et 1000 μm . Le ciment est principalement constitué de plages de sparite de tailles variables (cristaux de 20 à 100 μm). Il se peut cependant que des zones de micrite assurent la cohésion des grains. D'un strict point de vue sédimentologique, la micrite forme une matrice et la sparite un ciment. Pour les besoins de cette étude, les deux seront appelés ciment, le terme matrice présentant une signification particulière en poromécanique. A cette échelle, on ne distingue pas la résine colorée qui imprègne les vides. Ceci montre que la roche ne présente pas de vides entre les oolites et la sparite.

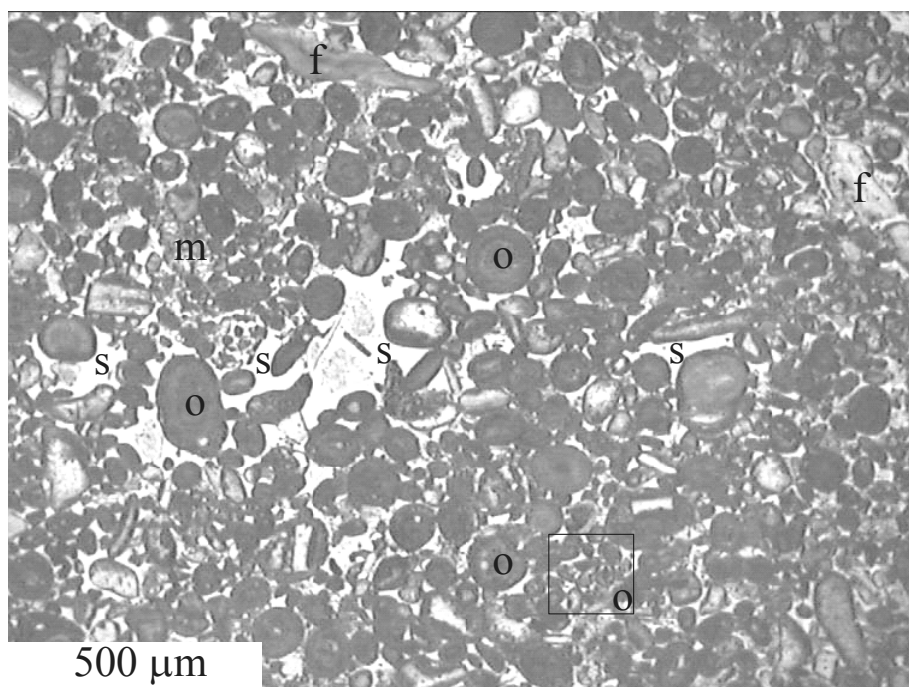


Figure II.2. Microstructure du calcaire d'Anstrude (O: oolite, f: fragment d'organisme fossilisé, S: sparite, m: micrite ; la fenêtre montre une zone de concentration d'oolites de petites tailles).

La Figure II.3 illustre la microstructure de la roche à plus fort grossissement. Elle présente les différents constituants du matériau : les oolites et le ciment calcitique (sparite et micrite). On observe le développement de clivages au sein de la sparite. On remarque également que la résine colorée se trouve à l'intérieur des oolites ainsi que dans la zone de ciment micritique. Cela montre que les vides se trouvent principalement au sein des oolites. La porosité connectée dépend alors de la structure des oolites (Figure II.4). Notons également que la continuité de l'espace poreux connecté est assurée par le fait que les oolites sont en contact les unes avec les autres [Lion et *al.* 2004a].

Les études au MEB se font sur des fragments de roche qui sont métallisés à l'or de manière à assurer la conductivité électrique. Concernant la structure même des oolites, les images au MEB permettent de montrer qu'elles sont composées de micrite (Figure II.5) et que c'est à l'échelle des grains de micrite que l'on peut visualiser la porosité intergranulaire (Figure II.6).

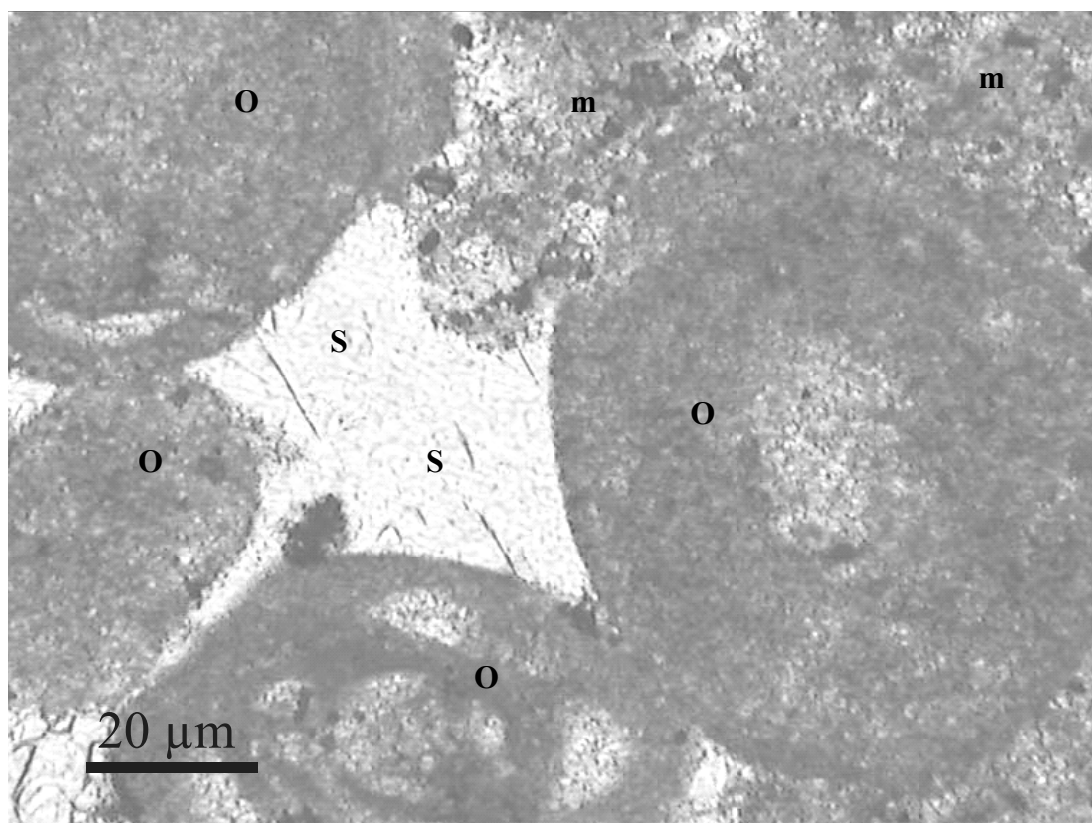


Figure II.3. Localisation des vides dans les oolites à l'aide de la résine colorée (O: oolite, m: micrite, S: sparite).

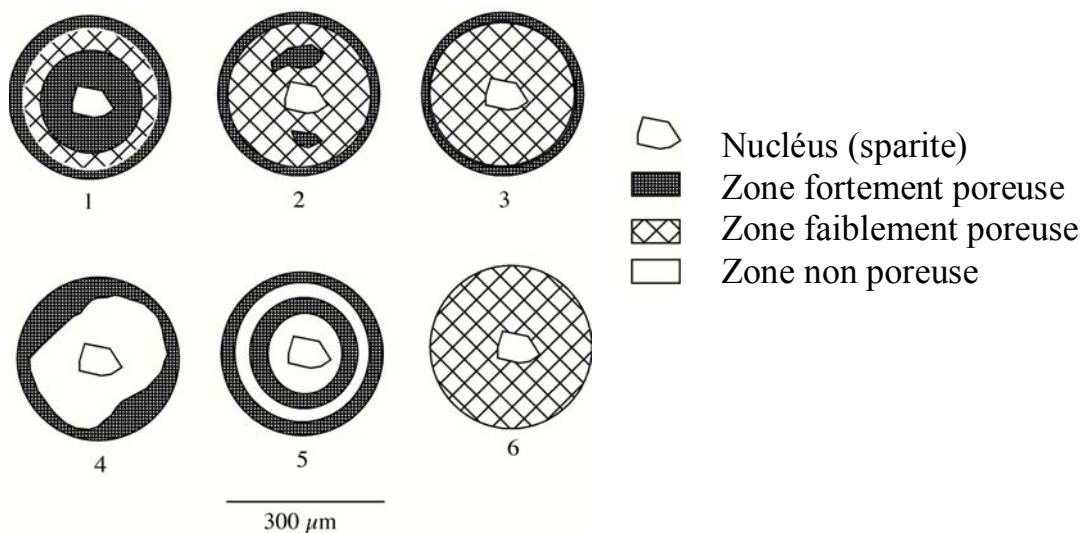


Figure II.4. Distribution de la porosité au sein des oolites [Lion et *al.* 2004a]. Les cas 5 et 6 n'ont été que très rarement observés.

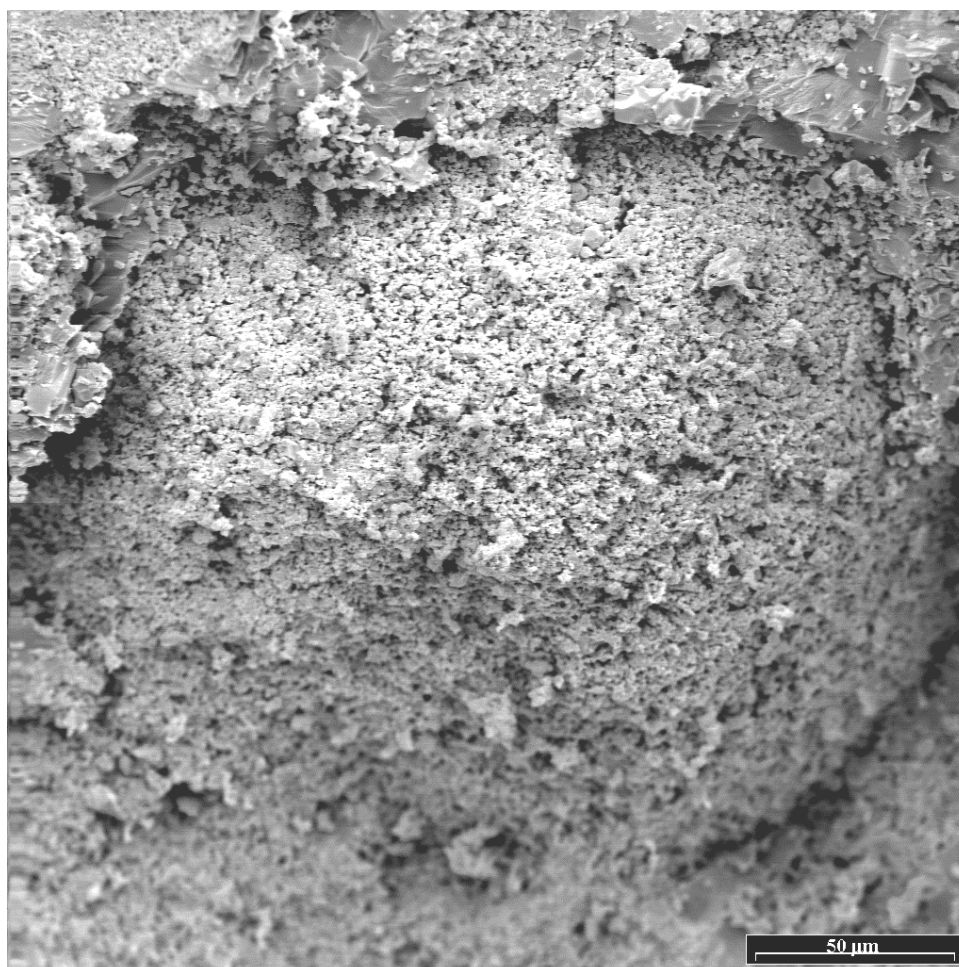


Figure II.5. Vue d'ensemble d'une oolite.

La Figure II.6 montre que la micrite qui compose les oolites est formée de grains de calcite de taille inférieure à 5 μm . De même, la porosité intergranulaire apparaît très fine. Notons également que c'est à cette échelle que l'on retrouve la schématisation des milieux poreux (*i.e.* superposition de l'espace des vides connectés et de la matrice rocheuse, voir chapitre I).

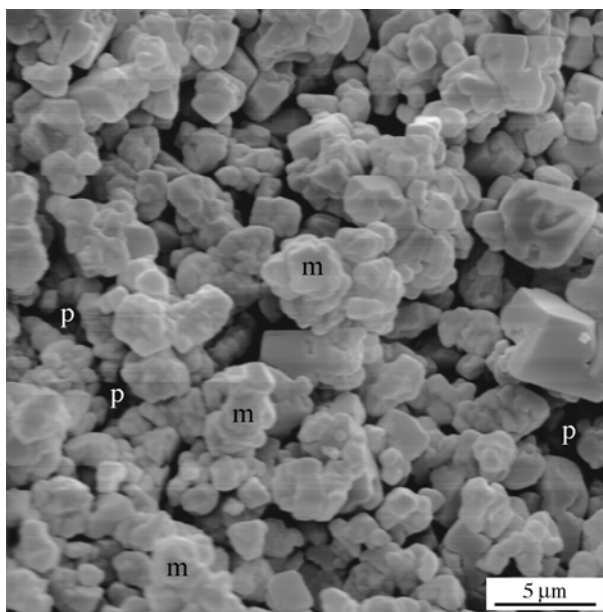


Figure II.6. Constitution des oolites (m: grains de micrite, p: porosité intergranulaire).

La microstructure de la roche apparaît homogène. Seules des hétérogénéités à l'échelle millimétrique peuvent être rencontrées (concentration d'oolites, de micrite ou de sparite). De plus, les observations au MO sur des lames minces coupées aléatoirement par rapport à la stratification montrent que la structure de la roche est isotrope, ce qui laisse présumer de l'isotropie mécanique du matériau.

II.1.3 Distribution porosimétrique

Des mesures au porosimètre à mercure (Autopore IV 9500 V1.03) ont été réalisées par l'Ecole des Mines de Douai. Le principe de la mesure consiste à injecter du mercure dans un échantillon où l'on a préalablement fait le vide. Le milieu poreux est alors assimilé à un réseau de capillaires dont le rayon moyen est déterminé par la formule de Jurin :

$$p_c = \frac{2t_s \cos \theta}{r}, \quad (\text{II.1})$$

où p_c est la pression capillaire, t_s la tension superficielle, θ l'angle de mouillabilité et r le rayon moyen des capillaires.

La distribution porosimétrique du calcaire d'Anstrude, exprimée en fonction du diamètre moyen des pores, est présentée sur la Figure II.7.

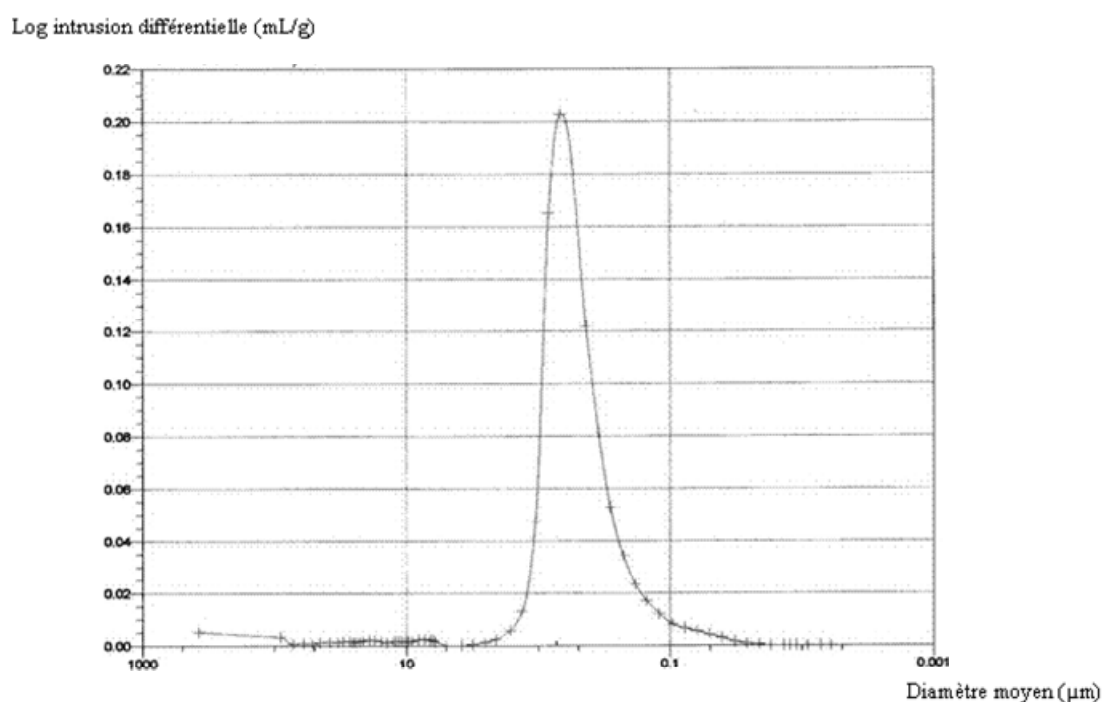


Figure II.7. Distribution porosimétrique du calcaire d'Anstrude.

La Figure II.7 montre que le calcaire d'Anstrude ne possède qu'une seule famille de pores qui a un diamètre moyen de 0,4 μm . La porosité de cette roche est très fine et correspond à la porosité située au sein de la micrite (voir Figure II.6). Ceci confirme donc les observations microscopiques (*i.e.* finesse de la porosité et absence de vides entre les plages de sparite et les oolites). La quantité totale des vides connectés mesurée par porosimétrie au mercure est estimée à environ 22 %. Néanmoins, par la suite, la valeur globale de la porosité connectée sera déterminée par immersion sous vide.

II.2 Préparation des échantillons

La totalité des essais mécaniques, hydrauliques et poromécaniques est réalisée sur des échantillons cylindriques de 37 mm de diamètre et d'élancement voisin de 2 (Figure II.8). Seules les mesures de porosité se font avec des rondelles de porosimétrie de 37 mm de diamètre et de hauteur comprise entre 10 et 20 mm. Le matériau se présentant sous forme de blocs cubiques, il a été tout d'abord nécessaire de prélever des carottes de 37 mm de diamètre. Les carottes sont ensuite tronçonnées puis rectifiées afin d'obtenir le parallélisme des surfaces. Les échantillons ainsi préparés sont ensuite placés dans une étuve à 60°C de manière à évacuer l'eau se trouvant dans les pores du matériau. Les essais de compressions uniaxiale et hydrostatique nécessitent la mise en place de jauges de déformations. Au préalable, il faut surfacer les zones où seront collées les jauges afin d'éliminer les défauts de surface et les aspérités. Une résine spéciale (PC-12 Kyowa) est utilisée pour imprégner la surface périphérique des échantillons. Les jauges de déformations (Strain Gage Cement, KFG-10-120-C1-11 Kyowa) sont ensuite collées à l'aide d'une colle instantanée (Strain Gage Cement CC-33 Kyowa). Celles-ci sont collées au centre des échantillons avec un espacement de 90° les unes des autres. Sur chaque échantillon, quatre jauges sont collées (deux jauges longitudinales et deux jauges transversales). Une fois les jauges collées, le câblage doit être effectué de manière à faire le lien entre les jauges et la chaîne d'acquisition. Pour finir, on applique un vernis (M Coat A Vishay-Micromesures) dans le but de protéger l'instrumentation des échantillons (c'est-à-dire les jauges, les câbles et les soudures).

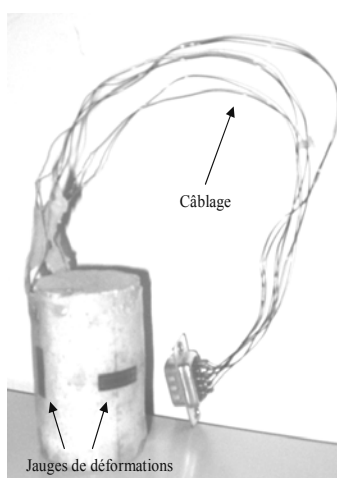


Figure II.8. Echantillon instrumenté.

II.3 Méthodes de mesures de la porosité et de la perméabilité

II.3.1 Mesure de la porosité

La porosité connectée totale est mesurée par immersion sous vide. La méthode consiste à faire pénétrer au sein de l'espace poreux un fluide de saturation dont les propriétés physiques sont connues. Les échantillons utilisés pour ces mesures sont des rondelles de 37 mm de diamètre et de hauteur comprise entre 10 et 20 mm. Au préalable, le matériau doit être sec. Pour ce faire, les échantillons sont séchés dans une étuve à 60°C jusqu'à l'obtention du poids constant (masse sèche m_{sec}). Ensuite, ils sont immergés dans le fluide de saturation. Dans notre cas, l'éthanol a été utilisé afin d'éviter toute dissolution. Le vide est appliqué jusqu'à ce que la masse saturée des échantillons soit constante (masse saturée m_{sat}). La porosité peut alors être déterminée :

$$\phi = \frac{m_{\text{sat}} - m_{\text{sec}}}{\rho V}, \quad (\text{II.2})$$

où ρ est la masse volumique du fluide de saturation et V le volume apparent du matériau.

II.3.2 Mesure de la perméabilité intrinsèque par injection d'éthanol en régime permanent

Les mesures de perméabilité sont réalisées sur des échantillons cylindriques de 37 mm de diamètre et d'élancement voisin de 2. L'échantillon est monté dans une cellule hydrostatique de capacité de 60 MPa (Figure II.9). La cellule hydrostatique comprend une embase inférieure, une embase supérieure, un fût et une tige de drainage. L'échantillon est placé sur l'embase inférieure. La protection et l'étanchéité de l'échantillon sont assurées par une couche de silicone préalablement déposée sur sa périphérie et par une jaquette en Viton (Figure II.10). Une huile hydraulique (HF95Y Enerpac) est utilisée comme fluide de confinement et la pression de confinement est appliquée à l'aide d'une pompe manuelle

Enerpac. Un manomètre est disposé à l'embase inférieure de la cellule afin de lire la pression de confinement.

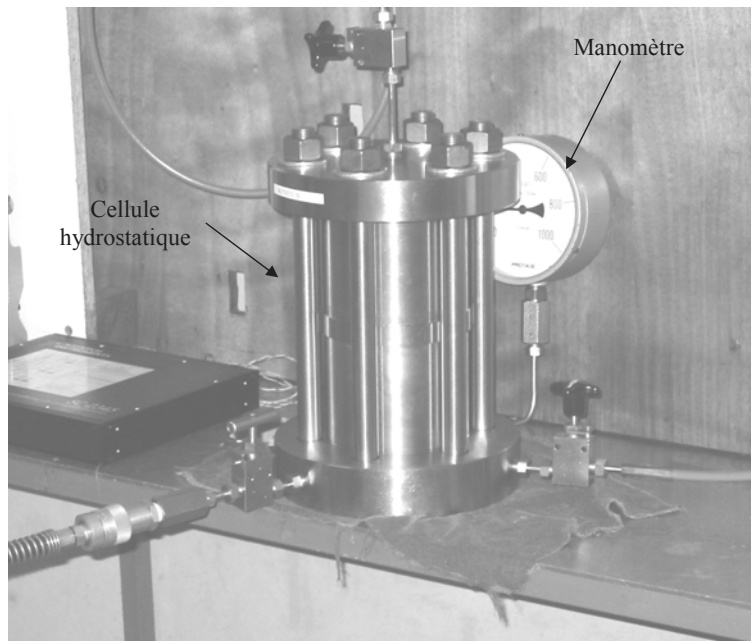


Figure II.9. Cellule hydrostatique.

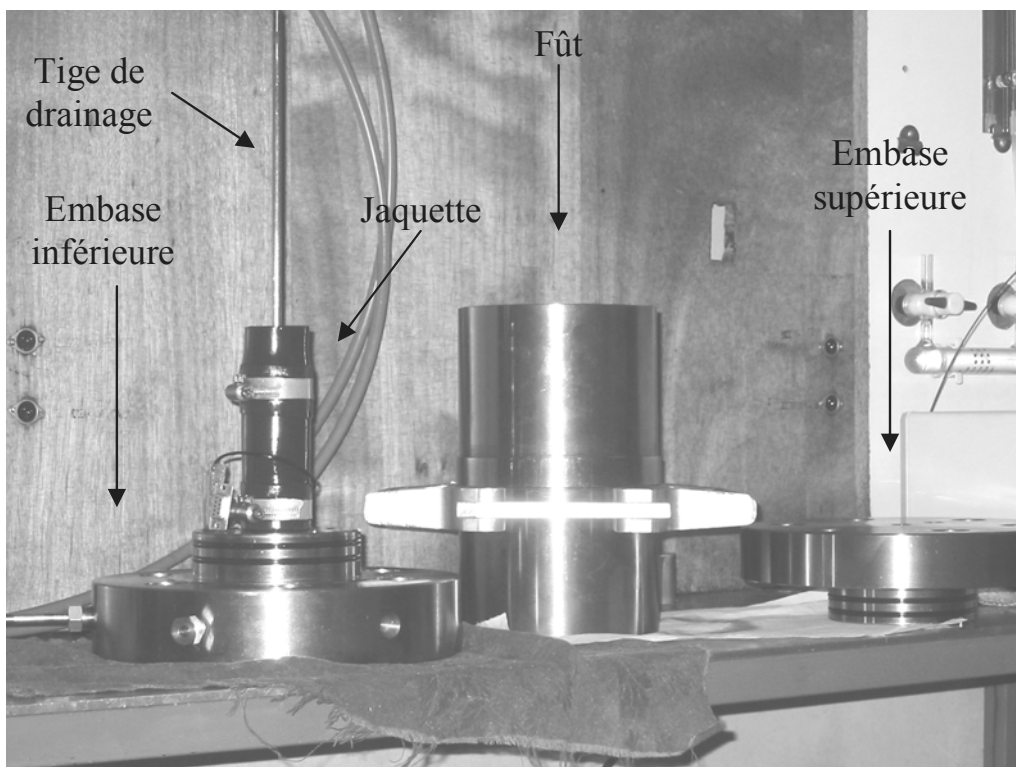


Figure II.10. Montage d'un échantillon dans la cellule.

A une extrémité de l'échantillon, on injecte de l'éthanol à pression constante ($P_i = 1,5$ MPa) tandis que l'autre extrémité est à pression atmosphérique P_a . Des capillaires calibrés de 3 mm de diamètre permettent de mesurer le volume injecté en fonction du temps (Figure II.11).

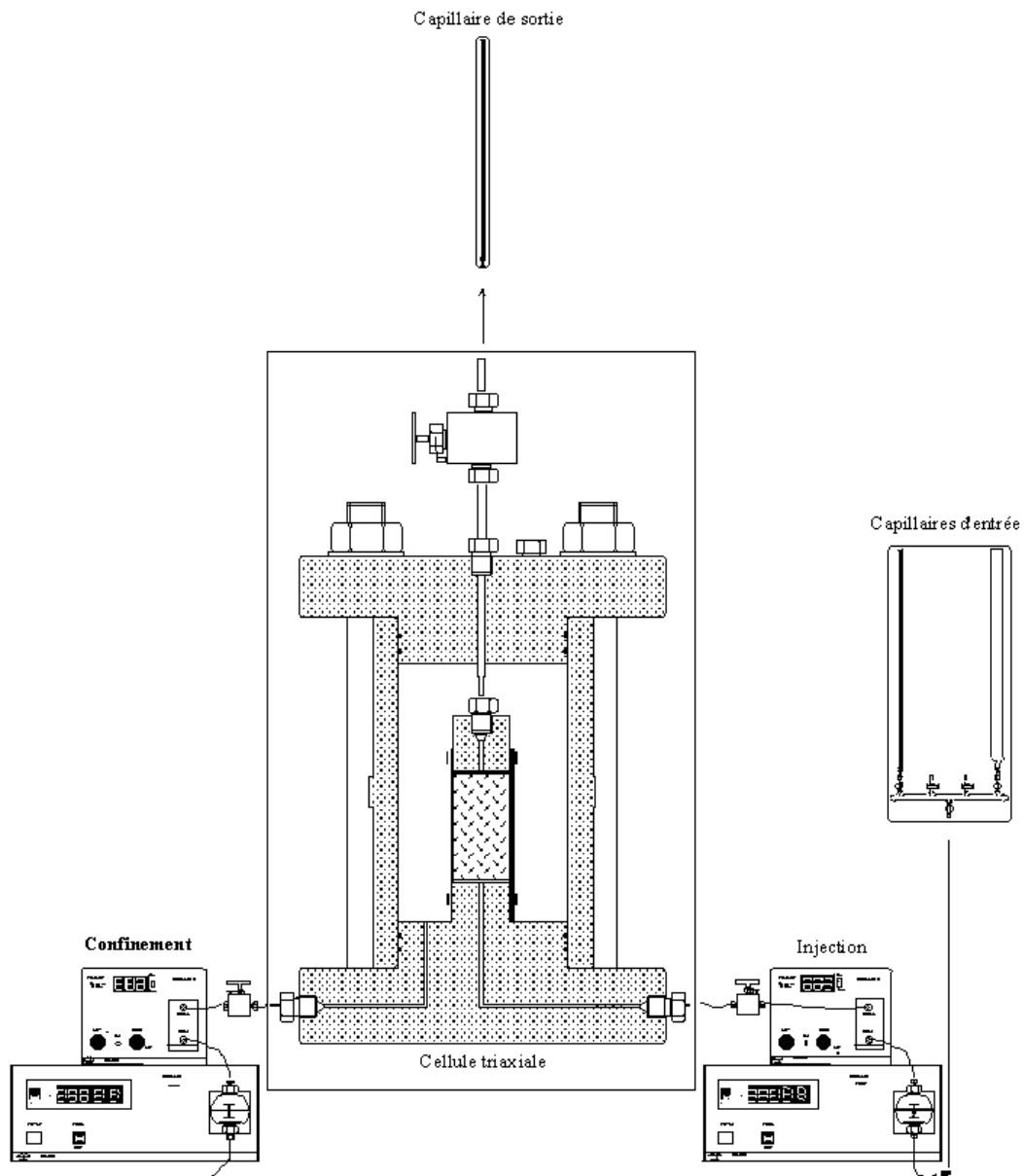


Figure II.11. Dispositif de mesure de la perméabilité en régime permanent [Meziani 1995].

Le développement de la loi de Darcy aboutit à la relation suivante pour le calcul de la perméabilité intrinsèque :

$$k = \frac{\eta Q h}{A(P_i - P_a)}, \quad (\text{II.3})$$

où A et h sont respectivement la surface et la hauteur de l'échantillon, Q le débit volumique et η la viscosité du fluide de percolation.

Cette relation est applicable dès lors que le régime permanent est établi au sein de l'échantillon.

II.3.3 Mesure de la perméabilité apparente par Pulse-Test

Les mesures de perméabilité apparente sont effectuées en utilisant de l'argon comme fluide de saturation. La disposition des échantillons est la même que dans le cas précédent (*i.e.* montage d'un échantillon cylindrique dans une cellule hydrostatique). Le dispositif du Pulse-Test est schématisé sur la Figure II.12.

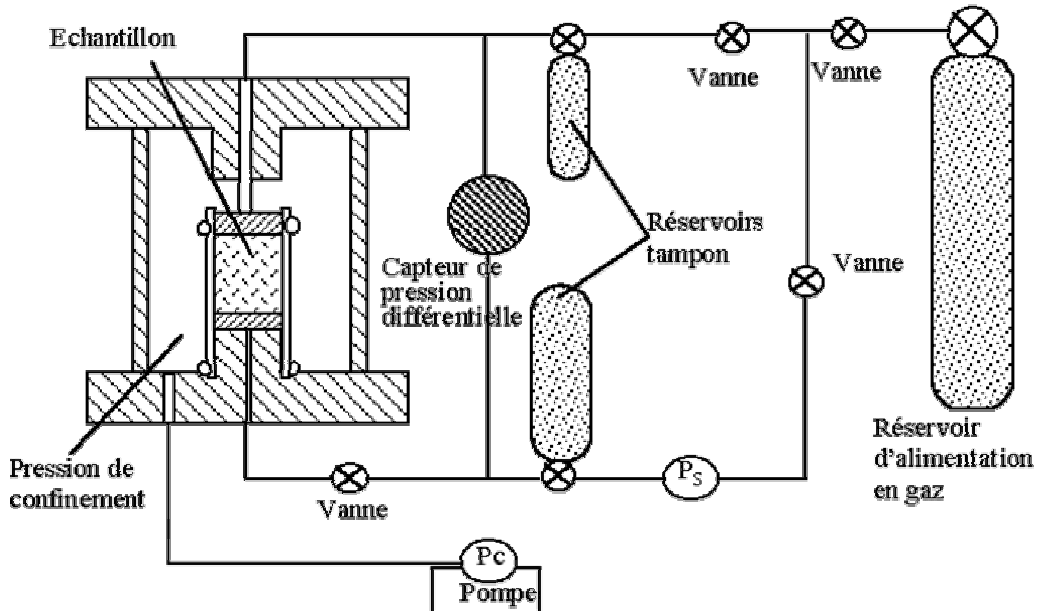


Figure II.12. Dispositif expérimental du Pulse-Test.

Une pression statique de gaz P_S est appliquée aux deux extrémités de l'échantillon, permettant ainsi d'avoir une pression interstitielle homogène au sein de l'échantillon. Ensuite, une surpression initiale ΔP_i de 0,05 MPa est appliquée à une seule extrémité et l'on mesure la dissipation de cette surpression en fonction du temps à l'aide d'un capteur de pression différentielle.

L'expression simplifiée de l'évolution de la pression différentielle en fonction du temps $\Delta P(t)$ suit une loi exponentielle [Brace et al. 1968 ; Dana et al. 1999] :

$$\Delta P(t) = \Delta P_i e^{-ct}, \quad (\text{II.4})$$

où c est défini par :

$$c = \frac{k_a A}{\eta h} \left(\frac{1}{V_1} + \frac{1}{V_2} \right) P_f, \quad (\text{II.5})$$

où V_1 et V_2 sont les volumes des réservoirs tampon et P_f la pression de gaz finale.

La perméabilité apparente est alors calculée à partir de la relation (II.5) après la détermination du coefficient c . Afin de caractériser l'effet Klinkenberg et en déduire la perméabilité intrinsèque, les mesures de perméabilité apparente ont été réalisées à 3 pressions statiques différentes : 0,7 MPa ; 1,4 MPa et 2 MPa.

Des exemples de courbes expérimentales montrant l'évolution de la pression différentielle en fonction du temps sont présentés sur la Figure II.13. Sur cette figure sont présentés les résultats obtenus pour les 3 pressions statiques de gaz différentes. Pour chaque pression statique de gaz, la courbe d'évolution de la pression différentielle suit une loi exponentielle, on peut donc en déduire les valeurs du paramètre c puis les valeurs de la perméabilité apparente.

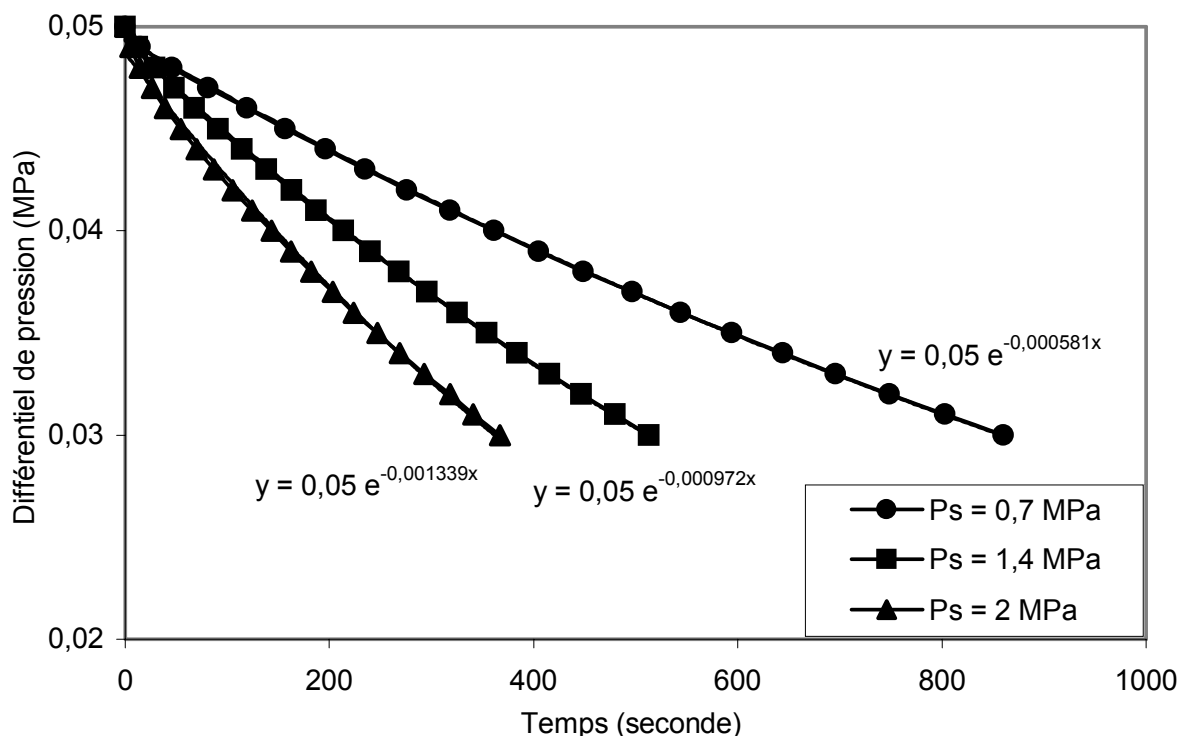


Figure II.13. Essais Pulse-Test sur le calcaire d'Anstrude pour 3 pressions statiques différentes (la pression de confinement est fixée à 4 MPa).

II.4 Méthodes de mesures des propriétés élastiques

Les propriétés élastiques du matériau sont déterminées par des essais de compression uniaxiale et par des essais de compression hydrostatique. Les échantillons testés sont des échantillons cylindriques de 37 mm de diamètre et d'élancement voisin de 2. Ces essais sont menés sur des échantillons sans fluide saturant. Ils représentent donc la caractérisation du comportement du squelette du matériau à l'état sec.

Sur chaque échantillon, 4 jauges de déformations ont été collées (2 longitudinales et 2 transversales) espacées de 90° les unes des autres. Les essais de compression uniaxiale ont été menés de manière cyclique sur une Presse Instron de capacité 500 kN en utilisant un dispositif rotulé de manière à atténuer les défauts de parallélisme (Figure II.14). Les essais de compression hydrostatique ont été conduits de manière monotone à partir d'une cellule hydrostatique de capacité 60 MPa.

Les cycles de charge-décharge effectués durant les essais de compression uniaxiale permettent d'analyser l'évolution progressive de la fissuration mécanique induite. Au total, 5 cycles de charge-décharge ont été effectués à environ 10, 20, 30, 35 et 40 MPa de contrainte axiale.

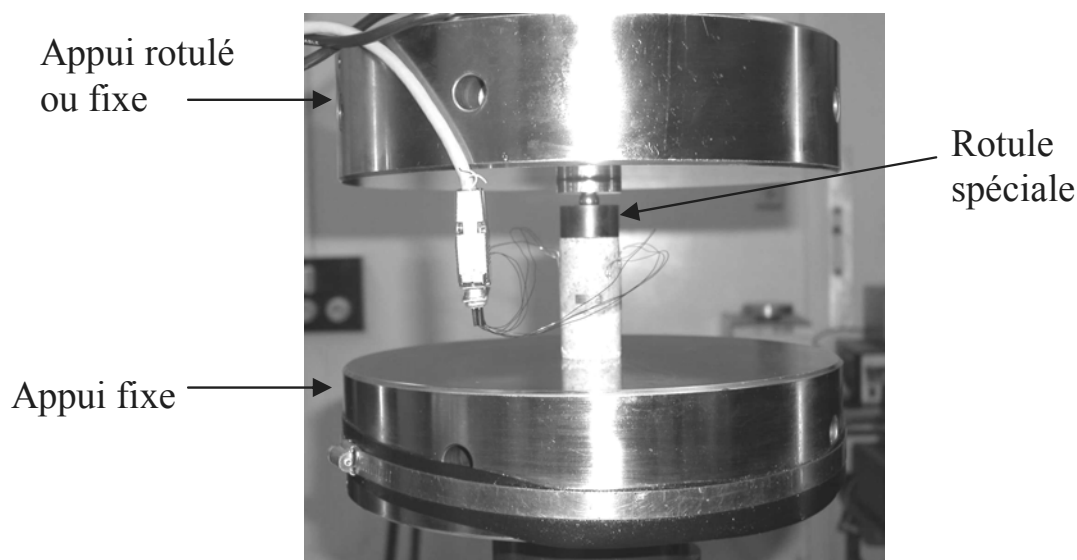


Figure II.14. Essai de compression uniaxiale avec le dispositif rotulé [Yurtdas 2003].

Pour chaque cycle de charge-décharge, les modules sécants sont mesurés suivant les boucles d'hystérésis (Figure II.15). Le module d'Young et le coefficient de Poisson sont alors déterminés par :

$$E = \frac{\Delta\sigma_1}{\Delta\varepsilon_1}, \quad (\text{II.6})$$

$$\nu = -\frac{\Delta\varepsilon_3}{\Delta\varepsilon_1}, \quad (\text{II.7})$$

où σ_1 est la contrainte axiale, ε_1 et ε_3 sont respectivement les déformations axiale et transversale.

Les propriétés mécaniques sont donc déterminées pour chaque cycle de charge/décharge. Ainsi, celles qui sont calculées dans la phase linéaire élastique désignent alors les propriétés élastiques du matériau. Pour le calcaire d'Anstrude, le comportement de la

roche est linéaire dès le second cycle de charge/décharge (voir Figure II.15). Les valeurs du module d'Young et du coefficient de Poisson mesurées au second cycle de charge/décharge déterminent donc les propriétés élastiques de la roche.

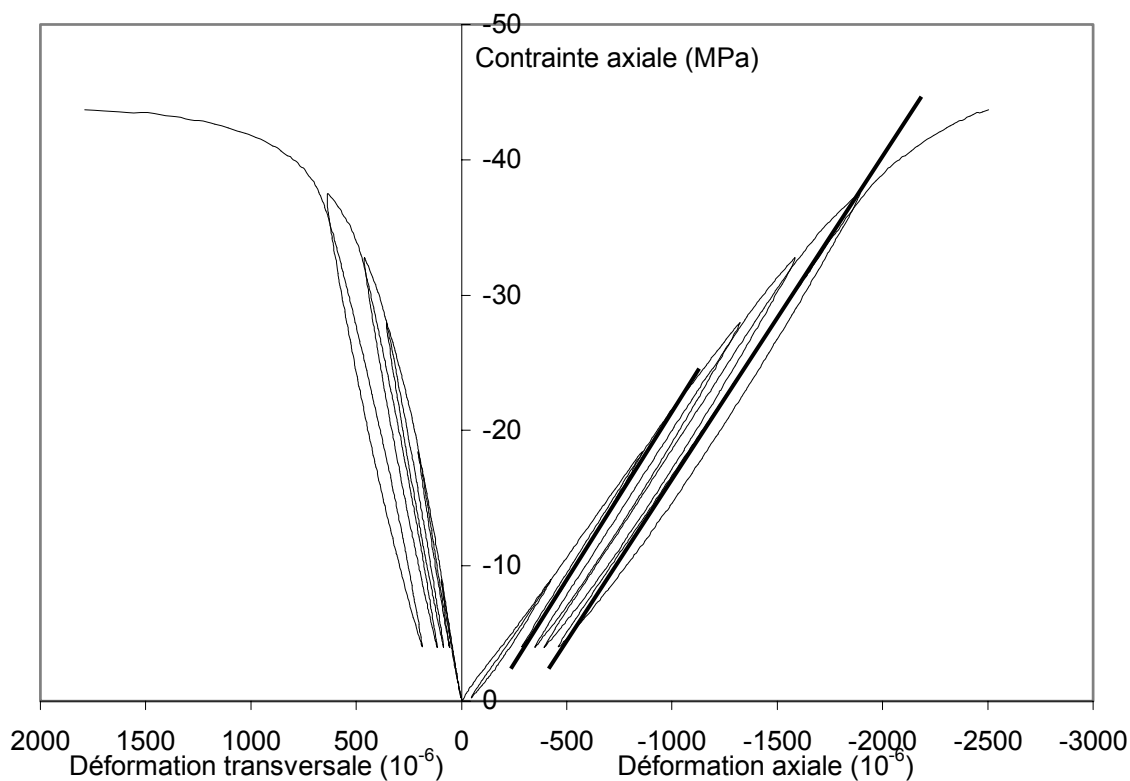


Figure II.15. Essai de compression uniaxiale cyclique sur le calcaire d'Anstrude.
Détermination des modules sécants suivant les cycles de charge-décharge.

Pour les essais de compression hydrostatique, le module d'incompressibilité K est déterminé par la pente de la courbe contraintes/déformations dans la phase linéaire (Figure II.16).

Il est déterminé par :

$$K = \frac{\Delta\sigma_h}{\Delta\varepsilon_v}, \quad (\text{II.8})$$

où σ_h est la contrainte hydrostatique et ε_v est la déformation volumique du squelette.

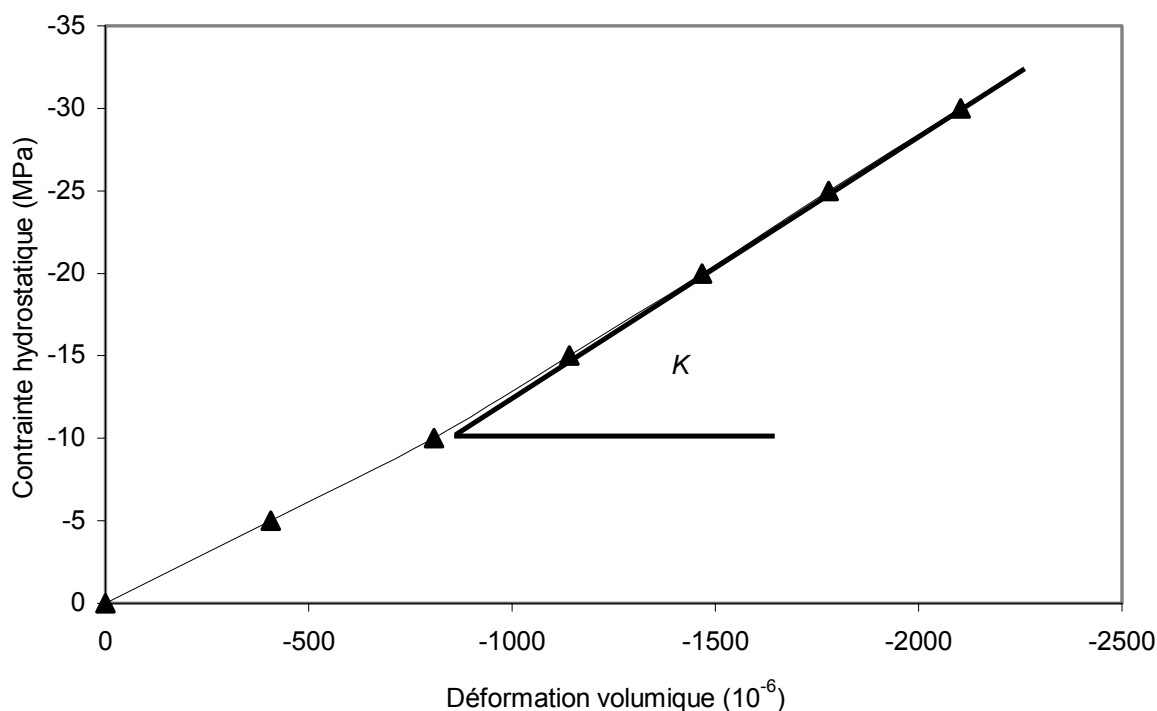


Figure II.16. Essai de compression hydrostatique sur le calcaire d'Anstrude. Détermination du module d'incompressibilité.

II.5 Méthodes de mesures des propriétés poroélastiques

La détermination des propriétés poroélastiques est effectuée à partir d'essais de compression hydrostatique. Une cellule hydrostatique classique a été utilisée. Quatre jauges de déformations ont été collées sur les échantillons cylindriques. L'éthanol a été utilisé comme fluide interstitiel. Avant le montage dans la cellule, les échantillons sont exempts de fluide de saturation. Ils sont ensuite saturés à l'éthanol après montage de la cellule. Etant donné que dans la plupart des essais poromécaniques, le fluide interstitiel est sous pression (P_I), la pression de confinement initiale (au démarrage de l'essai) n'est pas nulle. Pour tous les essais, la pression de confinement initiale a été $\sigma_h = 5$ MPa. La pression interstitielle initiale était soit $P_I = 0$ MPa soit $P_I = 1,5$ MPa selon la nature des essais réalisés.

Les propriétés mesurées sont le module d'incompressibilité drainé, le module d'incompressibilité non drainé, le module d'incompressibilité de la matrice, le coefficient de

Skempton, le coefficient de Biot et le module de Biot. Certains résultats expérimentaux peuvent être comparés à des valeurs théoriques déduites de la poroélasticité linéaire isotrope. C'est la raison pour laquelle nous présentons à la fois les méthodes de détermination expérimentale des propriétés et les calculs théoriques qui servent d'éléments comparatifs.

II.5.1 Détermination des modules d'incompressibilité

Les conditions expérimentales permettant la détermination des modules d'incompressibilité sont données sur la Figure II.17.

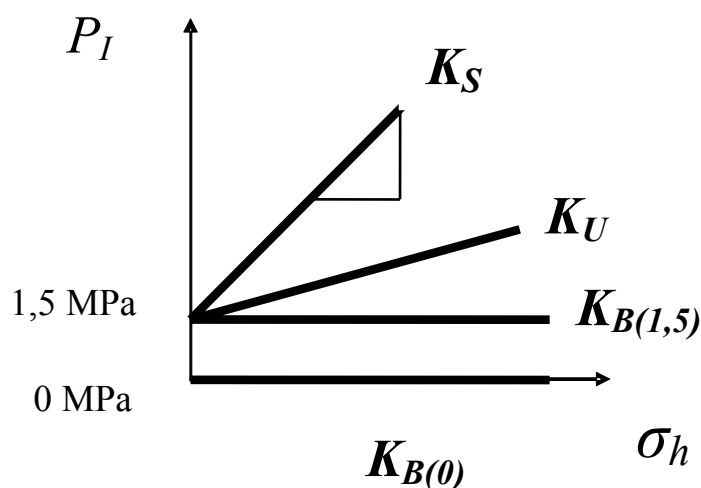


Figure II.17. Conditions expérimentales liées à la détermination des modules d'incompressibilité.

Les modules d'incompressibilité sont déterminés à partir des essais suivants :

- **Essai de compression hydrostatique drainé** : le fluide interstitiel reste à pression constante durant l'essai. Dans notre cas, nous avons opté pour deux types d'essais qui consistent à maintenir la pression interstitielle à deux valeurs différentes : $P_I = 0$ MPa et $P_I = 1,5$ MPa. Il en résulte donc la détermination de deux modules d'incompressibilité drainé $K_{B(0)}$ et $K_{B(1,5)}$. Ils sont calculés de la manière suivante :

$$K_B = \frac{\Delta\sigma_h}{\Delta\varepsilon_V^B}, \quad (\text{II.9})$$

où ε_V^B est la déformation volumique du squelette dans le cas drainé (avec $P_I = 0$ MPa ou $P_I = 1,5$ MPa).

- **Essai de compression hydrostatique non drainé :** la pression interstitielle est initialement fixée à 1,5 MPa et la pression de confinement à 5 MPa. Le fluide saturant ne peut s'échapper de l'échantillon et la pression interstitielle subit une augmentation consécutive à l'augmentation de la pression de confinement. Le module d'incompressibilité non drainé K_U est alors calculé comme suit :

$$K_U = \frac{\Delta\sigma_h}{\Delta\varepsilon_V^U}, \quad (\text{II.10})$$

où ε_V^U est la déformation volumique du squelette dans le cas non drainé.

- **Essai de compressibilité mixte :** la pression interstitielle est initialement fixée à 1,5 MPa et la pression de confinement à 5 MPa. Le principe de l'essai consiste en une incrémentation égale de la pression de confinement et de la pression interstitielle ($\Delta\sigma_h = \Delta P_I$) de manière à ne solliciter que la matrice solide. Le module d'incompressibilité de la matrice solide K_S est déterminé par :

$$K_S = \frac{\Delta\sigma_h}{\Delta\varepsilon_V^S}, \quad (\text{II.11})$$

où ε_V^S est la déformation volumique de la matrice solide.

La Figure II.18 illustre le comportement du squelette du calcaire d'Anstrude dans les cas drainé et non drainé. On remarque que la déformation du squelette dans le cas drainé est indépendante de la pression du fluide interstitiel. On remarque également la « rigidification » du matériau dans le cas non drainé consécutivement aux surpressions interstitielles engendrées. La Figure II.19 illustre le comportement de la matrice solide.

Les modules d'incompressibilité drainé, non drainé et de la matrice solide sont déterminés dans les phases linéaires des courbes contraintes/déformations.

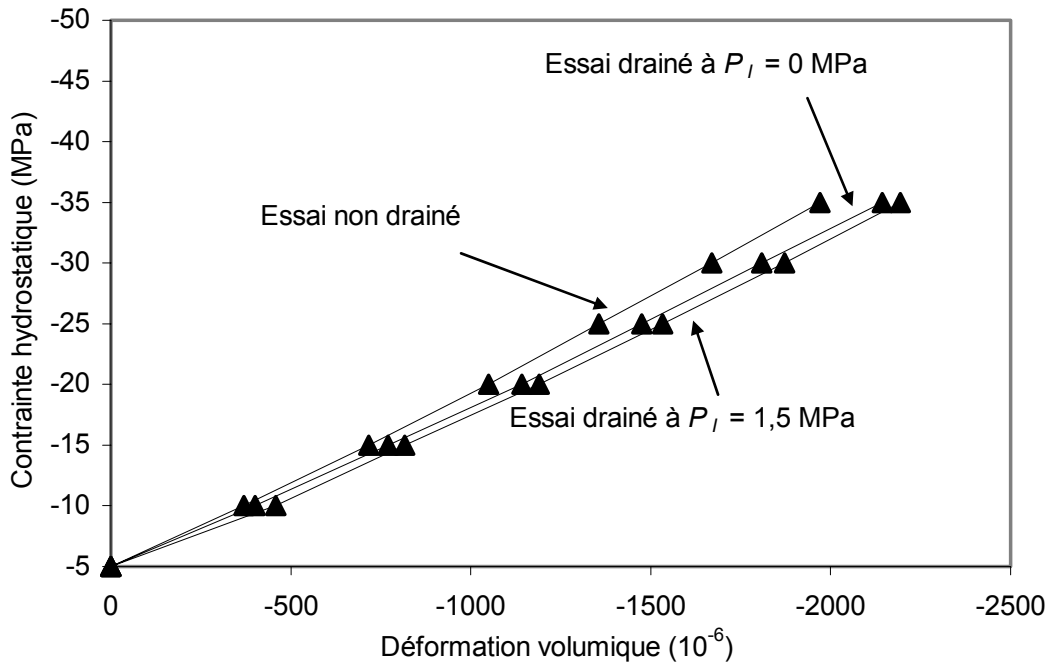


Figure II.18. Essais de compression hydrostatique drainé et non drainé sur le calcaire d'Anstrude. Détermination des modules d'incompressibilité du squelette.

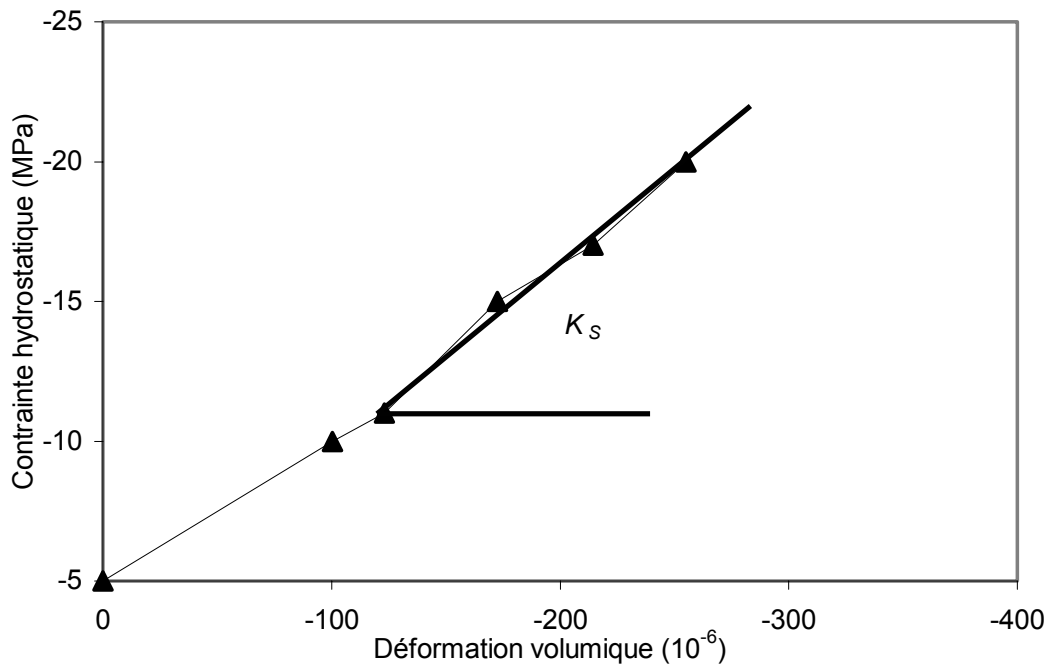


Figure II.19. Essai de compressibilité mixte sur le calcaire d'Anstrude. Détermination du module d'incompressibilité de la matrice solide.

II.5.2 Détermination du coefficient de Skempton

Le coefficient de Skempton traduit l'augmentation de la pression interstitielle relativement à la contrainte hydrostatique appliquée. Il est déterminé expérimentalement par l'essai de compression hydrostatique non drainé :

$$B_{\text{exp}} = -\frac{\Delta P_I}{\Delta \sigma_h} \quad (\text{II.12})$$

Un exemple de courbe expérimentale est présenté sur la Figure II.20. La variation des surpressions interstitielles en fonction de la contrainte hydrostatique appliquée est linéaire, la pente de cette courbe donne le coefficient de Skempton.

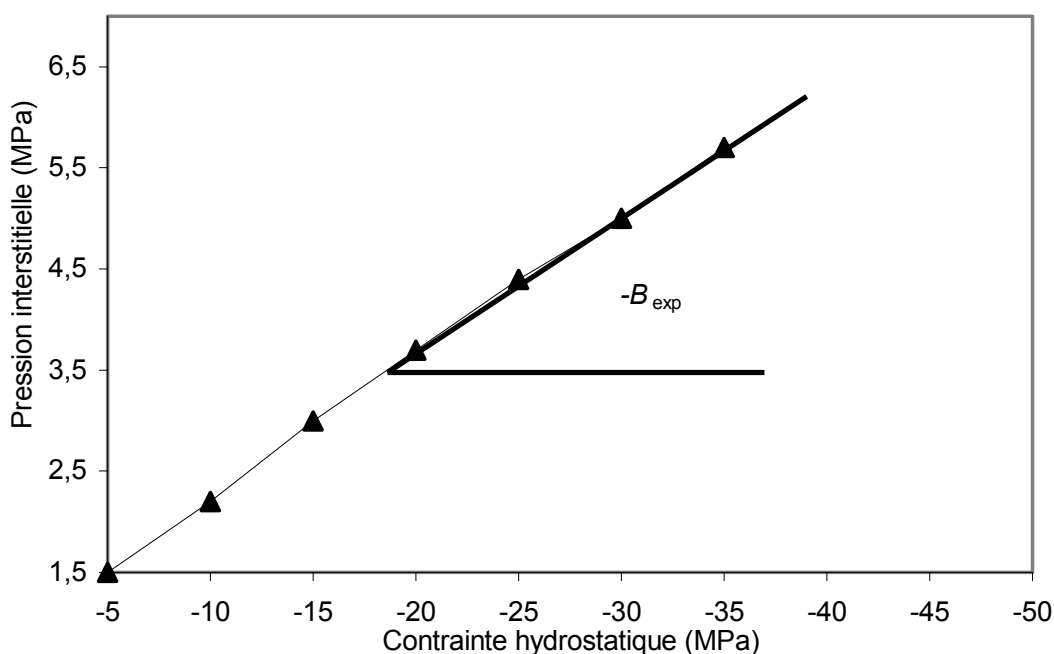


Figure II.20. Essai de compression hydrostatique non drainé. Détermination du coefficient de Skempton.

La valeur mesurée expérimentalement (B_{exp}) peut être comparée à la valeur théorique (B_{theo}) déterminée à partir de la relation de Skempton :

$$B_{\text{theo}} = \frac{\frac{1}{K_B} - \frac{1}{K_S}}{\phi \left(\frac{1}{K_{fl}} - \frac{1}{K_S} \right) + \left(\frac{1}{K_B} - \frac{1}{K_S} \right)}. \quad (\text{II.13})$$

Cette relation peut être utilisée avec les paramètres qui ont été préalablement mesurés expérimentalement (porosité, modules d'incompressibilité). Notons qu'à chaque fois que le module d'incompressibilité drainé intervient dans le calcul des valeurs théoriques, nous prenons les valeurs de $K_{B(1,5)}$.

II.5.3 Détermination du coefficient de Biot

Le coefficient de Biot peut être mesuré expérimentalement à partir de l'essai de décharge en pression interstitielle. Cet essai consiste dans un premier temps à fixer la pression de confinement et la pression interstitielle (dans notre cas, nous avons $\sigma_h = 23$ MPa et $P_I = 19,5$ MPa). La pression de confinement reste constante durant l'essai contrairement à la pression interstitielle que nous faisons diminuer. Les déformations du squelette qui en résultent permettent de calculer le coefficient de Biot (Figure II.21) :

$$b_{\text{exp}} = K_B \frac{\Delta \varepsilon_V^D}{\Delta P_I}, \quad (\text{II.14})$$

où ε_V^D est la déformation volumique du squelette suite à la décharge en pression interstitielle.

Comme c'était le cas pour le calcul de la valeur théorique du coefficient de Skempton, le module d'incompressibilité drainé choisi pour mesurer le coefficient de Biot est $K_{B(1,5)}$. La détermination expérimentale du coefficient de Biot n'est pas la méthode la plus couramment utilisée. Dans notre cas, nous nous servons de cette méthode pour vérifier les résultats obtenus à partir de la relation de Biot qui est classiquement employée pour calculer le coefficient de Biot. Elle nécessite la détermination préalable du module d'incompressibilité drainé et du module d'incompressibilité de la matrice solide. La relation théorique qui permet la détermination du coefficient de Biot est la suivante :

$$b_{\text{theo}} = 1 - \frac{K_B}{K_S} \quad (\text{II.15})$$

Le coefficient de Biot, qui traduit l'influence de la rigidité de la matrice relativement à celle du squelette, peut ainsi être évalué de manière directe.

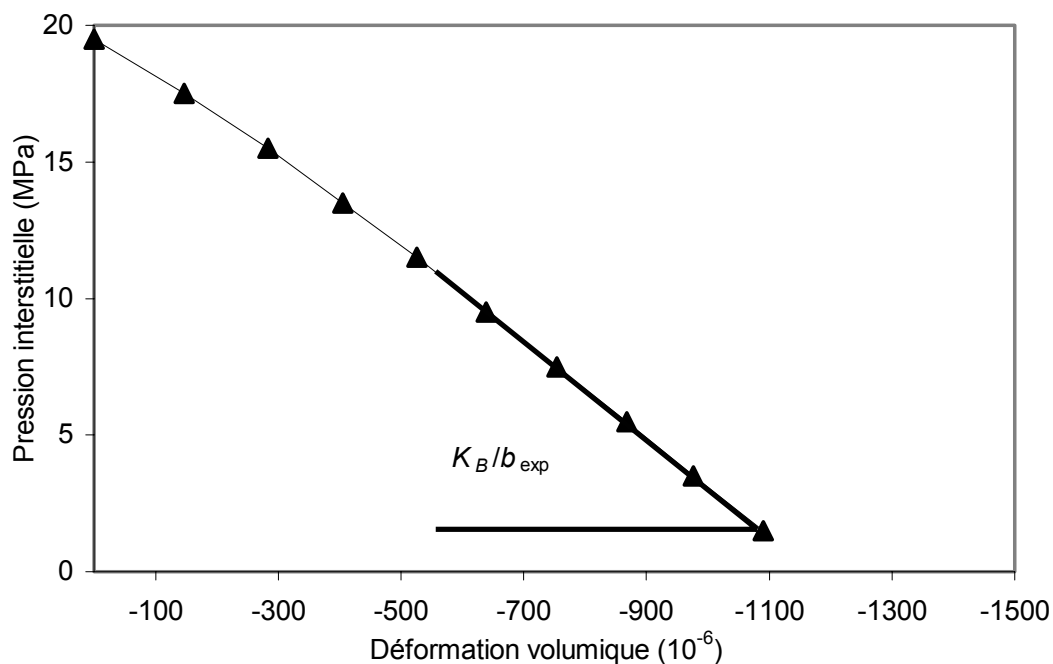


Figure II.21. Essai de décharge en pression interstitielle sur le calcaire d'Anstrude.
Détermination du coefficient de Biot.

II.5.4 Détermination du module de Biot

Le module de Biot est mesuré expérimentalement à partir de l'essai non drainé. Lorsque la déformation volumique du squelette dans le cas non drainé est exprimée en fonction des surpressions interstitielles engendrées, on obtient (Figure II.22) :

$$M_{\text{exp}} = -\frac{1}{b} \frac{\Delta P_I}{\Delta \varepsilon_V^U}, \quad (\text{II.16})$$

où ε_V^U est la déformation volumique du squelette dans le cas non drainé.

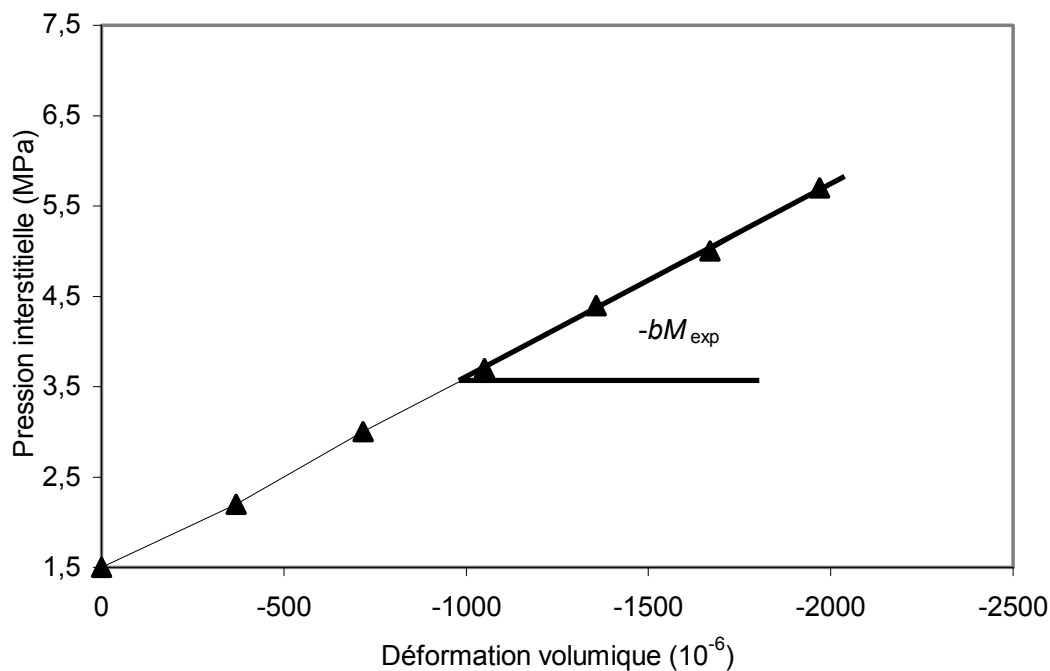


Figure II.22. Essai non drainé sur le calcaire d'Anstrude. Détermination du module de Biot.

La détermination expérimentale du module de Biot nécessite la connaissance du coefficient de Biot. Les valeurs qui ont été choisies sont celles tirées de la relation de Biot, c'est-à-dire b_{theo} .

Plusieurs relations théoriques peuvent être utilisées pour comparer les résultats expérimentaux du module de Biot. Nous avons choisi d'employer les deux relations théoriques suivantes :

$$\frac{1}{M_{\text{theo1}}} = \frac{b - \phi}{K_S} + \frac{\phi}{K_{fl}}, \quad (\text{II.17})$$

$$M_{\text{theo2}} = \frac{K_U - K_B}{b^2}. \quad (\text{II.18})$$

Pour ces calculs, nous avons utilisé les modules d'incompressibilité mesurés expérimentalement et le coefficient de Biot b_{theo} .

II.6 Propriétés physiques des fluides utilisés

Deux fluides de saturation ou de percolation ont été utilisés pour la réalisation de la campagne expérimentale. L'éthanol a été employé pour les mesures de porosité, de perméabilité et des propriétés poroélastiques. Il est donc nécessaire de connaître sa viscosité, son module d'incompressibilité et sa masse volumique. Les mesures de perméabilité au gaz étant effectuées avec de l'argon, le dépouillement des essais nécessite alors la connaissance de sa viscosité. Les propriétés physiques de l'éthanol et de l'argon sont recensées dans le Tableau II.1.

	Viscosité dynamique (Pa.s)	Module d'incompressibilité (MPa)	Masse volumique (kg/m³)
Ethanol	$1,20 \cdot 10^{-3}$	800	780
Argon	$2,26 \cdot 10^{-5}$	-	-

Tableau II.1. Propriétés physiques de l'éthanol et de l'argon à 20°C.

II.7 Séchage et traitement thermique des échantillons

La campagne expérimentale a été réalisée sur des échantillons ayant subi différentes températures de conditionnement : 60°C, 150°C et 250°C. La première valeur (60°C) correspond au séchage du matériau. Elle désigne l'état initial de référence du matériau, l'état « sain ». Nous considérons qu'aucune microfissuration n'est engendrée à ce niveau de température. De plus, nous pouvons faire abstraction d'une éventuelle microfissuration engendrée à 60°C dans la mesure où tous les échantillons subissent cette procédure initiale. En effet, même les échantillons qui doivent ensuite être traités thermiquement sont préalablement étuvés à 60°C, de manière à ce que l'eau contenue dans les pores soit évacuée. Ainsi, les traitements thermiques sont menés sur des échantillons secs. Notons par ailleurs que les cycles thermiques n'entraînent aucune perte de masse puisque le calcaire ne contient pas d'eau (dans les pores et dans sa constitution).

Les températures de 150 et 250°C caractérisent les cycles thermiques. La vitesse de montée et de descente en température doit être suffisamment faible pour considérer la température homogène au sein de l'échantillon (et donc éviter les gradients de température) et ne pas provoquer de chocs thermiques. Nous avons opté pour une procédure identique à celle utilisée par Homand [Homand 1986], à savoir une montée en température à la vitesse de 1°C/min, la stabilisation de la température de consigne durant 5h puis une descente en température à la vitesse de 1°C/min (Figure II.23). Cette procédure a pu être effectuée au moyen d'un four programmable Memmert ULP 400.

Pour résumer, les essais se sont déroulés sur :

- des échantillons sains (préalablement étuvés à 60°C),
- des échantillons traités à 150°C,
- des échantillons traités à 250°C.

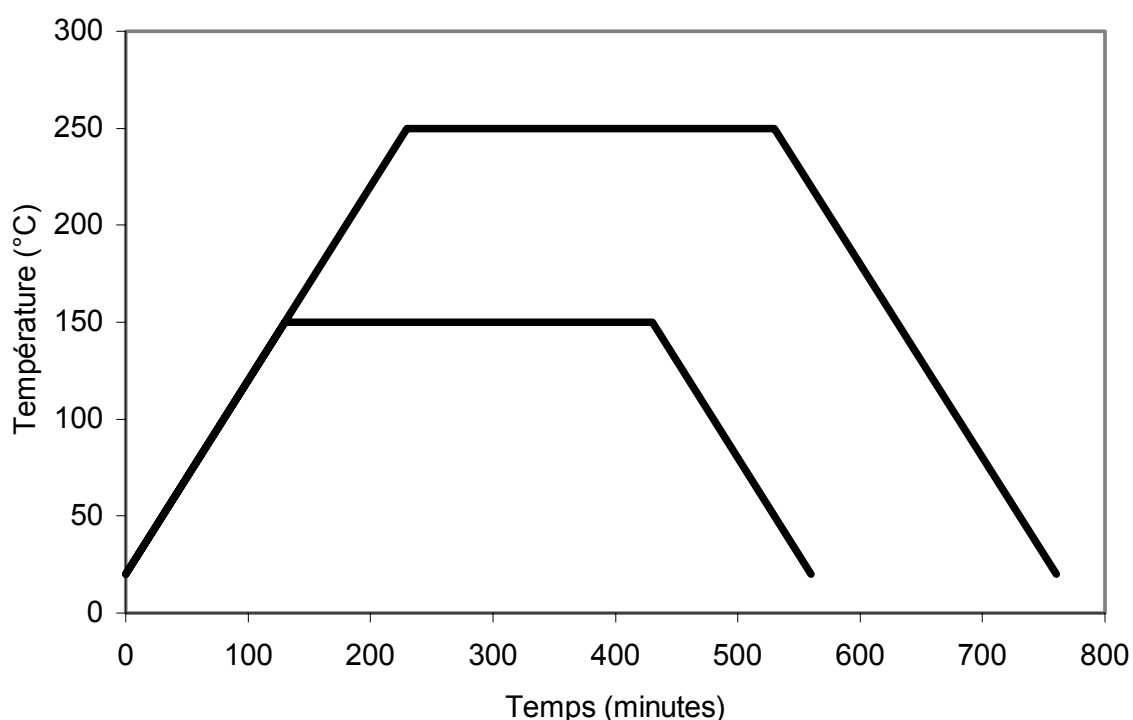


Figure II.23. Cycles thermiques à 150°C et à 250°C.

II.8 Descriptif de la campagne expérimentale

L'objectif de ce paragraphe n'est pas d'énumérer la totalité des essais réalisés mais plutôt de clarifier la procédure employée afin d'étudier l'influence des cycles thermiques sur le calcaire d'Anstrude. Le nombre d'échantillons utilisés est mentionné essentiellement pour les types d'essais qui forment la majeure partie de l'étude expérimentale. Dans certains cas, des essais complémentaires ont été réalisés ; ceci sera notifié dans le chapitre III traitant de la présentation et de l'interprétation des résultats.

Dans la mesure du possible, les essais sur les échantillons traités thermiquement ont été réalisés après que ces mêmes échantillons aient été testés à l'état sain. Cette procédure permet d'affiner l'influence réelle des cycles thermiques sur le comportement de la roche. Son application ne peut se faire que pour les essais qui ne mènent pas à la rupture ou à l'endommagement des échantillons. Ainsi, les mesures de porosité, de perméabilité, des propriétés élastiques et poroélastiques ainsi que les observations au MEB ont suivi cette procédure.

La porosité du calcaire à l'état sain a été mesurée sur 18 rondelles de porosimétrie. Ensuite, 6 rondelles ont été traitées à 150°C et 6 autres à 250°C avant de répéter sur ces échantillons les mesures de porosité. Lorsque les essais ont été terminés, différentes rondelles de porosimétrie (état sain, traité à 150°C, traité à 250°C) ont été utilisées pour les observations au MO sur lames minces (Tableau II.2). Les observations au MEB ont tout d'abord été réalisées sur des fragments de roche à l'état sain qui ont ensuite été traités thermiquement puis étudiés à nouveau.

Rondelles de porosimétrie	Mesure de la porosité à l'état sain	Mesure de la porosité après traitement à 150°C	Mesure de la porosité après traitement à 250°C	
1 à 6	oui	oui	-	Fabrication de lames minces
7 à 12	oui	-	oui	
13 à 18	oui	-	-	

Tableau II.2. Descriptif des mesures de porosité.

Les mesures de la perméabilité intrinsèque (à l'éthanol) ont été réalisées sur 6 échantillons. Les 6 échantillons ont été testés à l'état initial puis 3 d'entre eux ont été traités à 150°C et les 3 autres à 250°C (Tableau II.3). Pour ces mesures, la pression de confinement a été fixée à 4 MPa. Les mesures de la perméabilité apparente (au gaz) se sont également déroulées avec une pression de confinement égale à 4 MPa. Au total, 4 échantillons ont été testés à l'état sain puis 2 échantillons ont été traités à 150°C et les 2 autres à 250°C.

Echantillon	Mesure de la perméabilité intrinsèque à l'état sain	Mesure de la perméabilité intrinsèque après traitement à 150°C	Mesure de la perméabilité intrinsèque après traitement à 250°C
I à III	oui	oui	-
IV à VI	oui	-	oui

Tableau II.3. Descriptif des mesures de perméabilité intrinsèque.

Les mesures des propriétés poroélastiques ont également été effectuées sur 6 échantillons à l'état sain. Ensuite, 3 d'entre eux ont été traités à 150°C et 3 autres à 250°C (Tableau II.4).

Echantillon	Mesure des propriétés poroélastiques à l'état sain	Mesure des propriétés poroélastiques après traitement à 150°C	Mesure des propriétés poroélastiques après traitement à 250°C
A à C	oui	oui	-
D à F	oui	-	oui

Tableau II.4. Descriptif des essais poromécaniques.

Concernant la détermination des propriétés élastiques, la mesure du module d'incompressibilité a été réalisée sur un seul échantillon. Cet échantillon a été caractérisé à l'état sain et a été ensuite traité 150°C puis à 250°C. Un seul échantillon a été utilisé pour la raison qu'il s'agissait de vérifier et de confirmer des résultats obtenus à partir des essais de compression uniaxiale et des nombreux essais de compression hydrostatique réalisés dans le cadre de la poromécanique.

Enfin, la réalisation des essais de compression uniaxiale a été la seule qui n'a pas pu suivre la même procédure (*i.e.* utilisation des mêmes échantillons pour la caractérisation

initiale et après traitement thermique) que pour les essais précédemment cités. En effet, étant donné que ces essais mènent à la rupture, nous avons choisi de tester 3 échantillons par niveau de température (3 échantillons à l'état sain, 3 échantillons traités à 150°C et 3 échantillons traités à 250°C).

II.9 Conception d'un dispositif de mesure de la perméabilité sous températures élevées

Le matériel présent au laboratoire se compose de cellules hydrostatiques destinées à la réalisation d'essais de perméabilité et de compression hydrostatique à température ambiante. Ainsi, la campagne expérimentale qui a été précédemment décrite abordait le facteur température à partir de la préfissuration thermique et donc à partir d'essais expérimentaux réalisés à température ambiante (avant et après traitements thermiques). La conception d'un dispositif sous températures élevées a alors été entreprise de manière à mesurer la perméabilité sous sollicitations thermiques.

Une cellule hydrostatique existante a été retenue afin d'offrir la possibilité de réaliser des essais de perméabilité à différents paliers de température compris entre la température ambiante et 200/250°C. Les ajustements effectués ont dû prendre en compte certaines contraintes comme la géométrie prédéfinie du matériel et le caractère réversible qu'il fallait donner au dispositif dans l'optique d'une possible réutilisation de celui-ci dans d'autres conditions.

Tout d'abord, nous passons brièvement en revue quelques exemples de dispositifs expérimentaux sous températures élevées existants. Ensuite, les solutions que nous avons retenues pour concevoir le dispositif sont présentées. Enfin, la méthode de dépouillement des essais sous température est exposée.

II.9.1. Exemples de dispositifs sous températures élevées existants

Les procédés expérimentaux qui permettent des investigations à des températures supérieures à la température ambiante peuvent se répertorier selon leur mode de chauffage. On distingue trois techniques : le chauffage complet de la cellule au sein d'une étuve, le chauffage à l'intérieur de la cellule et enfin le chauffage à la périphérie de la cellule.

CHAUFFAGE COMPLET DE LA CELLULE

Ce mode de chauffage consiste à installer entièrement le dispositif au sein d'une étuve [Koci 1989 ; Le Guen 1991 ; Hettema 1996]. Un exemple est donné sur la Figure II.24 ; le principe d'un dispositif expérimental destiné à mesurer la perméabilité au gaz par Pulse-Test sous températures élevées y est schématisé.

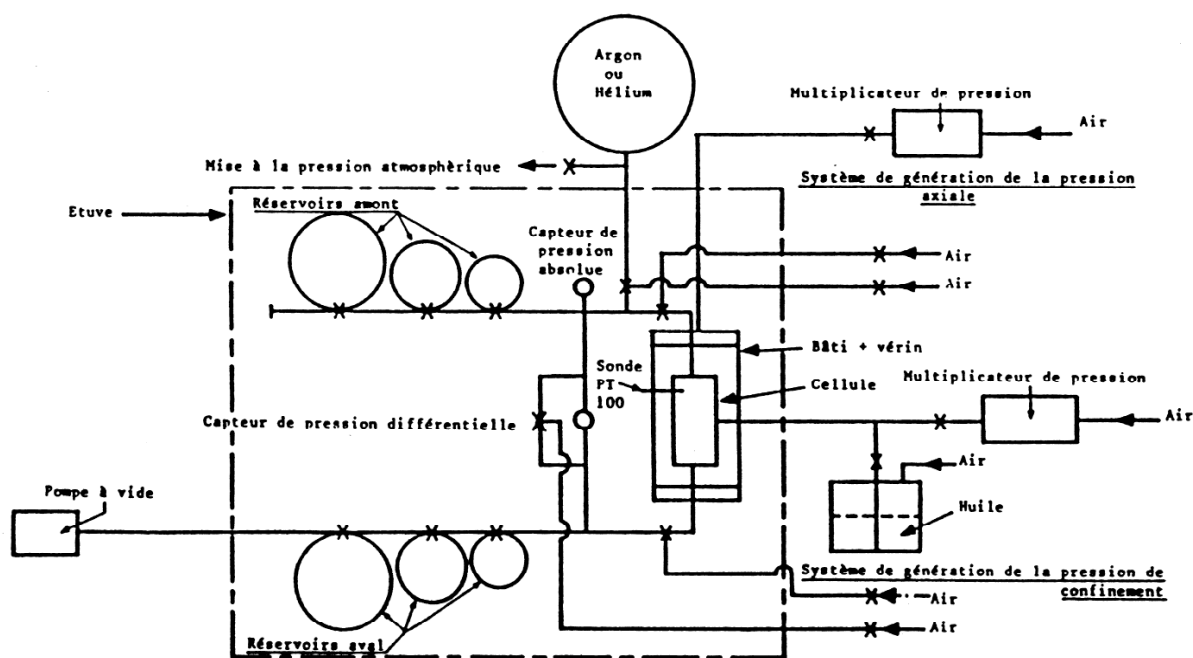


Figure II.24. Exemple de dispositif sous température placé dans une étuve [Le Guen 1991].

CHAUFFAGE A L'INTERIEUR DE LA CELLULE

Cette méthode est réalisée soit en utilisant un élément chauffant électrique soit par le biais d'un fluide caloporteur circulant dans la cellule. La Figure II.25 montre un dispositif pour lequel une résistance électrique a été disposée à l'intérieur de la cellule tandis que la Figure II.26 illustre le procédé utilisant un fluide caloporteur. Cette dernière méthode, qui a été retenue par De Bruyn [De Bruyn 1999] pour réaliser des essais triaxiaux sur des matériaux argileux, offre essentiellement des avantages pour des températures qui ne sont pas trop élevées (jusqu'à 100°C environ).

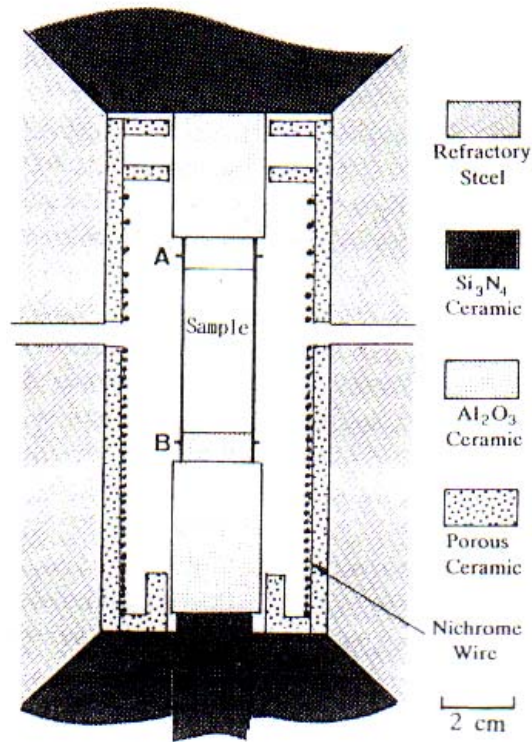


Figure II.25. Exemple de dispositif utilisant un élément chauffant à l'intérieur de la cellule [Yukutake et al. 1995].

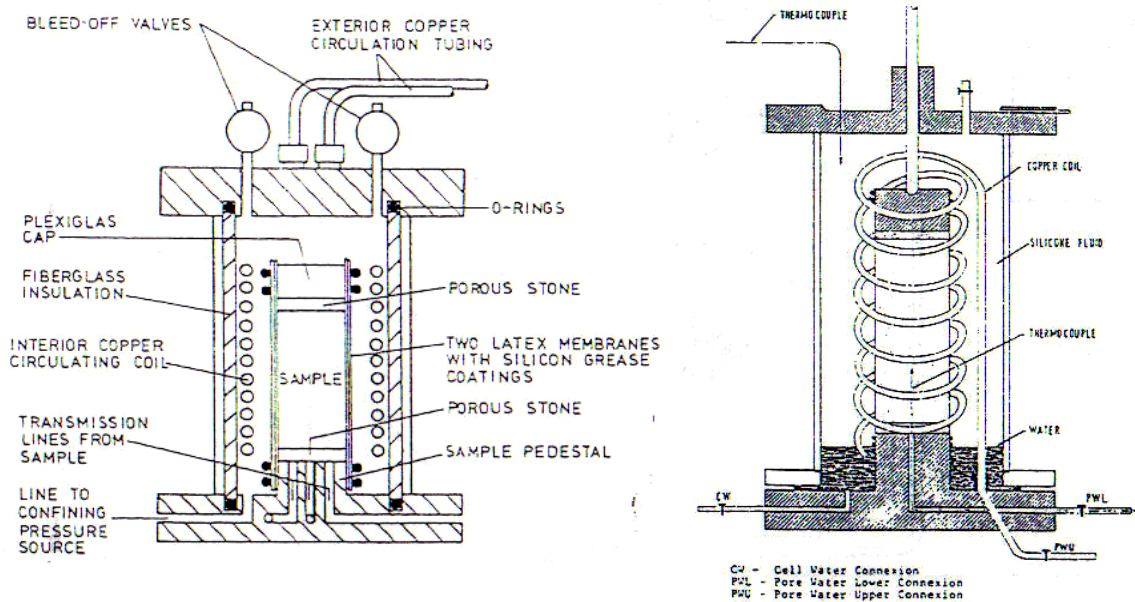


Figure II.26. Exemples de dispositifs utilisant un fluide caloporteur en circulation, d'après De Bruyn [De Bruyn 1999].

CHAUFFAGE A LA PERIPHERIE DE LA CELLULE

Ce mode de chauffage est illustré à travers deux exemples qui représentent des cellules triaxiales destinées à la mesure de la perméabilité sous température. Dans le premier exemple, les éléments chauffants sont noyés dans le corps de la cellule (Figure II.27).

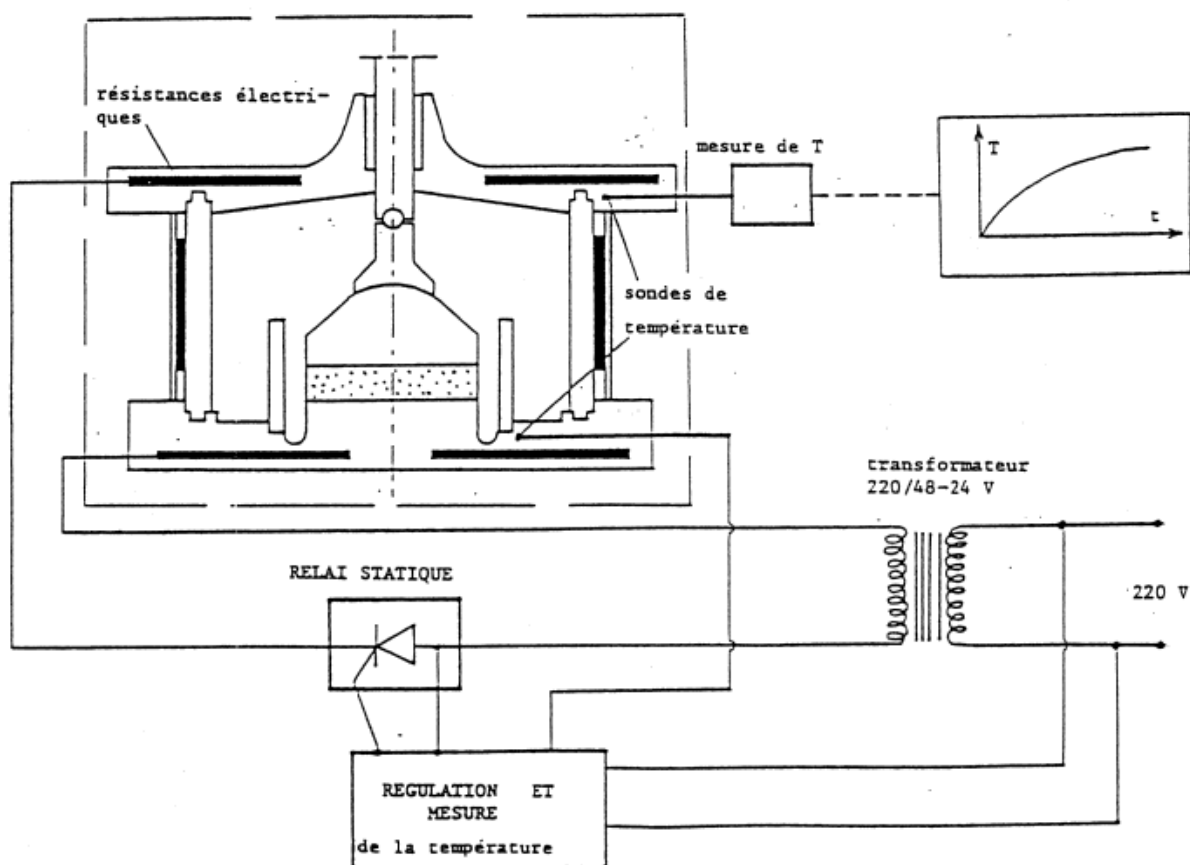


Figure II.27. Exemple de dispositif avec les éléments chauffants disposés dans le corps de la cellule [Fella 1987].

Le second exemple est un dispositif de mesure de la perméabilité dont le chauffage est assuré par une résistance chauffante enroulée autour du fût de la cellule (Figure II.28). Dans cet exemple, les mesures de la perméabilité sont réalisées en utilisant de l'eau pressurisée comme fluide de percolation.

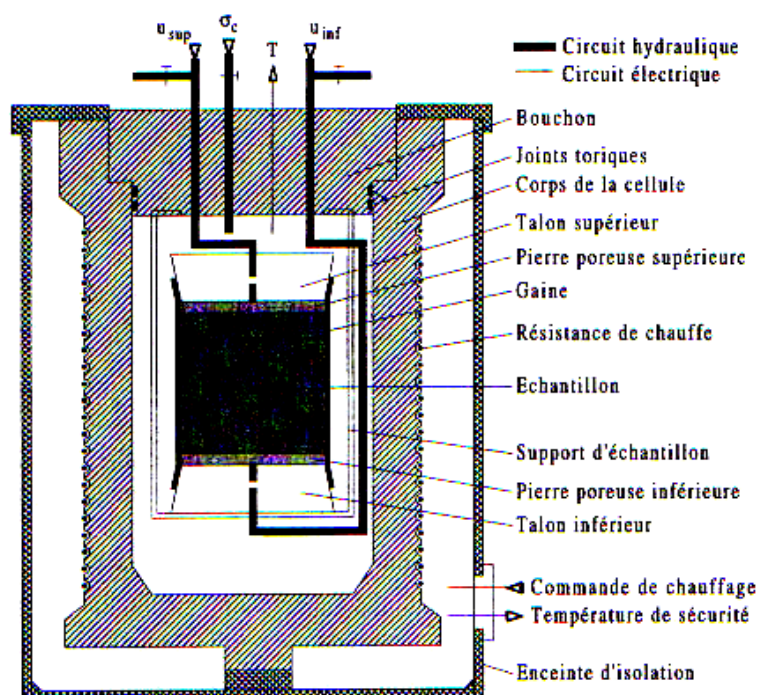


Figure II.28. Exemple de dispositif avec un élément chauffant enroulé à la périphérie du fût de la cellule [Khemissa 1998].

II.9.2 Mise au point du dispositif

Le mode de chauffage que nous avons retenu est celui qui consiste à disposer l'élément chauffant à la périphérie du fût. Cette technique offre l'avantage de ne pas modifier irréversiblement l'utilisation du matériel. Le matériel préexistant est une cellule hydrostatique qui est constituée d'un fût et d'embases inférieure et supérieure. La cellule est conçue pour tester des échantillons cylindriques de 37 mm de diamètre et de hauteur variable. Les ajustements effectués sont de différentes natures, comprenant aussi bien les nombreuses modifications apportées sur l'agencement des composants que les modifications importantes qui sont répertoriées ci-après (la cellule est présentée sur la Figure II.29).

L'huile habituellement utilisée pour assurer le confinement n'a pas une bonne tenue sous températures élevées. Une huile spécialement réputée pour son utilisation sous haute température a donc été retenue (huile HAFA CIF 300). Cette huile a également l'avantage de ne pas avoir une viscosité à froid trop élevée ce qui lui permet d'être injectée via des pompes manuelles. Le chauffage est assuré par des colliers chauffants (demi-colliers) placés à la

périphérie du fût. Chaque demi-collier a une puissance de 1000 Watts. Ces éléments ont dû être adaptés à la géométrie de la cellule dans la mesure où l'espace entre le fût et les tirants est de 3 mm et que l'écart radial entre les tirants est de 60°. Le choix des demi-colliers s'explique par leur facilité de montage et de démontage. Un thermocouple K est intégré au sein d'un demi-collier. Une sonde de température (thermocouple K) destinée à mesurer la température de l'huile à l'intérieur de la cellule a été placée au plus près de la disposition des échantillons. La sonde traverse l'embase supérieure ; un passage de câble résistant aux pressions et aux températures élevées assure son maintien. Un déversoir permettant de réguler et de stabiliser la pression de confinement lors des montées en température a été placé au niveau de l'embase inférieure. La mise en place d'une régulation thermique a été effectuée. Elle consiste à réguler l'élément chauffant en stabilisant celui-ci à une température prédéfinie (température de consigne). L'évolution de la température de l'huile à l'intérieur de la cellule est alors suivie à l'aide d'un indicateur de température jusqu'à ce qu'elle soit stabilisée. Des refroidisseurs ont été disposés à chaque conduit relié à la cellule et une enceinte de protection et d'isolation a été conçue.

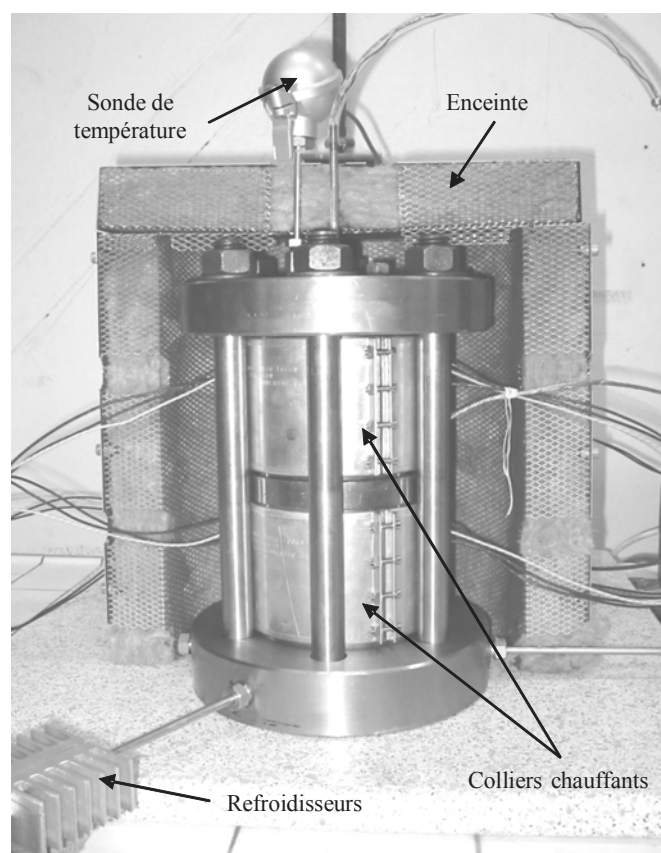


Figure II.29. Cellule hydrostatique « modifiée ».

Soulignons par ailleurs que des essais préliminaires ont été réalisés afin de calibrer les températures atteintes à l'intérieur de la cellule en fonction des températures de consigne. La Figure II.30 présente l'évolution de la température des colliers chauffants et celle de l'huile à l'intérieur de la cellule pour une température de consigne prédéfinie. Si les colliers chauffants atteignent la température de consigne assez rapidement, il faut un certain laps de temps pour que la température de l'huile se stabilise. Une fois stabilisée, elle atteint pratiquement la température de consigne ce qui démontre toute l'utilité de l'enceinte isolante. On peut considérer que l'écart entre la température à la périphérie du fût et celle à l'intérieur de la cellule n'excède pas 5 à 10°C (la température au sein de l'échantillon est supposée égale à la température de l'huile).

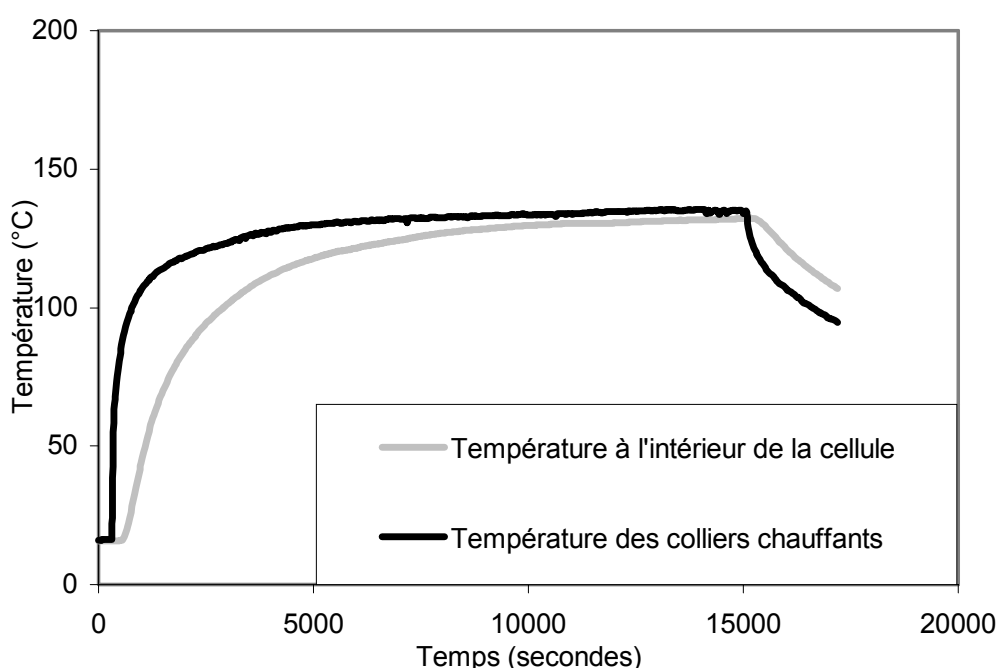


Figure II.30. Evolution de la température des éléments chauffants et de l'huile à l'intérieur de la cellule.

II.9.3 Principes de mesure et dépouillement des essais

La méthode de mesure de la perméabilité en régime quasi-permanent par injection de gaz (argon) a été adoptée. Le dispositif est présenté sur la Figure II.31.

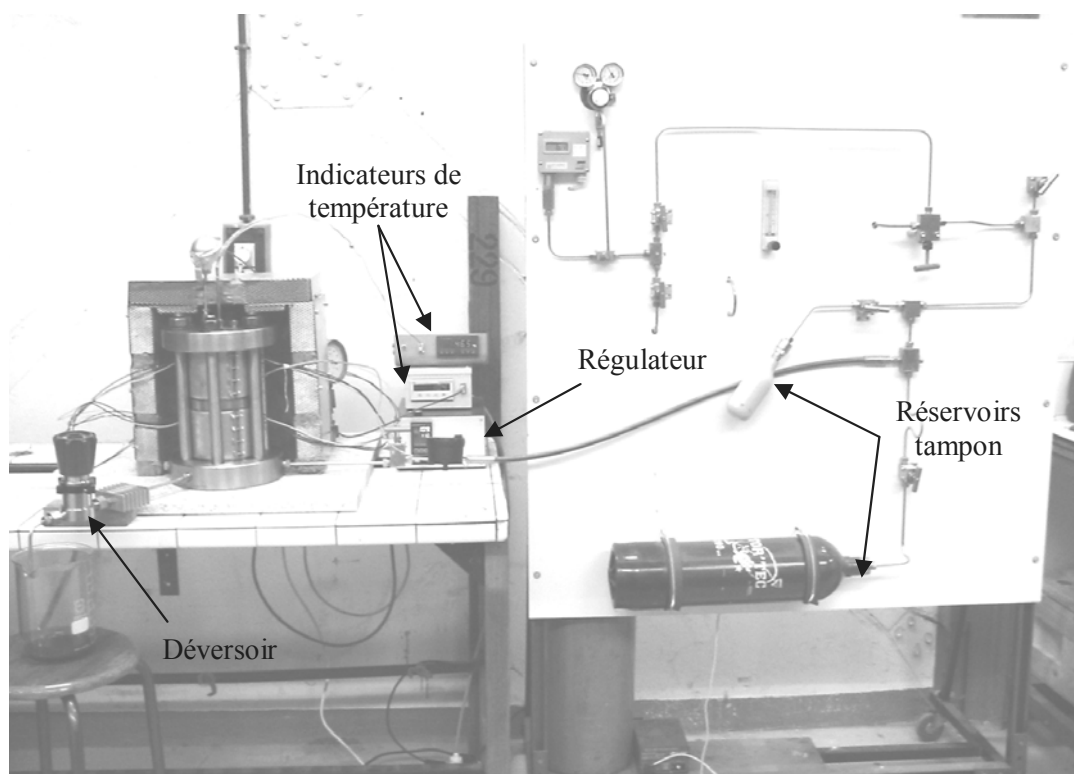


Figure II.31. Dispositif de mesure de la perméabilité au gaz sous températures élevées.

La méthode de mesure consiste à injecter du gaz à pression donnée (P_i) à une extrémité de l'échantillon, l'autre extrémité étant à pression atmosphérique (P_a). Lorsque la percolation du gaz atteint le régime permanent, l'injection est stoppée et l'on mesure le temps (Δt) que met la pression de gaz pour chuter d'un décrement (ΔP_i) en fonction de la capacité volumique du réservoir tampon (V_r). Le débit volumique Q peut alors être calculé [Claudot-Loosveld 2002] :

$$Q = \frac{V_r \Delta P_i}{\Delta t P_{moy}}, \quad (\text{II.19})$$

où P_{moy} est la pression moyenne d'injection, déterminée par :

$$P_{moy} = P_i - \frac{\Delta P_i}{2}. \quad (\text{II.20})$$

Le débit volumique Q est donc déterminé à partir du circuit de gaz qui se trouve à température ambiante. En effet, seule la cellule est sous température, tous les autres

composants sont à température ambiante (pompes, circuit d'injection de gaz, réservoirs tampon, manomètres,..). La température du gaz injecté est donc initialement à température ambiante. On considère ensuite que sa température est égale à celle de l'échantillon lors de la percolation au sein du matériau, ce qui peut se justifier par la capacité calorifique du gaz et par le fait que le débit de percolation est faible. On peut donc appeler débit volumique déterminé à température ambiante ($Q_{(T_a)}$) le débit mesuré par la relation (II.19), tel que :

$$Q_{(T_a)} = Q . \quad (\text{II.21})$$

Ce débit ne représente donc pas le débit volumique réel sous température. Il faut alors raisonner en débit massique pour prendre en compte l'effet de la température. En effet, le débit massique à température ambiante et celui sous température sont identiques. On a donc :

$$\rho(T_a)Q_{(T_a)} = \rho(T)Q_{(T)} , \quad (\text{II.22})$$

où $\rho(T_a)$, $\rho(T)$ sont respectivement les masses volumiques du gaz à température ambiante et à la température T et $Q_{(T)}$ le débit volumique à la température T .

Le gaz utilisé étant assimilé à un gaz parfait, la masse volumique peut s'écrire de la manière suivante :

$$\rho(T) = \rho(T_a) \frac{T_a}{T} . \quad (\text{II.23})$$

Le débit volumique réel peut alors être déduit du débit volumique mesuré à température ambiante :

$$Q_{(T)} = \frac{T}{T_a} Q_{(T_a)} . \quad (\text{II.24})$$

Dès lors que le rectificatif concernant la mesure du débit volumique est effectué, la perméabilité peut être déterminée au moyen de la formulation classique pour ce type d'essai, en prenant en compte la dépendance de la viscosité du gaz avec la température :

$$k_{a(T)} = \frac{\mu_{(T)} Q_{(T)}}{A} \frac{2hP_{moy}}{(P_{moy}^2 - P_a^2)}, \quad (II.25)$$

où $k_{a(T)}$ est la perméabilité apparente à la température T , $\mu_{(T)}$ la viscosité du gaz à la température T , h et A respectivement la hauteur et la surface de l'échantillon.

L'évolution de la viscosité des gaz en fonction de la température est opposée à celle des liquides. En effet, si la viscosité des liquides diminue pour une augmentation de température, celle des gaz augmente. Le Tableau II.5 présente les valeurs de la viscosité de l'argon à différentes températures.

Température (°C)	Viscosité dynamique de l'argon (Pa.s)
25	$2,269 \cdot 10^{-5}$
55	$2,448 \cdot 10^{-5}$
75	$2,565 \cdot 10^{-5}$
105	$2,729 \cdot 10^{-5}$
125	$2,842 \cdot 10^{-5}$
155	$3,008 \cdot 10^{-5}$
175	$3,109 \cdot 10^{-5}$
205	$3,252 \cdot 10^{-5}$
225	$3,332 \cdot 10^{-5}$

Tableau II.5. Evolution de la viscosité de l'argon en fonction de la température, d'après Cook [Cook 1961].

Le dispositif permet d'effectuer des mesures de perméabilité pour des températures supérieures à 200°C. Cependant, pour des questions de sécurité, nous avons restreint son utilisation à 200°C. En effet, certains composants sont en Viton (jaquette, joints toriques) et peuvent être soumis indéfiniment à des températures inférieures à 230°C. Au-delà de cette température, les composants en Viton se dégradent et doivent être régulièrement remplacés. De plus, le point éclair de l'huile utilisée étant proche de 260°C, nous avons limité la température maximale d'utilisation afin d'éviter un éventuel danger que représenterait alors une mise en contact accidentelle de l'huile avec les éléments chauffants (lors d'une fuite par exemple).

Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre les conditions expérimentales liées à notre étude, à savoir le matériau utilisé ainsi que les différents dispositifs permettant la détermination de la porosité, de la perméabilité, des propriétés élastiques et des propriétés poroélastiques. La procédure adoptée pour l'application des cycles thermiques a également été abordée.

Ainsi, la roche utilisée est un calcaire à dominante micritique de composition monominérale (100 % de calcite). Les observations microstructurales au MO et au MEB montrent que cette roche apparaît homogène et isotrope, même si certaines hétérogénéités peuvent être rencontrées à l'échelle millimétrique.

La campagne expérimentale qui a été présentée dans ce chapitre a pour objectif d'évaluer l'influence des traitements thermiques sur une roche assimilée à un milieu polyphasique. Les essais mécaniques et hydrauliques présentés ont donc pour objectif d'analyser l'évolution des différentes phases d'un milieu poreux : le squelette (essais de compression uniaxiale et de compression hydrostatique), la phase poreuse connectée (essais de porosimétrie et de perméabilité) et la phase matricielle (essais de compressibilité mixte). Trois différentes températures de conditionnement ont été adoptées : 60°C, 150°C et 250°C. La première définit l'état initial du matériau (l'état sain) comme étant celui après étuvage à 60°C. Les deux autres correspondent aux cycles thermiques qui ont été menés suivant une procédure spécifique.

Ensuite, le dispositif de mesure de la perméabilité au gaz sous températures élevées que nous avons mis au point a été présenté. La température maximale d'utilisation de ce dispositif a été limitée à 200°C pour des raisons de sécurité. Les modifications techniques majeures apportées ont été inventoriées (mise en place des éléments chauffants, régulation de la température et de la pression,...) et la procédure suivie pour le dépouillement des mesures a été traitée.

La présentation des résultats fait l'objet du chapitre suivant. La détermination des propriétés mécaniques et hydrauliques du calcaire d'Anstrude à l'état sain et pré-fissuré thermiquement sera abordée. Les analyses microstructurales effectuées sur des échantillons

traités thermiquement seront présentées de manière à tenter de visualiser les modifications engendrées par les cycles thermiques.

Enfin, nous présenterons également les résultats des essais de perméabilité réalisés sous températures élevées sur le calcaire d'Anstrude (dans la gamme 25°C-200°C).

CHAPITRE III

Présentation et analyse des résultats expérimentaux

Introduction

L'objectif de ce chapitre est d'exposer les résultats de la campagne expérimentale qui a été présentée dans le chapitre précédent (chapitre II). Dans le chapitre II, nous avons également décrit le matériau rocheux qui a été choisi pour mener cette étude (calcaire poreux monominéral). Ainsi, si l'on se réfère au chapitre I qui traitait entre autre de l'effet de la température sur la microstructure des roches, les phénomènes de dilatation thermique différentielle qui peuvent intervenir pour une roche monominérale sont uniquement dus à l'anisotropie de dilatation thermique du seul minéral qui la constitue. Dans notre cas, la création de microfissuration est liée aux déformations thermiques fortement anisotropes de la calcite qui est un minéral particulièrement sensible à la température (voir chapitre I).

Le premier paragraphe est dédié à la caractérisation initiale du calcaire d'Anstrude ; les propriétés hydrauliques, élastiques et poroélastiques de la roche à l'état sain sont présentées. Ensuite, l'évolution de ces propriétés en fonction de la préfissuration thermique à 150°C et 250°C est abordée. Par ailleurs, la vérification de l'isotropie mécanique du matériau sain et préfissuré thermiquement a été réalisée au moyen d'essais de compression hydrostatique ; elle est abordée dans l'Annexe A. Ceci permet tout d'abord de valider l'utilisation de la formulation du comportement (poro)mécanique isotrope mais aussi de confirmer le fait que la distribution de la microfissuration générée par les cycles thermiques est isotrope. Dans les paragraphes suivants, l'interprétation de nos résultats expérimentaux est étayée par des observations au MEB et par l'utilisation d'un modèle micromécanique de l'endommagement développé par Pensée [Pensée 2002].

Dans le dernier paragraphe, nous présentons les résultats obtenus pour les mesures de la perméabilité du calcaire d'Anstrude réalisées sous température. Pour ces essais, la perméabilité apparente est mesurée dans une gamme de températures allant de la température ambiante jusqu'à 200°C. Deux niveaux de pression d'injection de gaz sont utilisés pour chaque palier de température. Cette procédure permet alors d'évaluer l'effet Klinkenberg et de déduire la valeur de la perméabilité intrinsèque. Ainsi, les résultats expérimentaux qui sont présentés dans ce paragraphe concernent les mesures de la perméabilité apparente et les valeurs de la perméabilité intrinsèque déduites selon le principe de Klinkenberg.

Il faut souligner que dans ce chapitre nous présentons à la fois les résultats expérimentaux obtenus pour chaque échantillon ainsi que les valeurs moyennes. Ceci nous permet alors d'aborder la question de la dispersion des résultats pour chaque type d'essai réalisé. Les calculs des erreurs de mesure ne sont pas traités dans ce manuscrit. Néanmoins, on pourra trouver dans Lion et *al.* [Lion et *al.* 2004b] les valeurs des erreurs relatives liées à la détermination des propriétés poroélastiques.

III.1 Caractérisation initiale du calcaire d'Anstrude

III.1.1 Porosité de la roche à l'état sain

Le Tableau III.1 recense les résultats obtenus sur 18 rondelles de porosimétrie. La porosité moyenne mesurée est égale à 19,90 %. Pour les 18 rondelles de porosimétrie, on observe une très bonne homogénéité des résultats.

Rondelle de porosimétrie	Masse sèche (g)	Masse saturée (g)	Porosité (%)
1	27,8	29,8	19,90
2	44,5	47,7	19,95
3	42,4	45,4	19,80
4	30,5	32,7	19,60
5	30,6	32,9	20,75
6	42,4	45,3	19,20
7	40,3	43,2	20,00
8	41,6	44,6	19,95
9	40,6	43,4	19,30
10	35,0	37,4	19,10
11	34,3	36,8	19,80
12	35,0	37,6	20,60
13	39,0	41,8	20,00
14	43,5	46,6	19,80
15	43,7	46,9	20,10
16	43,1	46,2	20,00
17	30,0	32,3	20,25
18	31,5	33,8	20,20
			Porosité moyenne : 19,90 %

Tableau III.1. Porosité du calcaire d'Anstrude à l'état sain.

III.1.2 Perméabilité de la roche à l'état sain

Les valeurs de la perméabilité intrinsèque mesurée à l'éthanol en régime permanent sur 6 échantillons sont données dans le Tableau III.2. Lors de ces essais, la pression de confinement était fixée à 4 MPa et la pression d'injection de fluide à 1,5 MPa. La

perméabilité intrinsèque moyenne mesurée est égale à $4,45 \cdot 10^{-16} \text{ m}^2$. Les mêmes observations que précédemment peuvent être faites concernant la très bonne homogénéité des résultats.

Echantillon	Perméabilité intrinsèque (m^2)	Perméabilité intrinsèque moyenne à l'état sain (m^2)
I	$3,84 \cdot 10^{-16}$	$4,45 \cdot 10^{-16}$
II	$4,57 \cdot 10^{-16}$	
III	$4,96 \cdot 10^{-16}$	
IV	$4,10 \cdot 10^{-16}$	
V	$4,96 \cdot 10^{-16}$	
VI	$4,22 \cdot 10^{-16}$	

Tableau III.2. Perméabilité intrinsèque mesurée à l'éthanol (la pression de confinement est fixée à 4 MPa). Calcaire d'Anstrude à l'état sain.

Nous avons également mené des essais en régime permanent et au Pulse-Test sur un échantillon soumis à différents niveaux de contrainte hydrostatique (Figure III.1).

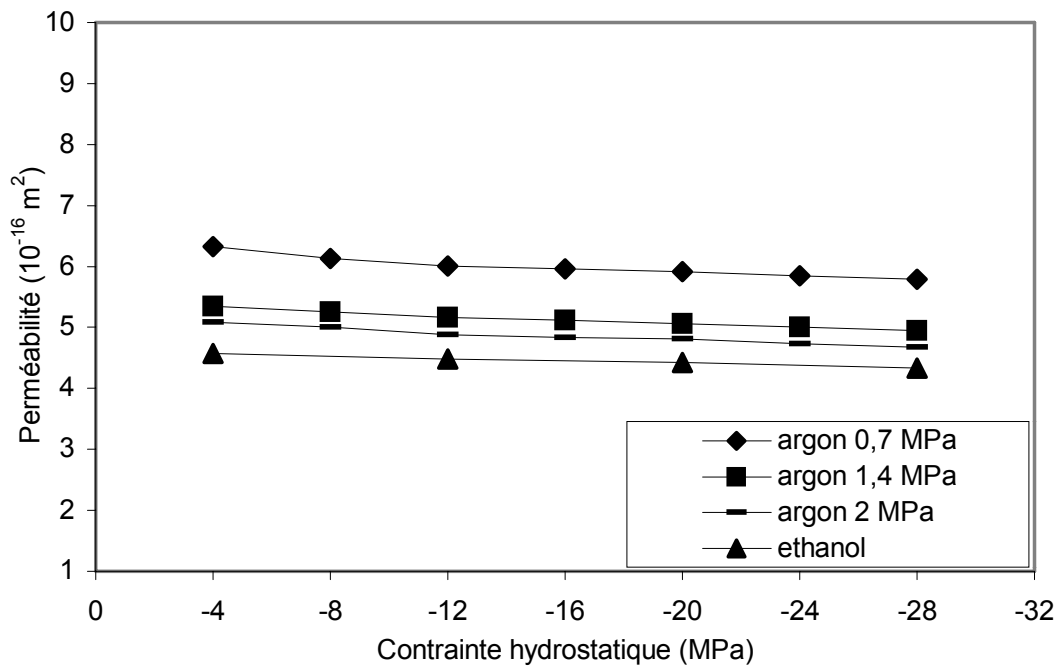


Figure III.1 Evolution de la perméabilité en fonction de la contrainte hydrostatique (perméabilité intrinsèque et perméabilités apparentes). Calcaire d'Anstrude à l'état sain.

La variation de la perméabilité en fonction de la contrainte hydrostatique n'est pas très marquée, du moins dans la gamme des contraintes employées. Nous n'observons pas de brusque diminution de la perméabilité sous faible confinement, démontrant ainsi que la roche est exempte de microfissures interconnectées à l'état sain.

Les mesures au Pulse-test réalisées à 3 pressions statiques de gaz différentes permettent de mettre en évidence l'effet Klinkenberg. La variation de la perméabilité apparente en fonction de l'inverse de la pression moyenne de gaz est présentée sur la Figure III.2 pour différents niveaux de contrainte hydrostatique.

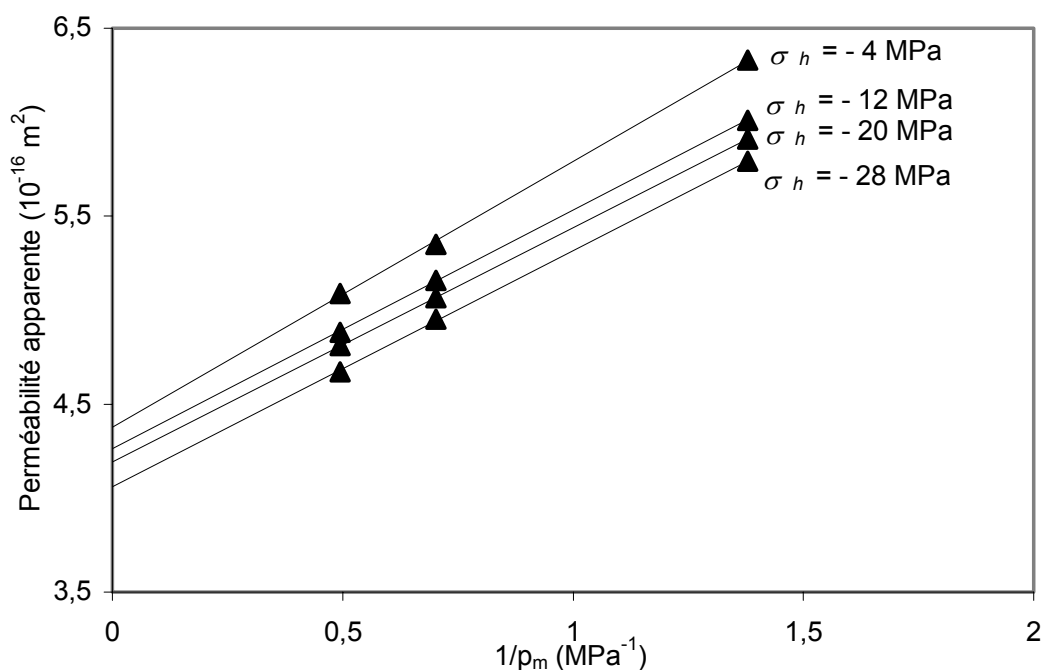


Figure III.2. Variation de la perméabilité apparente en fonction de l'inverse de la pression moyenne de gaz pour différents niveaux de contrainte hydrostatique. Calcaire d'Anstrude à l'état sain.

La Figure III.2 montre que l'effet Klinkenberg ne dépend pratiquement pas de la contrainte hydrostatique : le coefficient de Klinkenberg β est constant et voisin de 0,3 MPa. Cette valeur concorde avec le fait que la porosité du calcaire d'Anstrude est fine (le rayon moyen des pores r est égal à 0,2 μm , voir chapitre II). En effet, si l'on considère la relation théorique exprimant le coefficient de Klinkenberg en fonction de r ($\beta = \frac{4c\bar{\lambda} p_m}{r}$), on obtient

$\beta \approx 0,15$ MPa ($\bar{\lambda} p_m$ est égal à 7 nm.MPa pour l'argon à température ambiante) [Lion et al. 2004b].

A partir des résultats présentés sur la Figure III.2, les valeurs de la perméabilité intrinsèque peuvent être déduites selon le principe de Klinkenberg. Ce sont les valeurs qui correspondent à la perméabilité apparente lorsque l'inverse de la pression moyenne tend vers 0. Dès lors, nous pouvons comparer les valeurs de la perméabilité intrinsèque mesurées à l'éthanol et celles déduites des essais au gaz. Ce comparatif est présenté sur la Figure III.3 pour différents niveaux de contrainte hydrostatique.

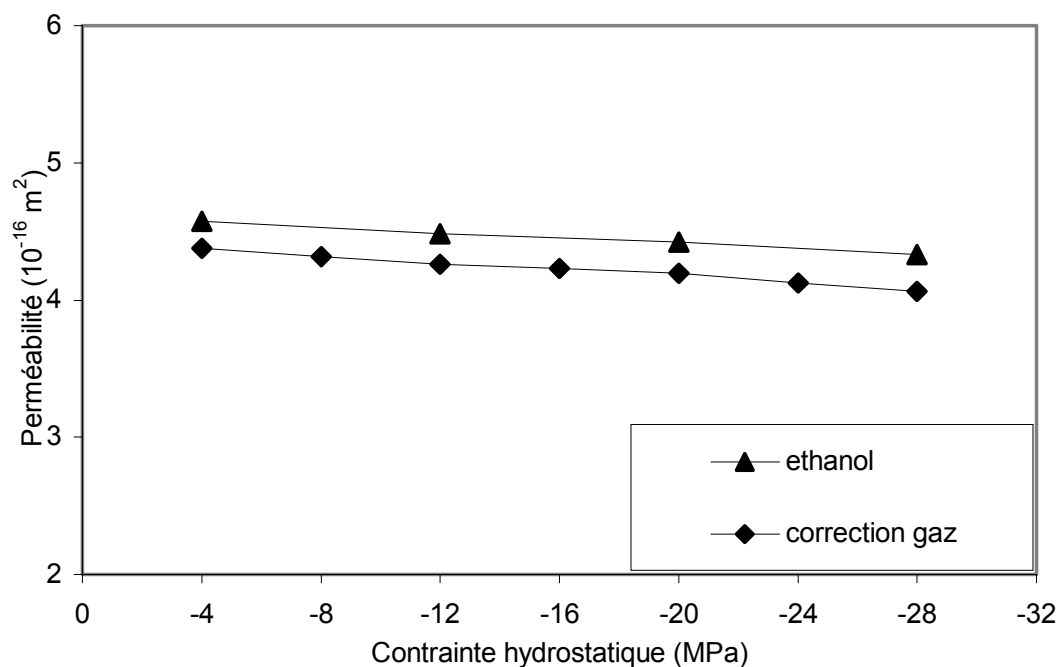


Figure III.3. Evolution de la perméabilité intrinsèque (mesurée à l'éthanol et déduite selon le principe de Klinkenberg) en fonction de la contrainte hydrostatique. Calcaire d'Anstrude à l'état sain.

La Figure III.3 montre qu'il y a une très bonne corrélation entre les valeurs de perméabilité intrinsèque obtenues à l'éthanol et celles déduites au gaz, ce qui confirme la viabilité du principe de Klinkenberg.

III.1.3 Propriétés élastiques de la roche à l'état sain

Le module d'Young, le coefficient de Poisson et la résistance à la rupture (notée σ_c) ont été mesurés à partir des essais de compression uniaxiale réalisés sur 3 échantillons. La Figure III.4 présente les courbes contraintes/déformations pour les 3 échantillons. Le module d'incompressibilité a été déterminé à partir d'un seul essai de compression hydrostatique (Figure III.5).

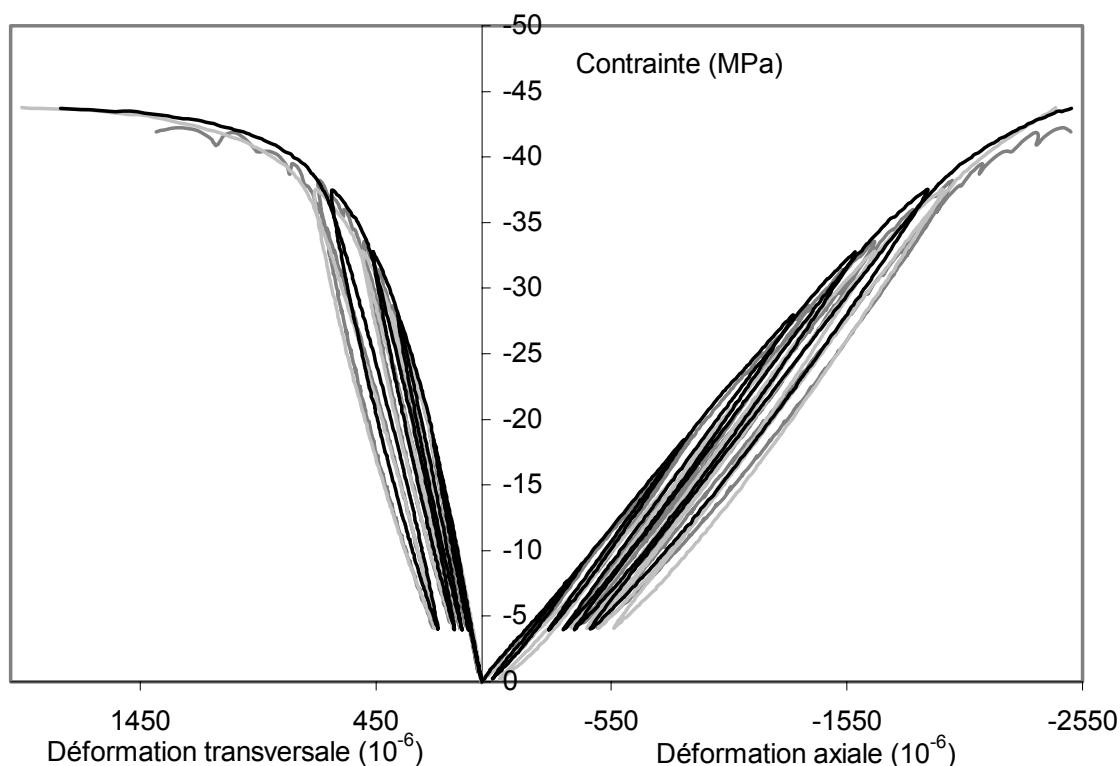


Figure III.4. Essais de compression uniaxiale sur le calcaire d'Anstrude à l'état sain (3 échantillons).

Le Tableau III.3 fournit les résultats obtenus pour chaque type d'essais (essais de compression uniaxiale et essai de compression hydrostatique). On observe une très bonne homogénéité des résultats. Les propriétés élastiques de cette roche se rapprochent de celles du calcaire de Chauvigny [Gourri 1991] qui se caractérise par une contrainte à la rupture faible et un module d'élasticité élevé.

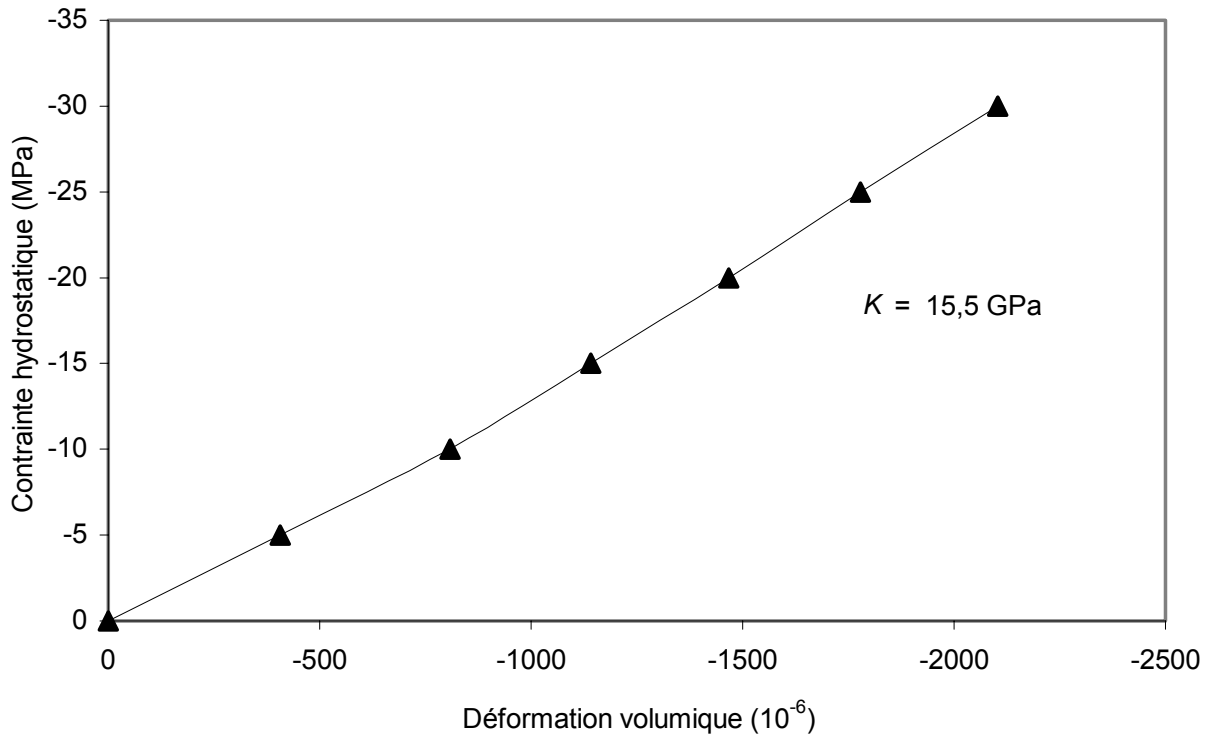


Figure III.5. Essai de compression hydrostatique sur le calcaire d'Anstrude à l'état sain.

	Echantillon 1	Echantillon 2	Echantillon 3	Moyenne
E (GPa)	24,6	25,0	25,4	25,0
ν	0,255	0,267	0,260	0,26
σ_C (MPa)	42,2	43,6	43,7	43,2
K (GPa)	15,5			15,5

Tableau III.3. Propriétés élastiques du calcaire d'Anstrude à l'état sain.

III.1.4 Propriétés poroélastiques de la roche à l'état sain

Les essais poromécaniques ont été réalisés sur 6 échantillons (notés A,B,C,D,E,F). Le Tableau III.4 donne les résultats obtenus pour les mesures des modules d'incompressibilité. Le module d'incompressibilité de la matrice solide est proche de celui de la calcite. En effet, nous obtenons une valeur moyenne de K_S égale à 63,25 GPa tandis que pour la calcite, le module d'incompressibilité est voisin de 75 GPa. Cela signifie que la matrice rocheuse contient une fraction de vides occlus, en quantité suffisamment modérée pour que K_S soit sensiblement moins élevé que le module d'incompressibilité de la calcite pure. Une légère

dispersion des résultats est observée pour K_S ainsi que pour les modules d'incompressibilité du squelette. Les modules d'incompressibilité drainés qui ont été mesurés pour les 6 échantillons sont représentés graphiquement sur la Figure III.6 en fonction des modules d'incompressibilité de la matrice solide.

	A	B	C	D	E	F	Moyenne
$K_{B(0)}$ (GPa)	14,25	14,95	14,30	15,75	13,90	14,65	14,65
$K_{B(1,5)}$ (GPa)	13,65	14,95	14,00	15,85	14,00	14,75	14,55
K_U (GPa)	15,00	16,30	16,05	17,55	16,20	16,85	16,30
K_S (GPa)	57,85	66,40	58,40	70,20	61,20	65,50	63,25

Tableau III.4. Modules d'incompressibilité du calcaire d'Anstrude à l'état sain.

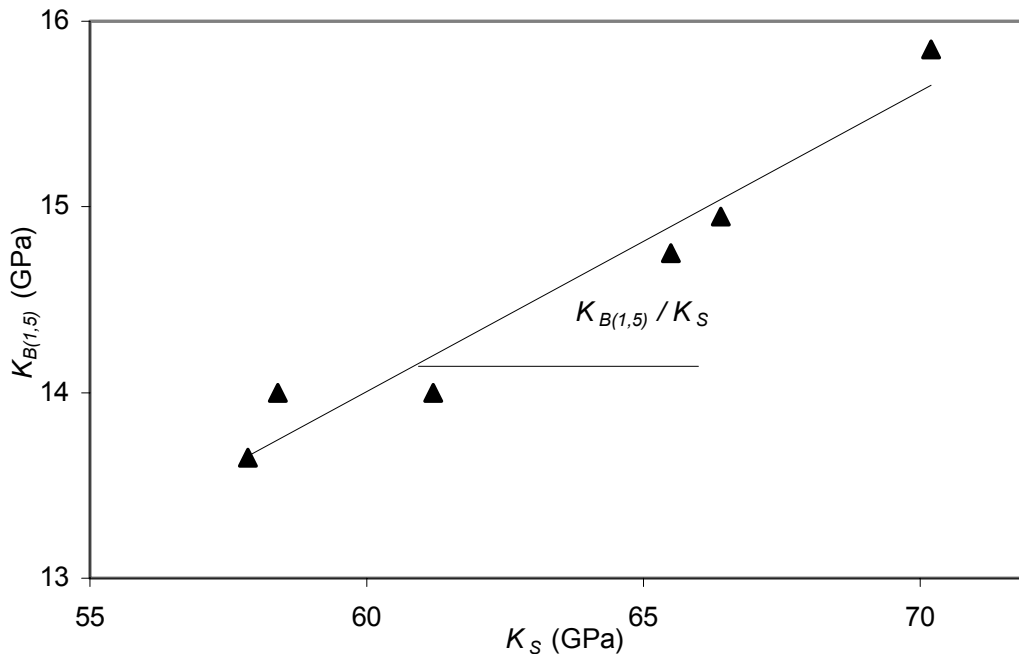


Figure III.6. Représentation des modules d'incompressibilité $K_{B(1,5)}$ et K_S mesurés expérimentalement. Calcaire d'Anstrude à l'état sain.

La tendance d'évolution observée sur la Figure III.6 suit une droite dont la pente est égale à $\frac{K_{B(1,5)}}{K_S}$. Cette observation laisse présumer de l'homogénéité de la valeur du coefficient de Biot qui, rappelons-le, est calculé de manière théorique à partir de la relation de

Biot ($b_{\text{theo}} = 1 - \frac{K_{B(1,5)}}{K_S}$). La légère dispersion de K_S peut s'expliquer par une éventuelle présence de vides occlus dans des proportions inégales au sein des 6 échantillons. Dès lors, la dispersion des valeurs mesurées pour le module d'incompressibilité du squelette traduit de manière indirecte, conformément à la théorie de la mécanique des milieux poreux, les fluctuations observées au niveau de la rigidité de la matrice solide.

Les valeurs du coefficient de Biot déduites au moyen de la relation de Biot et celles mesurées par essai de décharge en pression interstitielle sont présentées dans le Tableau III.5. On observe une dispersion des résultats pour les valeurs expérimentales. Les valeurs expérimentales permettent d'évaluer l'ordre de grandeur du coefficient de Biot. Comme nous l'avions précisé dans le chapitre II, le coefficient de Biot qui sert de référence est b_{theo} : la valeur moyenne est $b_{\text{theo}} = 0,77$.

	A	B	C	D	E	F	Moyenne
b_{theo}	0,76	0,77	0,76	0,77	0,77	0,77	0,77
b_{exp}	0,85	0,83	0,77	0,85	0,83	0,80	0,82

Tableau III.5. Coefficient de Biot du calcaire d'Anstrude à l'état sain.

Pour ce qui est du coefficient de Skempton, les valeurs expérimentales et théoriques sont recensées dans le Tableau III.6. On note une très bonne corrélation entre les valeurs expérimentales et théoriques. La valeur moyenne du coefficient de Skempton déterminé expérimentalement est $B_{\text{exp}} = 0,167$.

	A	B	C	D	E	F	Moyenne
B_{exp}	0,172	0,140	0,178	0,176	0,176	0,160	0,167
B_{theo}	0,185	0,170	0,181	0,165	0,182	0,175	0,176

Tableau III.6. Coefficient de Skempton du calcaire d'Anstrude à l'état sain.

Enfin, les résultats concernant le module de Biot sont donnés dans le Tableau III.7. Les valeurs obtenues expérimentalement concordent de manière satisfaisante avec celles déduites théoriquement. La valeur moyenne du module de Biot mesurée expérimentalement est $M_{\text{exp}} = 3480$ MPa.

	A	B	C	D	E	F	Moyenne
M_{exp} (MPa)	3120	2780	3735	3975	3625	3635	3480
M_{theo1} (MPa)	3850	3865	3850	3875	3855	3865	3860
M_{theo2} (MPa)	2340	2245	3565	2885	3725	3525	3050

Tableau III.7. Module de Biot du calcaire d'Anstrude à l'état sain.

III.2 Influence de la préfissuration thermique

III.2.1 Variation de la porosité en fonction de la préfissuration thermique

Sur les 18 rondelles de porosimétrie testées à l'état sain, 6 d'entre elles ont subi un cycle thermique à 150°C et 6 autres un cycle thermique à 250°C. Aucune évolution n'a été observée après traitement thermique : la porosité du calcaire d'Anstrude, mesurée macroscopiquement, ne varie pas (Tableau III.8).

	Etat sain	Après traitement à 150°C	Après traitement à 250°C
ϕ (%)	19,9	19,9	19,9

Tableau III.8. Variation de la porosité du calcaire d'Anstrude en fonction de la préfissuration thermique (valeurs moyennes).

Ces résultats indiquent que le volume de l'espace poreux connecté ne varie pas en fonction de la préfissuration thermique. Cependant, cela ne signifie pas que la microstructure de la roche n'a pas été affectée par les cycles thermiques. En effet, la densité de microfissures, leur localisation, leur interconnectivité, leur ouverture ou leur fermeture sont des facteurs qui influencent la mesure de la porosité.

De plus, le calcaire d'Anstrude étant initialement une roche de porosité élevée, une microfissuration considérable serait nécessaire pour observer une variation de la porosité.

III.2.2 Variation de la perméabilité en fonction de la préfissuration thermique

Les valeurs de la perméabilité intrinsèque mesurée après traitement thermique en régime permanent (pression d'injection d'éthanol égale à 1,5 MPa) sous faible confinement (égal à 4 MPa) sont présentées dans le Tableau III.9.

Echantillon	k (m ²) à l'état sain	k (m ²) après traitement à 150°C	k (m ²) après traitement à 250°C
I	$3,85 \cdot 10^{-16}$	$4,30 \cdot 10^{-16}$	-
II	$4,55 \cdot 10^{-16}$	$4,65 \cdot 10^{-16}$	-
III	$4,95 \cdot 10^{-16}$	$4,95 \cdot 10^{-16}$	-
IV	$4,10 \cdot 10^{-16}$	-	$4,85 \cdot 10^{-16}$
V	$4,95 \cdot 10^{-16}$	-	$5,05 \cdot 10^{-16}$
VI	$4,25 \cdot 10^{-16}$	-	$4,50 \cdot 10^{-16}$

Tableau III.9. Evolution de la perméabilité intrinsèque en fonction de la préfissuration thermique (le confinement est fixé à 4 MPa).

On note une quasi-invariabilité de la perméabilité intrinsèque en fonction des cycles thermiques. Les quelques fluctuations observées ne sont pas très significatives et peuvent être légitimement attribuées à la reproductibilité des essais.

Les essais au gaz (Pulse-Test) réalisés sous faible confinement confirment cette tendance. On observe une invariabilité de la perméabilité apparente. La Figure III.7 présente les mesures au gaz effectuées sur deux échantillons sains qui ont ensuite subi chacun un traitement thermique, l'un à 150°C, l'autre à 250°C. Les mesures au gaz montrent que l'effet Klinkenberg ne varie pas en fonction des cycles thermiques (le coefficient de Klinkenberg reste proche de sa valeur initiale : $\beta \approx 0,3$ MPa).

L'évolution de la perméabilité intrinsèque du matériau préfissuré en fonction de la contrainte hydrostatique est identique à celle du matériau sain. La Figure III.8 en est l'illustration ; elle représente la perméabilité mesurée à différents niveaux de contrainte hydrostatique pour un échantillon sain, traité ensuite à 250°C.

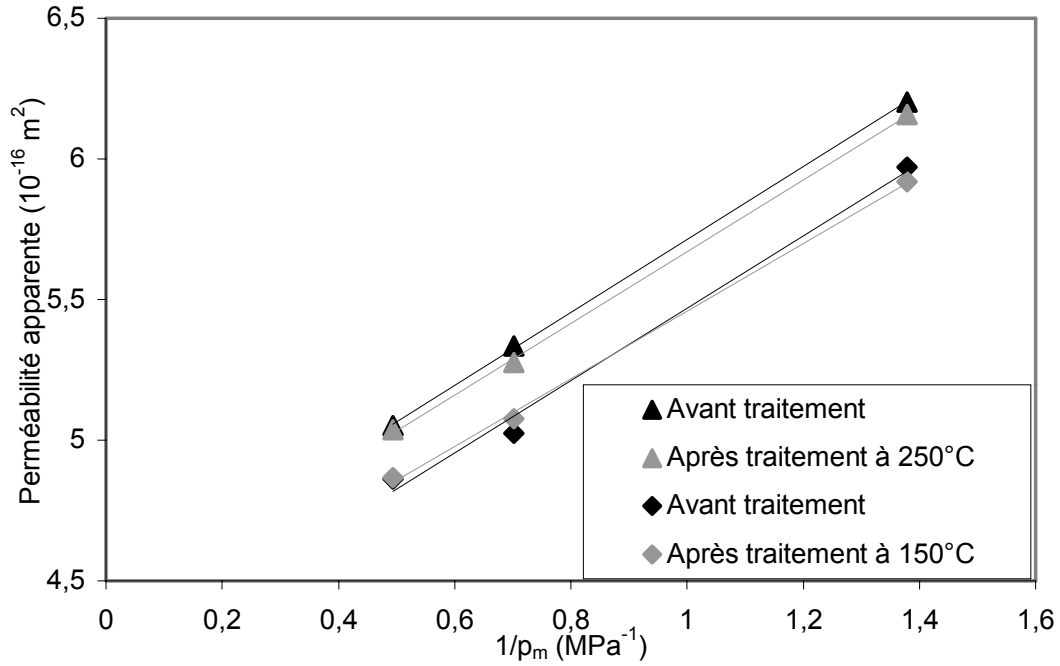


Figure III.7. Variation de la perméabilité apparente en fonction de l'inverse de la pression moyenne de gaz (confinement fixé à 4 MPa). Calcaire d'Anstrude préfissuré thermiquement.

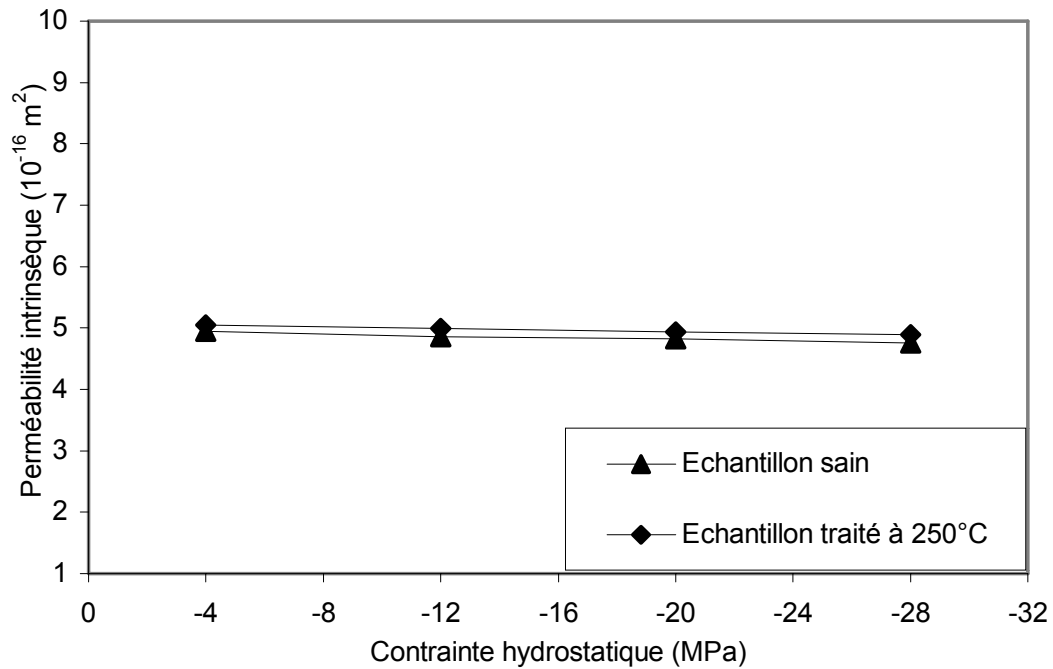


Figure III.8. Evolution de la perméabilité intrinsèque (mesurée à l'éthanol) en fonction de contrainte hydrostatique, avant et après traitement à 250°C.

Les différentes mesures qui ont été réalisées permettent de conclure que les cycles thermiques n'ont aucune influence sur la perméabilité. L'invariabilité de la perméabilité est en concordance avec les mesures de porosité. Les mêmes conclusions peuvent en être tirées. La création d'un réseau de microfissures interconnectées étant nécessaire pour créer des chemins privilégiés d'écoulement [Tsimbrovska 1998], on peut en conclure que les cycles thermiques n'engendrent pas de microfissures connectées les unes aux autres. Soulignons cependant que ceci ne démontre pas que la microstructure n'a subi aucune modification.

III.2.3 Variation des propriétés élastiques en fonction de la préfissuration thermique

La Figure III.9 illustre deux essais de compression uniaxiale réalisés sur un échantillon sain et un échantillon traité à 250°C. Les observations que l'on peut faire sur l'allure des courbes contraintes/déformations sont liées à l'accroissement de la phase de serrage en fonction de la température atteinte lors des cycles thermiques. La Figure III.10 présente l'évolution de la phase de serrage en fonction des traitements thermiques (pour un échantillon sain, un échantillon traité à 150°C et un échantillon traité à 250°C).

Le second cycle de charge/décharge est utilisé pour le calcul des propriétés élastiques. Les valeurs moyennes (3 essais par niveau de température) de la résistance à la rupture, du module d'Young et du coefficient de Poisson sont données dans le Tableau III.10. Le Tableau III.10 comprend également les valeurs obtenues pour les essais de compression hydrostatique réalisés sur un échantillon sain, traité ensuite à 150°C puis à 250°C (Figure III.11). Le module d'Young reste constant après un cycle thermique à 150°C alors qu'il diminue après un cycle à 250°C. Le coefficient de Poisson et le module d'incompressibilité diminuent de façon continue en fonction de la température atteinte. En revanche la résistance à la compression augmente après les traitements thermiques. Les évolutions des propriétés élastiques et des allures des courbes contraintes/déformations (pour les essais de compressions uniaxiale et hydrostatique) montrent que les cycles thermiques induisent une microfissuration. La diminution du module d'Young, du module d'incompressibilité et du coefficient de Poisson est conforme à l'évolution des propriétés élastiques en fonction de la densité de microfissures [Homand 1986 ; Wong *et al.* 1996]. L'évolution de la résistance à la rupture est inverse à ce qui est généralement observé même si l'on peut trouver dans la littérature un comportement similaire [Ferrero *et al.* 2001].

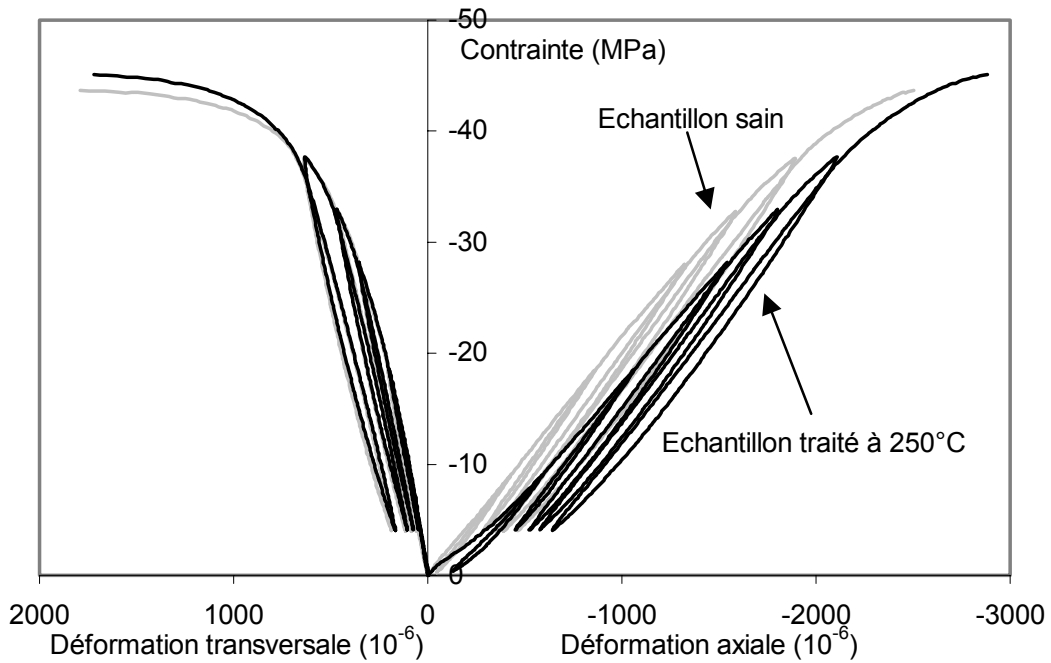


Figure III.9. Essais de compression uniaxiale sur un échantillon sain et un échantillon traité à 250°C.

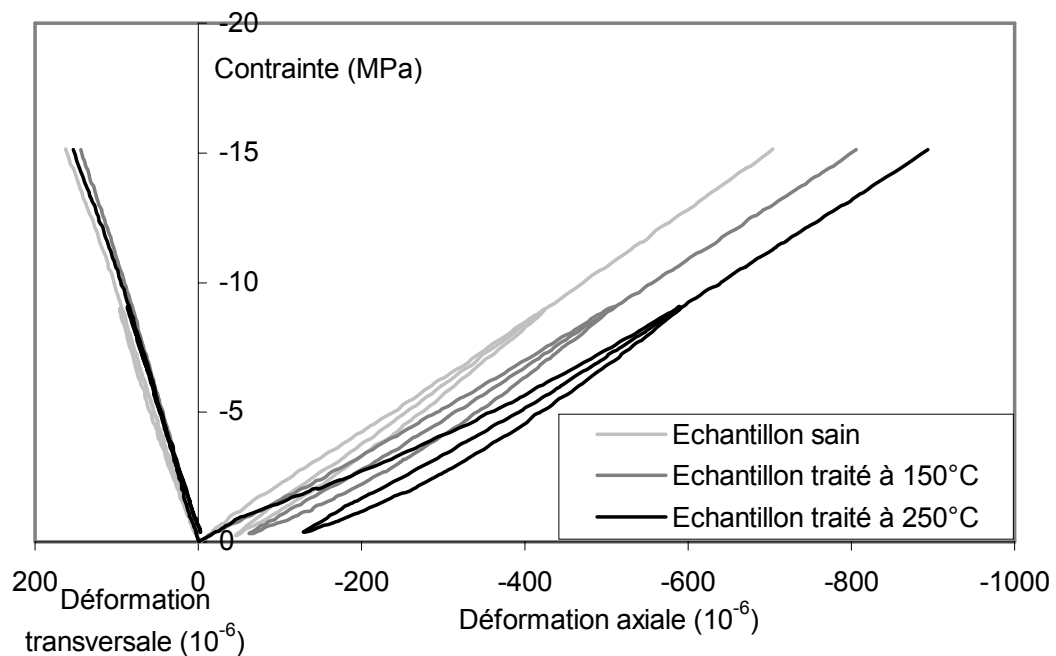


Figure III.10. Evolution de la phase de serrage, lors des essais de compression uniaxiale, en fonction des cycles thermiques.

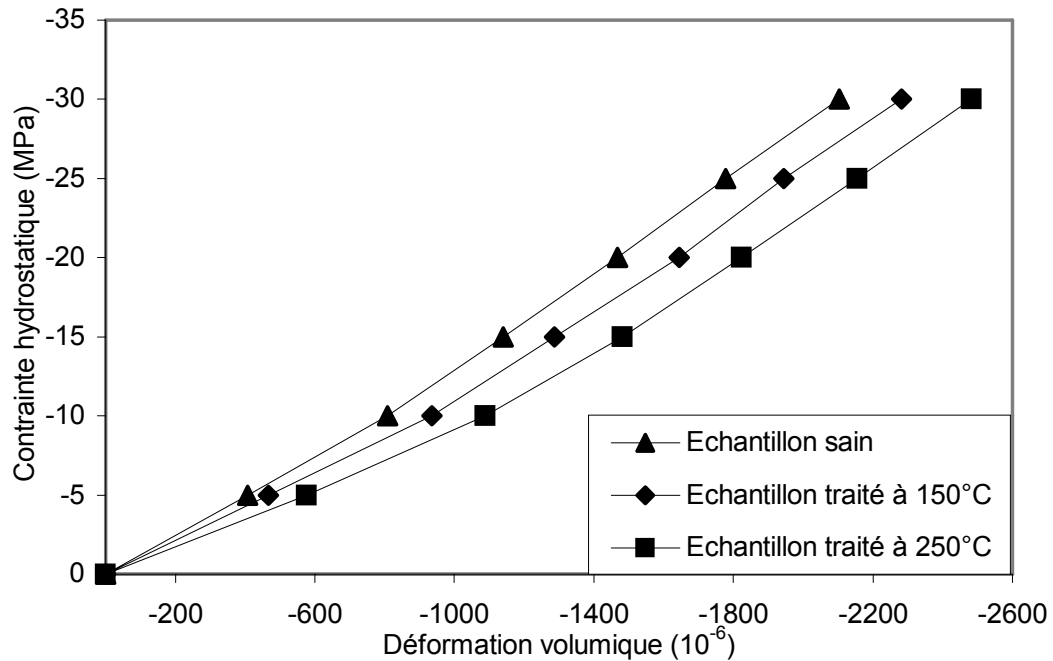


Figure III.11. Essais de compression hydrostatique sur un échantillon sain, traité à 150°C puis à 250°C.

	Avant traitement	Après traitement à 150°C	Après traitement à 250°C
E (GPa)	25,0	25,0	23,7
ν	0,26	0,25	0,24
σ_C (MPa)	43,2	46,2	46,4
K (GPa)	15,5	14,9	14,4

Tableau III.10. Evolution des propriétés élastiques en fonction de la préfissuration thermique (valeurs moyennes).

Les cycles de charge/décharge effectués lors des essais de compression uniaxiale permettent de suivre l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la contrainte axiale appliquée, c'est-à-dire de la phase de serrage à la phase élastoplastique endommageable. Le module d'Young et le coefficient de Poisson sont calculés pour chaque cycle de charge/décharge (au total, 5 cycles ont été effectués entre 10 et 40 MPa).

Le module d'Young diminue au fur et à mesure de l'endommagement mécanique induit. Néanmoins, l'évolution du coefficient de Poisson est plus représentative de l'endommagement du matériau dans la mesure où il prend en compte les déformations

transversales considérées comme indicatrices d'une fissuration générée suivant l'axe de la contrainte appliquée. L'évolution du coefficient de Poisson en fonction de la contrainte axiale est présentée sur la Figure III.12 pour les échantillons sains, traités à 150°C et à 250°C (valeurs moyennes).

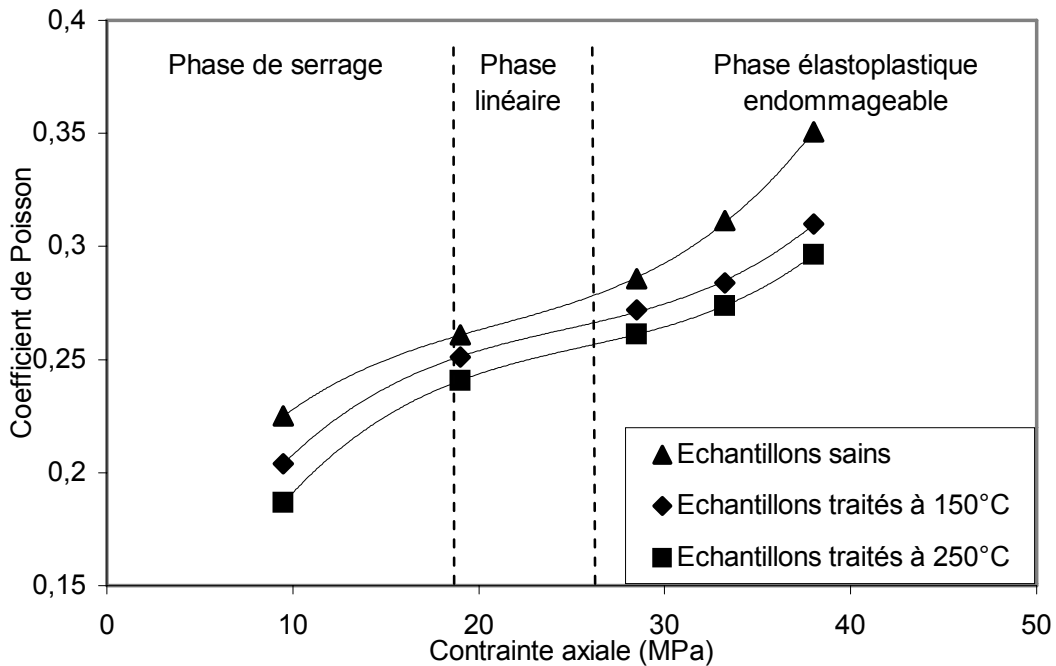


Figure III.12. Variation du coefficient de Poisson en fonction de la contrainte axiale pour des échantillons sains et traités thermiquement (valeurs moyennes).

La Figure III.12 montre que le coefficient de Poisson augmente tout d'abord brusquement suite à la fermeture de microfissures. Lorsque la phase de serrage est terminée, son évolution dépend alors du processus d'endommagement mécanique induit par la contrainte axiale. Les traitements thermiques ont pour effet de diminuer la valeur du coefficient de Poisson mais également de retarder son augmentation dans la phase élastoplastique endommageable. Ceci concorde avec l'augmentation de la résistance à la rupture en fonction des traitements thermiques.

L'évolution des propriétés mécaniques et l'accroissement de la phase de serrage lors des essais de compressions uniaxiale et hydrostatique montrent qu'une microfissuration est induite par les cycles thermiques. Ceci signifie que le comportement du squelette est affecté par la pré-fissuration thermique. Les mesures de porosité et de perméabilité avaient permis de conclure à l'absence de création d'un réseau de microfissures interconnectées. On voit donc

toute l'importance de la prise en compte de la nature polyphasique du matériau rocheux puisque les conclusions diffèrent selon que le squelette ou l'espace poreux est étudié [Lion et al. 2004c].

III.2.4 Variation des propriétés poroélastiques en fonction de la préfissuration thermique

Sur les 6 échantillons caractérisés à l'état sain, 3 ont été traités à 150°C et les 3 autres à 250°C. Le Tableau III.11 présente les valeurs pour les échantillons traités à 150°C.

	Avant traitement à 150°C				Après traitement à 150°C			
	A	B	C	Moyenne	A	B	C	Moyenne
$K_{B(0)}$ (GPa)	14,25	14,95	14,30	14,50	13,95	14,70	14,30	14,30
$K_{B(1,5)}$ (GPa)	13,65	14,95	14,00	14,20	13,60	14,30	14,00	14,00
K_U (GPa)	15,00	16,30	16,05	15,80	14,60	15,40	15,40	15,15
K_S (GPa)	57,85	66,40	58,40	60,90	57,10	65,80	57,70	60,20

Tableau III.11. Variation des modules d'incompressibilité en fonction de la préfissuration à 150°C.

Après traitement thermique à 150°C, nous observons une très légère diminution des modules d'incompressibilité. Le module d'incompressibilité non drainé est celui qui subit la diminution la plus marquée. Les valeurs pour les échantillons ayant subi un cycle thermique à 250°C sont données dans le Tableau III.12.

	Avant traitement à 250°C				Après traitement à 250°C			
	D	E	F	Moyenne	D	E	F	Moyenne
$K_{B(0)}$ (GPa)	15,75	13,90	14,65	14,75	15,95	14,25	14,50	14,90
$K_{B(1,5)}$ (GPa)	15,85	14,00	14,75	14,85	14,85	13,40	14,45	14,25
K_U (GPa)	17,55	16,20	16,85	16,85	16,30	15,25	15,35	15,65
K_S (GPa)	70,20	61,20	65,50	65,65	60,80	53,60	55,50	56,60

Tableau III.12. Variation des modules d'incompressibilité en fonction de la préfissuration à 250°C.

Les modules d'incompressibilité diminuent après un traitement thermique à 250°C sauf celui correspondant à l'essai drainé à pression interstitielle nulle. La variation la plus

significative est celle du module d'incompressibilité de la matrice solide. En effet, K_S diminue de 10 GPa environ avec la préfissuration thermique. Des exemples de courbes expérimentales obtenues après les cycles thermiques sont présentés sur la Figure III.13.

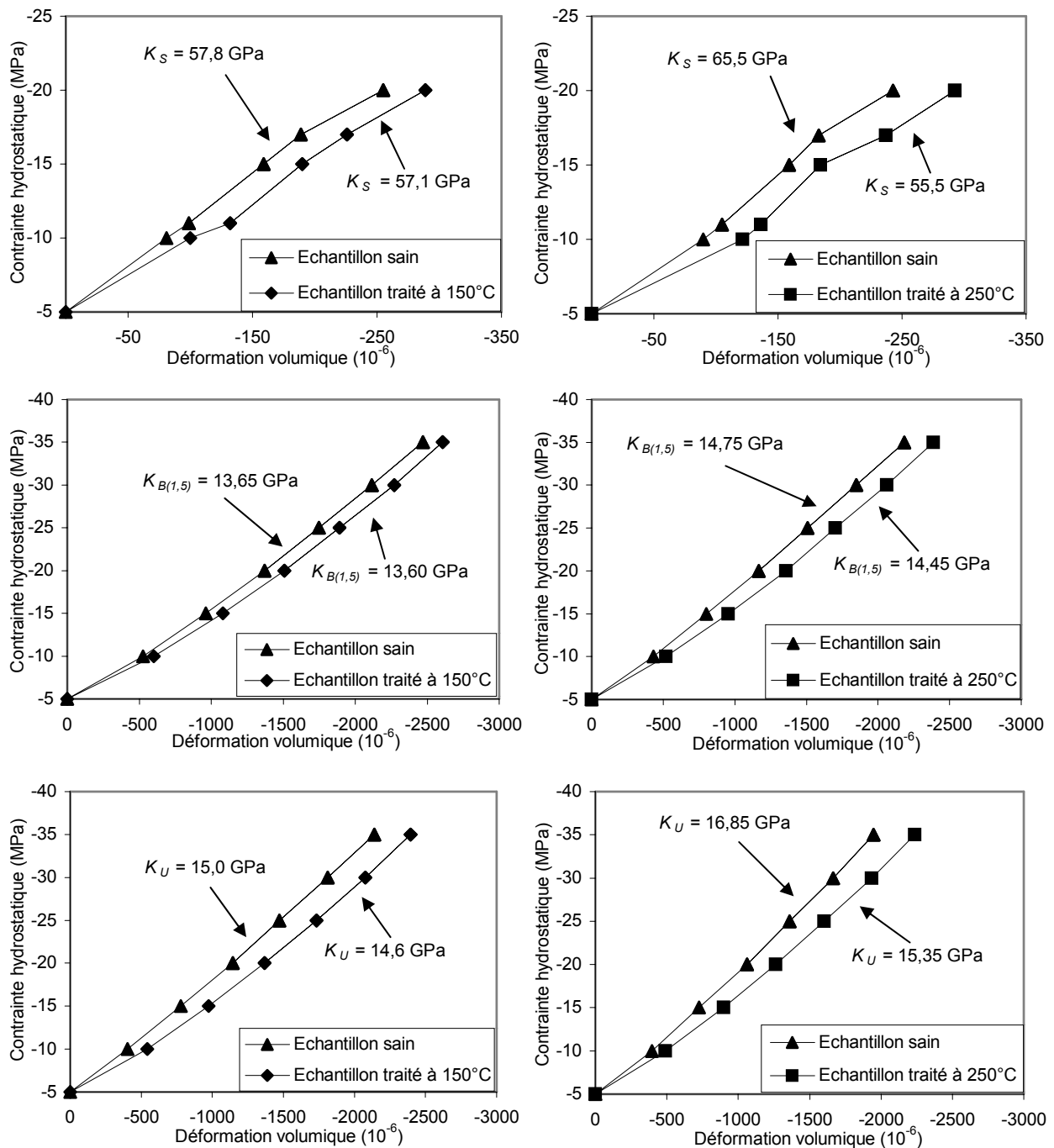


Figure III.13. Essais de compression hydrostatique avant et après traitement thermique (à gauche : préfissuration à 150°C ; à droite : préfissuration à 250°C).

Afin de récapituler les tendances d'évolution des différents paramètres, nous avons recensé les variations obtenues par rapport à l'état initial. Le Tableau III.13 présente l'évolution des valeurs moyennes données dans les Tableaux III.11 et III.12.

	Après traitement à 150°C	Après traitement à 250°C
$K_{B(0)}$ (GPa)	- 1,4 %	+ 1 %
$K_{B(1,5)}$ (GPa)	- 1,4 %	- 4 %
K_U (GPa)	- 4,1 %	- 7,1 %
K_S (GPa)	- 1,1 %	- 13,8 %

Tableau III.13. Variation des modules d'incompressibilité en fonction de la préfissuration thermique.

Seul le module d'incompressibilité drainé $K_{B(0)}$ subit une augmentation après un traitement thermique à 250°C. Cette tendance « contradictoire » par rapport à l'évolution des autres paramètres fera l'objet d'une étude spécifique dans la suite de ce mémoire.

La préfissuration thermique a pour effet de diminuer les modules d'incompressibilité du squelette drainé $K_{B(1,5)}$ et non drainé K_U . L'évolution de $K_{B(1,5)}$ est conforme à l'évolution des propriétés du squelette à l'état sec (propriétés élastiques) qui avaient été déterminées par des essais de compressions uniaxiale et hydrostatique. Les mesures poroélastiques réalisées sur le squelette (dans le cas drainé ou non drainé) montrent qu'une microfissuration est induite par les cycles thermiques. Cependant, la diminution de K_U est toujours plus importante que celle de $K_{B(1,5)}$; ces effets semblent provenir du fait que des microfissures deviennent accessibles au fluide saturant sous l'effet d'une augmentation de la pression interstitielle.

La diminution importante de K_S après un traitement thermique à 250°C montre qu'une microfissuration intramatrielle est induite. K_S diminue de 14 % environ, il s'agit du module d'incompressibilité qui subit la plus grande variation. La création d'une microfissuration intramatrielle ne signifie pas forcément que les fissures soient intragranulaires. En effet, la matrice solide comprend la phase solide et les vides qui ne sont pas accessibles au fluide de saturation. Ainsi, la microfissuration intramatrielle désigne aussi bien les microfissures non connectées à la porosité que celles qui le sont mais qui ne sont pas accessibles au fluide interstitiel. Dans tous les cas, la microfissuration engendrée ne conduit pas à une mise en connectivité du réseau fissural. Les mesures de K_S montrent qu'une portion de la microfissuration induite n'est pas accessible au fluide interstitiel. Par contre, le fluide saturant semble avoir accès à une autre portion de la microfissuration. En effet, la diminution de K_U ,

qui est toujours plus importante que celle de $K_{B(1,5)}$, peut venir du fait que le fluide saturant sous pression pénètre au sein de certaines microfissures, provoquant une dissipation des surpressions interstitielles et donc une diminution de la rigidité du squelette. La mesure des autres propriétés poroélastiques peut alors permettre de confirmer ces tendances.

Les valeurs du coefficient de Biot, du coefficient de Skempton et du module de Biot sont données dans le Tableau III.14 pour les échantillons traités à 150°C et dans le Tableau III.15 pour les échantillons traités à 250°C.

	Avant traitement à 150°C				Après traitement à 150°C			
	A	B	C	Moyenne	A	B	C	Moyenne
b_{theo}	0,76	0,77	0,76	0,76	0,76	0,78	0,75	0,76
b_{exp}	0,85	0,83	0,77	0,82	0,85	0,82	0,78	0,82
B_{exp}	0,172	0,140	0,178	0,165	0,120	0,090	0,115	0,110
B_{theo}	0,185	0,170	0,181	0,178	0,185	0,182	0,176	0,181
M_{exp} (MPa)	3120	2780	3735	3210	1975	1705	2335	2005
M_{theo1} (MPa)	3850	3865	3850	3855	3850	3865	3855	3855
M_{theo2} (MPa)	2340	2245	3565	2715	1730	1875	1975	1860

Tableau III.14. Variation du coefficient de Biot, du coefficient de Skempton et du module de Biot en fonction de la préfissuration à 150°C.

	Avant traitement à 250°C				Après traitement à 250°C			
	D	E	F	Moyenne	D	E	F	Moyenne
b_{theo}	0,77	0,77	0,77	0,77	0,75	0,75	0,74	0,75
b_{exp}	0,85	0,83	0,80	0,83	0,82	0,78	0,83	0,81
B_{exp}	0,176	0,176	0,160	0,171	0,123	0,113	0,115	0,117
B_{theo}	0,165	0,182	0,175	0,174	0,170	0,185	0,171	0,175
M_{exp} (MPa)	3975	3625	3635	3745	2615	2160	2245	2340
M_{theo1} (MPa)	3875	3855	3865	3865	3860	3840	3850	3850
M_{theo2} (MPa)	2885	3725	3525	3380	2540	3290	1605	2480

Tableau III.15. Variation du coefficient de Biot, du coefficient de Skempton et du module de Biot en fonction de la préfissuration à 250°C.

Le Tableau III.16 récapitule les variations des paramètres recensés dans les Tableaux III.14 et III.15. On observe une légère diminution du coefficient de Biot après un cycle thermique à 250°C alors qu'il reste constant après un traitement à 150°C. Cette diminution est attribuée à la microfissuration intramatricielle qui affecte le module d'incompressibilité de la matrice solide après un cycle à 250°C. Les méthodes théoriques et expérimentales expriment

la même tendance d'évolution du coefficient de Biot en fonction de la préfissuration thermique. La Figure III.13 montre des exemples d'essais de décharge en pression interstitielle réalisés avant et après traitement thermique.

	Après traitement à 150°C	Après traitement à 250°C
b_{theo}	0 %	- 2,6 %
b_{exp}	0 %	- 2,4 %
B_{exp}	- 33,3 %	- 31,6 %
B_{theo}	+ 1,7 %	+ 0,4 %
M_{exp} (MPa)	- 37,5 %	- 37,5 %
M_{theo1} (MPa)	0 %	- 0,4 %
M_{theo2} (MPa)	- 31,5 %	- 26,6 %

Tableau III.16. Variation du coefficient de Biot, du coefficient de Skempton et du module de Biot en fonction de la préfissuration thermique.

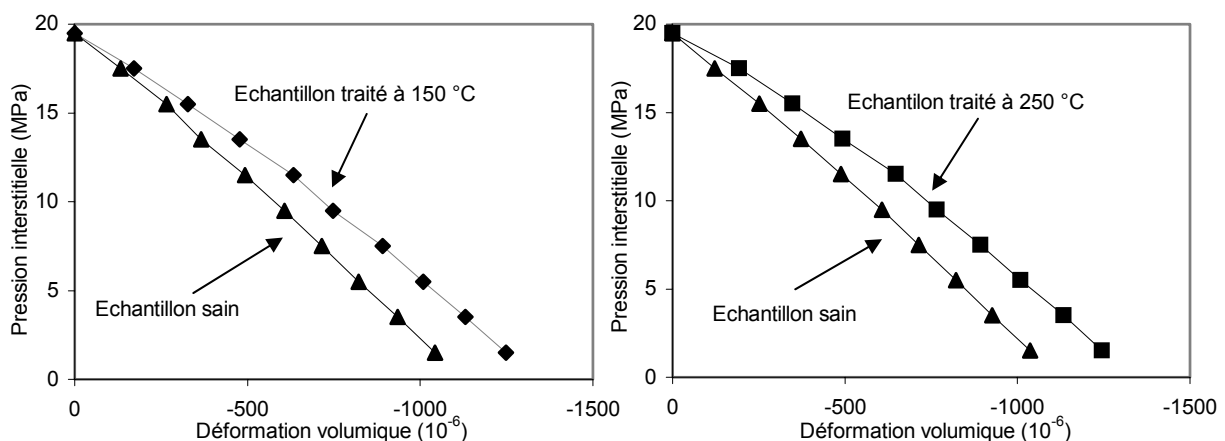


Figure III.13. Essais de décharge en pression interstitielle avant et après traitement thermique (à gauche : préfissuration à 150°C ; à droite : préfissuration à 250°C).

Concernant le coefficient de Skempton, les valeurs expérimentales et théoriques ne donnent pas les mêmes résultats. En effet, nous observons expérimentalement une nette diminution de B_{exp} après un traitement à 150°C et à 250°C alors que la théorie prévoit son invariabilité. La Figure III.14 illustre les résultats obtenus pour B_{exp} . L'évolution de B_{exp} concorde avec l'évolution du module d'incompressibilité non drainé. En effet, nous avons remarqué que K_U est le module d'incompressibilité du squelette qui subit la plus forte variation. Ainsi, la microfissuration induite influence plus fortement le comportement du

squelette dans le cas non drainé que dans le cas drainé. Les surpressions interstitielles engendrées dans le cas non drainé sont moins importantes après préfissuration thermique. Ceci tend à confirmer l'hypothèse selon laquelle des microfissures deviennent accessibles au fluide saturant sous l'effet de la pression interstitielle (ce qui engendre sa dissipation).

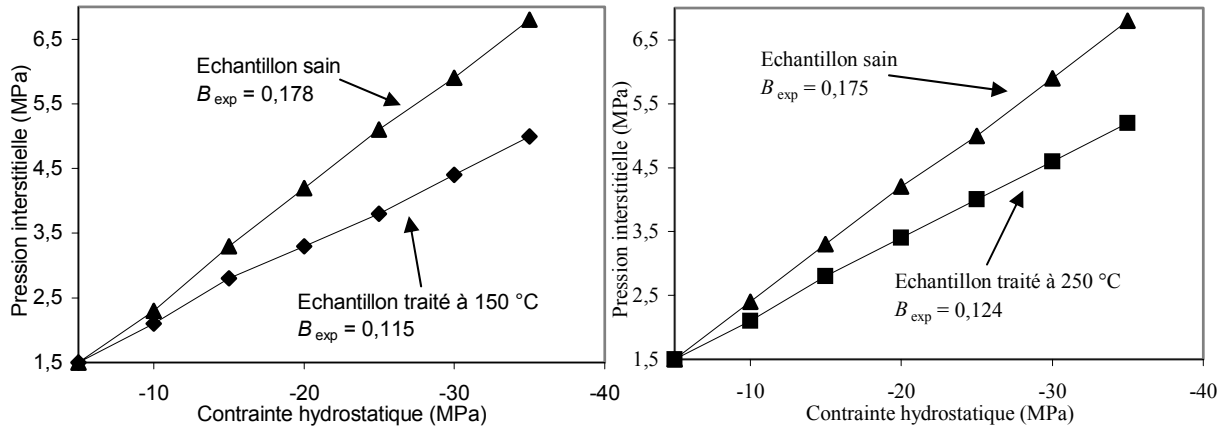


Figure III.14. Détermination du coefficient de Skempton. Essais de compression hydrostatique non drainés avant et après traitement thermique (à gauche : préfissuration à 150°C ; à droite : préfissuration à 250°C).

L'évolution du module de Biot en fonction de la préfissuration thermique suit la même tendance que celle du coefficient de Skempton. Ainsi, nous observons expérimentalement une diminution marquée de M_{exp} (Figure III.15).

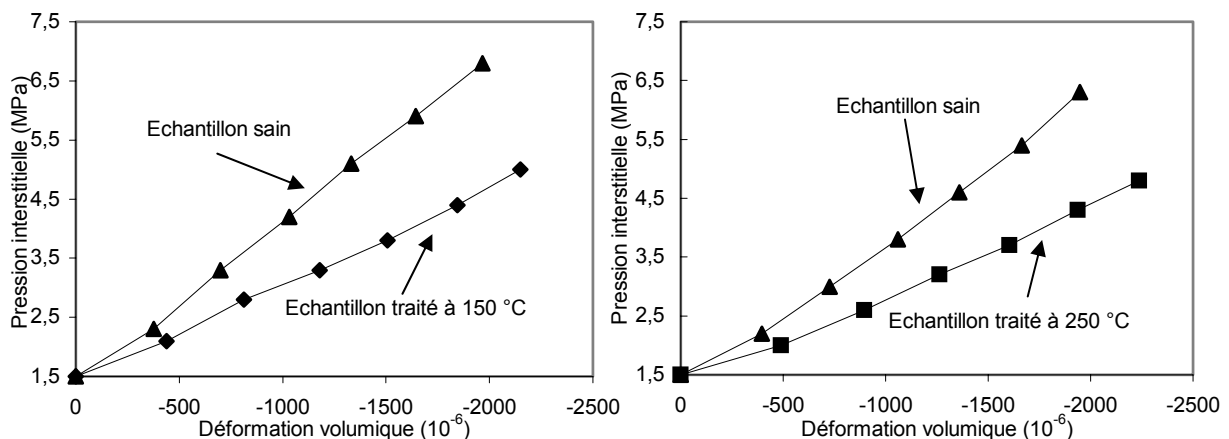


Figure III.15. Détermination du module de Biot. Essais de compression hydrostatique non drainés avant et après traitement thermique (à gauche : préfissuration à 150°C ; à droite : préfissuration à 250°C).

Les valeurs théoriques donnent des résultats contradictoires ; une expression prévoit une invariabilité du module de Biot (M_{theo1}) alors qu'une seconde prévoit sa diminution (M_{theo2}) à l'instar des valeurs expérimentales.

Certaines contradictions sont trouvées lorsque l'on compare les valeurs expérimentales et théoriques calculées après traitement thermique alors que ce n'était pas le cas à l'état sain (*i.e.* avant traitement thermique). Elles concernent le coefficient de Skempton et le module de Biot, c'est-à-dire uniquement des valeurs expérimentales qui sont mesurées à partir des essais non drainés. Ceci semble être la conséquence de la microfissuration induite par les cycles thermiques. En effet, nous évoquons une ouverture progressive de certaines microfissures sous l'effet d'une augmentation de la pression interstitielle qui deviennent alors accessibles au fluide de saturation. Les expressions théoriques qui ne concordent pas avec les valeurs expérimentales sont les suivantes :

$$B_{\text{theo}} = \frac{\frac{1}{K_B} - \frac{1}{K_S}}{\phi \left(\frac{1}{K_{fl}} - \frac{1}{K_S} \right) + \left(\frac{1}{K_B} - \frac{1}{K_S} \right)}, \quad (\text{III.1})$$

$$\frac{1}{M_{\text{theo1}}} = \frac{b - \phi}{K_S} + \frac{\phi}{K_{fl}}. \quad (\text{III.2})$$

Ces deux expressions sont les seules qui font intervenir la porosité connectée et le module d'incompressibilité du fluide saturant. Les valeurs théoriques du coefficient de Skempton B_{theo} et du module de Biot M_{theo1} sont extrêmement dépendantes du terme $\frac{\phi}{K_{fl}}$. La porosité ne variant apparemment pas en fonction de la préfissuration thermique ($\phi = 0,2$), il en résulte une invariabilité des valeurs théoriques.

Ainsi, les phénomènes d'ouverture de microfissures sous l'effet d'une augmentation de la pression interstitielle peuvent traduire des incompatibilités relatives à l'application de certaines relations théoriques. En effet, d'un point de vue poromécanique, les microfissures sont considérées comme liées à l'espace poreux ou alors occluses selon que le fluide interstitiel y ait accès ou non. Dès lors, l'augmentation de la pression interstitielle durant les essais non drainés conduit à une modification progressive de la localisation de certaines microfissures (*i.e.* des microfissures initialement isolées deviennent progressivement liées à

l'espace poreux). Ces phénomènes non linéaires n'étant pas pris en compte dans les relations théoriques, il est donc logique qu'une invariabilité de B_{theo} et de $M_{\text{theo}1}$ soit prévue tandis B_{exp} et M_{exp} subissent une diminution.

CAS PARTICULIERS

Des essais complémentaires de compressions hydrostatiques drainées ont été réalisés à plusieurs niveaux de pression interstitielle sur un échantillon sain qui a ensuite été traité à 150°C puis à 250°C. Nous avons aussi réalisé des essais supplémentaires sur un échantillon qui a été préalablement testé (échantillon D) qui a ensuite subi 5 cycles thermiques successifs à 250°C avant de répéter les essais de compression hydrostatique.

L'effet de la pression interstitielle sur le comportement du squelette a été évalué à partir d'essais de compression hydrostatique drainés menés à différents niveaux de pression interstitielle : 0 ; 0,2 ; 0,5 ; 1 ; 1,5 et 2 MPa. La Figure III.16 présente les résultats obtenus pour l'échantillon à l'état sain.

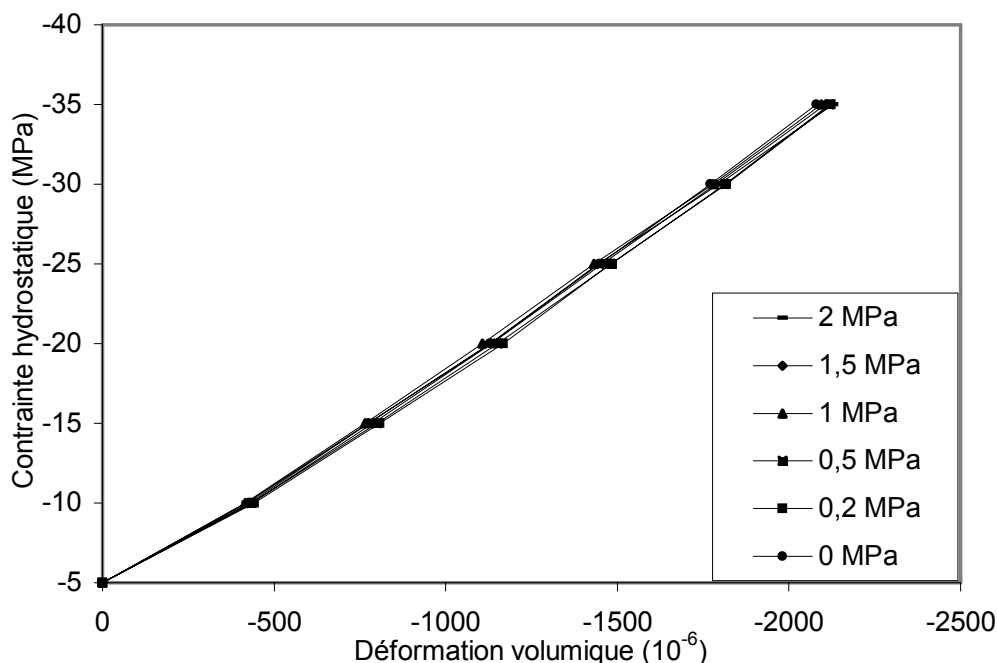


Figure III.16. Essais de compression hydrostatique drainés à différents niveaux de pression interstitielle. Calcaire d'Anstrude à l'état sain.

L'échantillon à l'état sain ne montre pas de dépendance envers la pression du fluide de saturation. La déformation sous compression hydrostatique drainée est identique quelles que soient les pressions interstitielles employées. Cet échantillon a ensuite subi un traitement thermique à 150°C puis à 250°C. Les Figures III.17 et III.18 illustrent le comportement sous sollicitations hydrostatiques de l'échantillon pré-fissuré à 150°C et à 250°C.

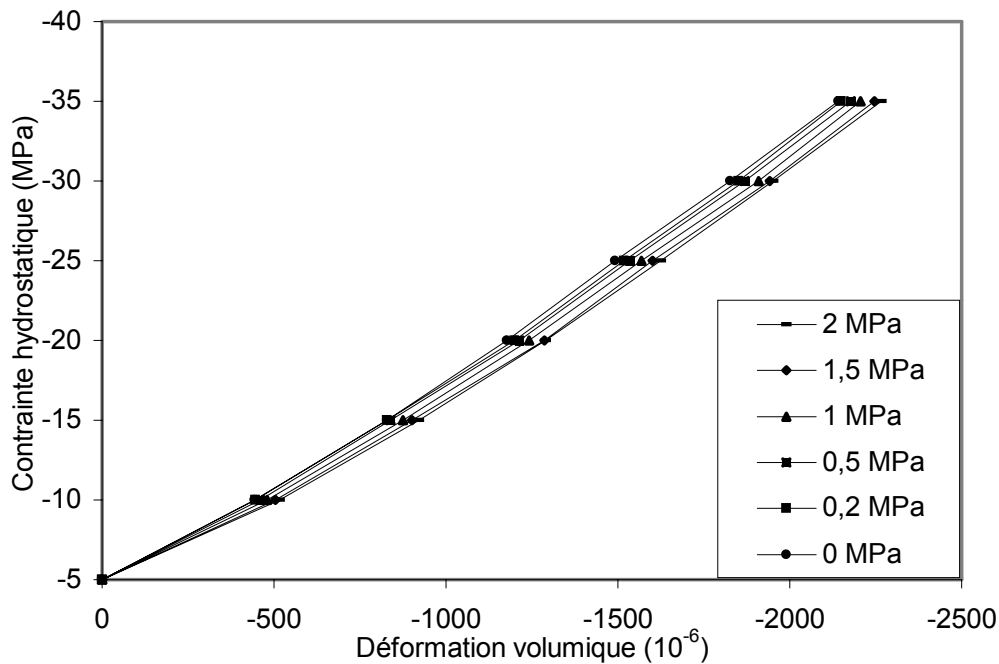


Figure III.17. Essais de compression hydrostatique drainés à différents niveaux de pression interstitielle. Calcaire d'Anstrude pré-fissuré à 150°C.

On remarque que la déformation du squelette du matériau pré-fissuré à 150°C et 250°C diffère de celle du matériau à l'état initial : une augmentation de la pression interstitielle tend à augmenter la déformation volumique. Cette tendance est observée après un traitement à 150°C (Figure III.17) et s'accroît encore après un cycle à 250°C (Figure III.18). Ces essais montrent qu'il y a bien une interaction entre la microfissuration induite et la pression interstitielle. Ainsi, la pression du fluide de saturation tend à provoquer l'ouverture de certaines microfissures. Inversement, lorsque la pression interstitielle est nulle, les microfissures sont fermées et exemptes de fluide interstitiel. L'ouverture ou la fermeture des microfissures dépend donc des niveaux de pression interstitielle et influe sur le comportement du squelette.

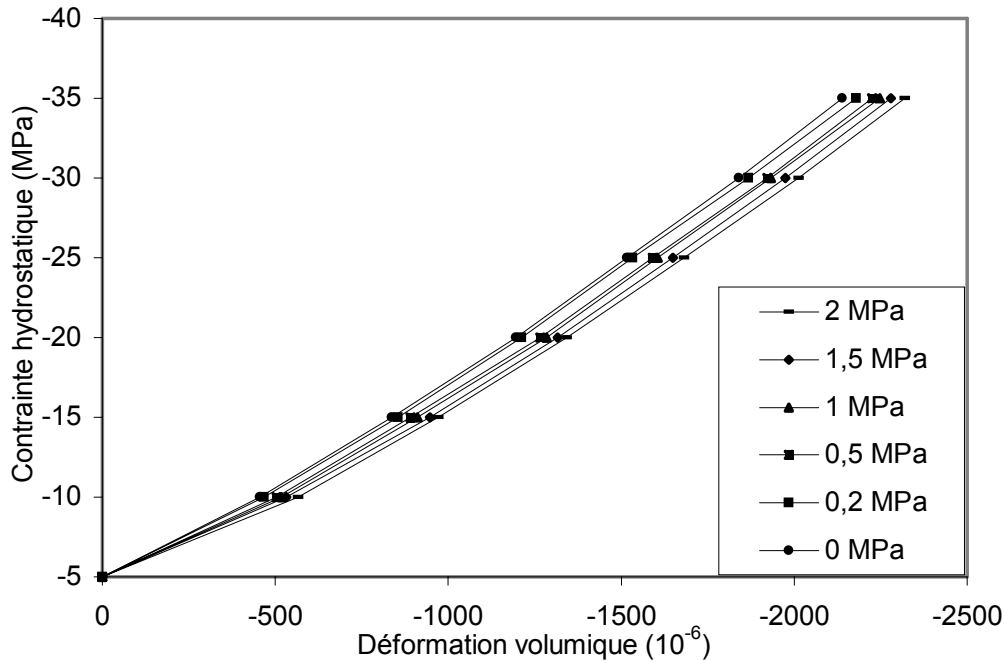


Figure III.18. Essais de compression hydrostatique drainés à différents niveaux de pression interstitielle. Calcaire d'Anstrude préfissuré à 250°C.

Ces essais permettent également de justifier l'écart entre $K_{B(0)}$ et $K_{B(1,5)}$ que nous avons observé après préfissuration thermique. Ainsi, les phénomènes non linéaires liés à l'ouverture et à la fermeture de microfissures sous l'effet de la pression interstitielle expliquent la perte de rigidité du squelette lorsque la pression du fluide saturant augmente (et inversement).

Afin de confirmer les tendances observées après préfissuration thermique, l'échantillon D, qui a préalablement été testé à l'état sain puis après traitement à 250°C, a ensuite subi 5 cycles thermiques successifs à 250°C. Les mesures poromécaniques ont ensuite été réalisées ; le Tableau III.17 présente les résultats obtenus.

On remarque que les propriétés poroélastiques diminuent encore après l'application de plusieurs cycles thermiques successifs à 250°C. Le module d'incompressibilité de la matrice solide atteint la valeur de 52 GPa ce qui signifie qu'une microfissuration intramatricielle a été induite et amplifiée par les cycles thermiques successifs (Figure III.19). Une partie de la microfissuration induite continue d'être accessible au fluide saturant sous l'effet d'une augmentation de pression interstitielle. Ainsi, les surpressions interstitielles engendrées dans le cas non drainé sont plus faibles après l'application de 5 cycles thermiques successifs,

comme en témoigne la diminution du coefficient de Skempton (Figure III.20) et du module de Biot (Figure III.21). Notons par ailleurs que l'on retrouve les mêmes contradictions entre les valeurs théoriques et expérimentales pour le coefficient de Skempton et le module de Biot.

	Echantillon sain	Echantillon traité à 250°C	Echantillon traité successivement à 250°C
$K_{B(0)}$ (GPa)	15,75	15,95	15,95
$K_{B(1,5)}$ (GPa)	15,85	14,85	14,55
K_U (GPa)	17,55	16,30	15,85
K_S (GPa)	70,20	60,80	52,10
b_{theo}	0,77	0,75	0,72
b_{exp}	0,85	0,82	0,80
B_{exp}	0,176	0,123	0,100
B_{theo}	0,165	0,170	0,167
M_{exp} (MPa)	3975	2615	2025
M_{theo1} (MPa)	3875	3860	3845
M_{theo2} (MPa)	2885	2540	2525

Tableau III.17. Propriétés poroélastiques d'un échantillon à l'état initial, après traitement à 250°C et après 5 cycles successifs à 250°C.

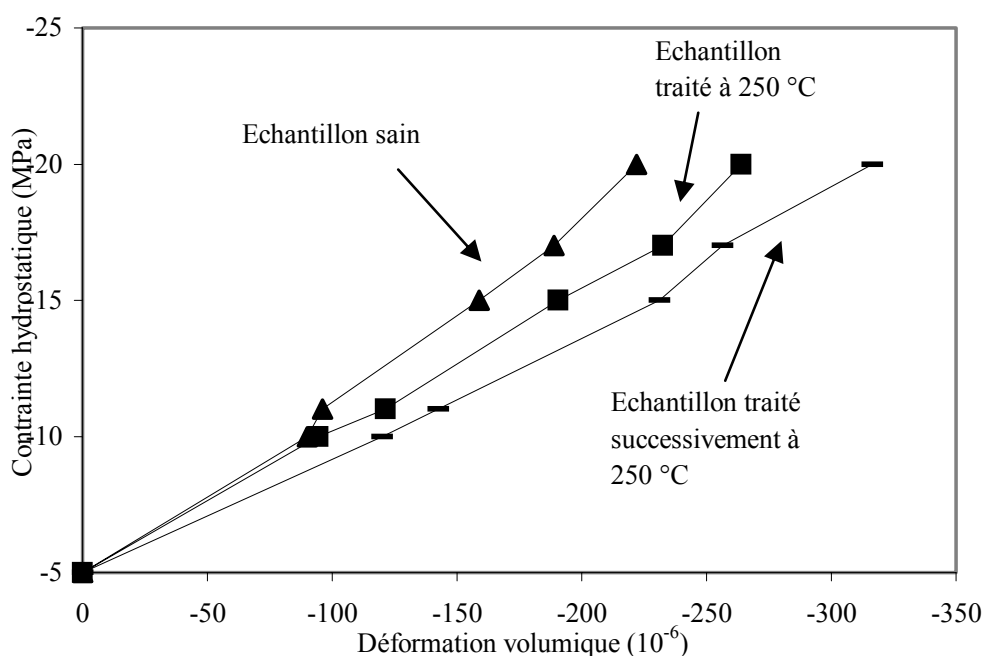


Figure III.19. Essais de compressibilité mixte sur un échantillon à l'état initial, après traitement à 250°C et après 5 cycles successifs à 250°C. Détermination de K_S .

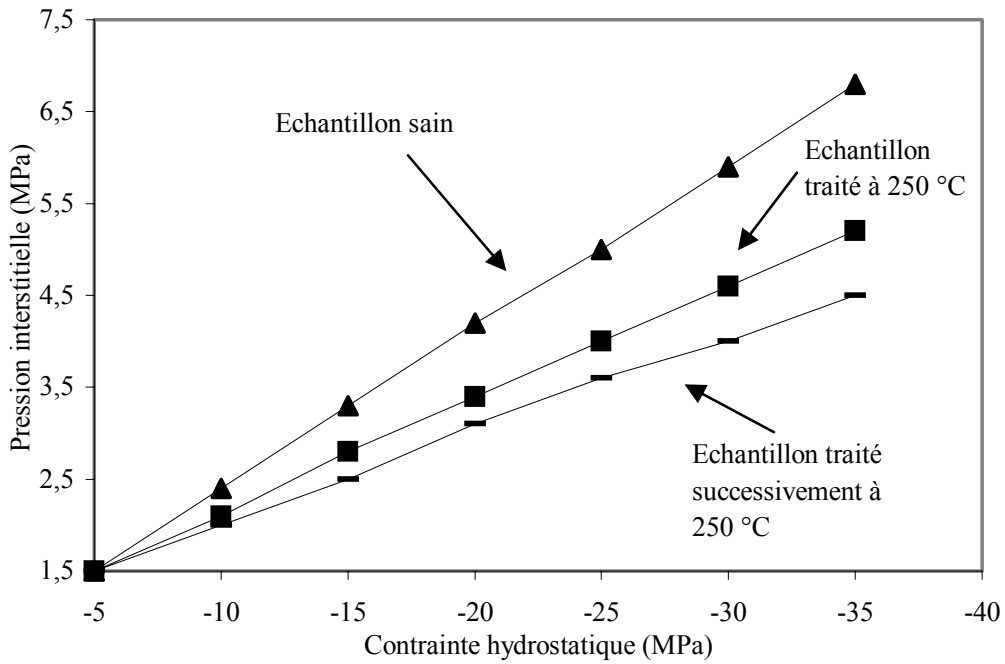


Figure III.19. Essais de compression hydrostatique non drainés sur un échantillon à l'état initial, après traitement à 250°C et après 5 cycles successifs à 250°C. Détermination de B_{exp} .

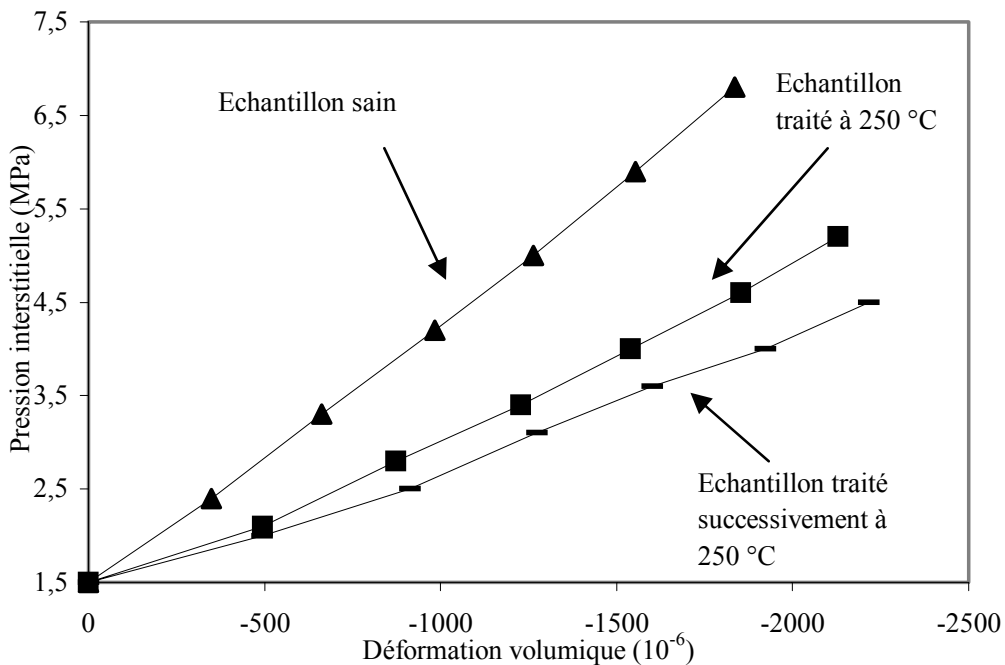


Figure III.20. Essais de compression hydrostatique non drainés sur un échantillon à l'état initial, après traitement à 250°C et après 5 cycles successifs à 250°C. Détermination de M_{exp} .

OBSERVATIONS AU MEB

Afin d'analyser la microstructure du calcaire après préfissuration thermique, des observations au MO et au MEB ont été réalisées. Ces études n'ont pas permis de mettre en évidence les modifications microstructurales de la roche.

Pour les études au MEB, les mêmes échantillons ont été utilisés afin de caractériser la microstructure initiale de la roche puis après traitement thermique à 250°C. Ce sont donc exactement les mêmes zones qui ont été observées. Les analyses microstructurales se sont focalisées à la fois sur les plages micritiques et sparitiques. La Figure III.21 présente des images de sparite avant et après traitement à 250°C. Notons que la différence de contraste entre les deux images vient du fait qu'il a été nécessaire de métalliser à nouveau les échantillons après le traitement thermique.

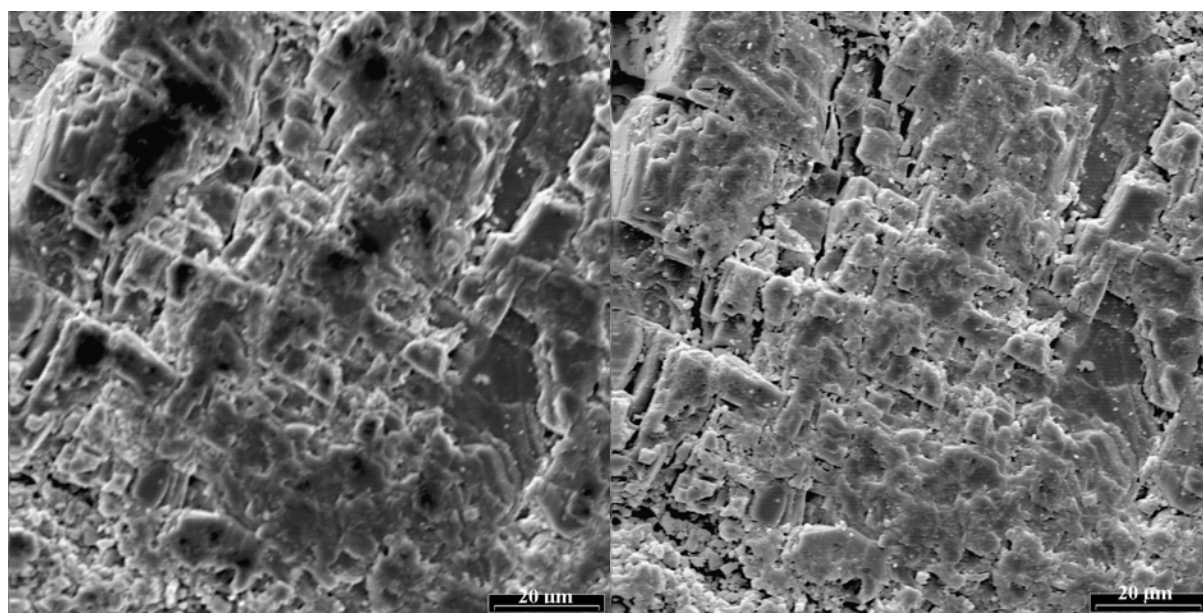


Figure III.21. Etude de la microstructure du calcaire avant (à gauche) et après traitement thermique à 250°C (à droite) : zone sparitique.

Sur la Figure III.21, nous n'observons pas de modifications au sein de la sparite. La Figure III.22 présente des images de micrite avant et après traitement thermique ; les mêmes observations peuvent être faites, à savoir l'absence de modifications apparentes de la microstructure. Le fait que la microfissuration ne soit pas visible durant les observations au MEB peut être dû à la taille et à la refermeture des microfissures. Notons par ailleurs que

Fredrich et *al.* [Fredrich et *al.* 1986] n'avaient pas visualisé de microfissures sur une roche carbonatée traitée thermiquement alors que leur modèle théorique prévoyait la création de microfissures. Cette incohérence avait alors été expliquée par le fait que la roche utilisée avait une granularité très fine ce qui atténuait la formation de microfissures. Dans notre cas, le calcaire d'Anstrude est également une roche à granularité fine. De plus, si les essais mécaniques et pomomécaniques ont mis en évidence la présence de microfissures, il faut souligner qu'ils ont aussi montré que la microfissuration induite n'est pas considérable (en comparant les courbes de compression hydrostatique des échantillons sains et préfissurés par exemple). Ainsi, on peut légitimement considérer qu'il devient difficile de visualiser une microfissuration au sein du matériau.

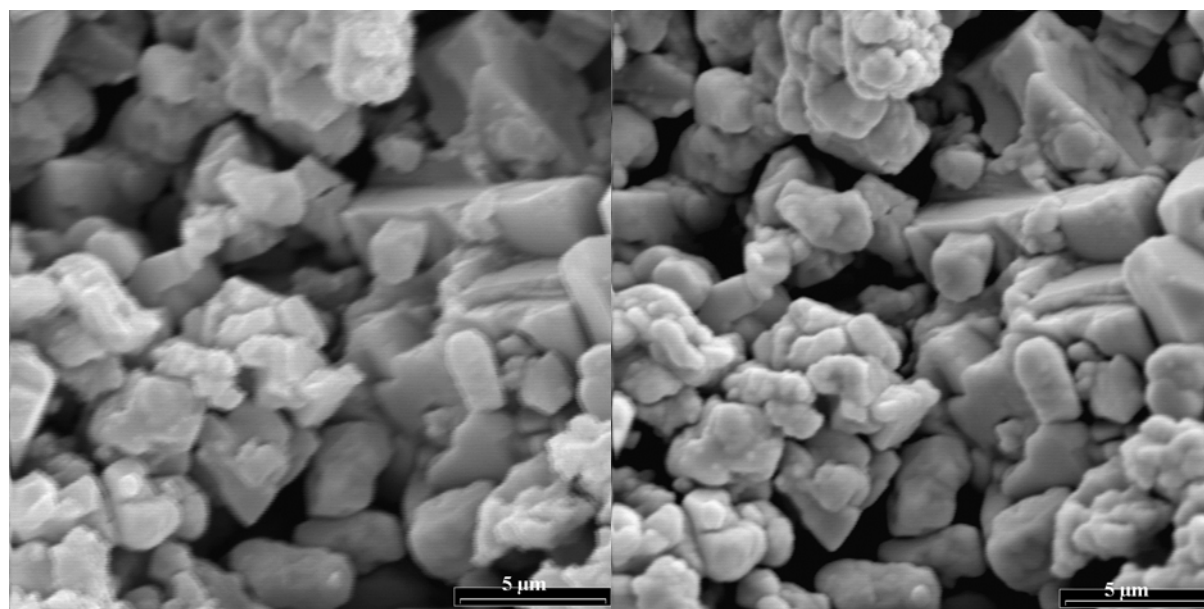


Figure III.21. Etude de la microstructure du calcaire avant (à gauche) et après traitement thermique à 250°C (à droite) : zone micritique.

III.2.5 Contribution de la modélisation micromécanique de l'endommagement à l'interprétation des résultats

L'approche micromécanique et la modélisation du comportement des matériaux microfissurés offrent l'opportunité à la fois d'approfondir l'interprétation de nos résultats mais aussi de confronter un modèle théorique à des valeurs expérimentales. Les travaux de Pensée [Pensée 2002 ; Pensée et *al.* 2001], et dans une large mesure ceux de Dormieux et *al.*

[Dormieux et *al.* 2002] et Deudé [Deudé 2002], constituent la source principale de l'étude que nous avons menée en collaboration avec Djimédo Kondo du Laboratoire de Mécanique de Lille. Précisons qu'il s'agit donc ici d'appliquer un modèle existant à notre problématique.

Nous avons opté pour certaines hypothèses simplificatrices concernant la définition de la microstructure des roches poreuses microfissurées. En effet, dans les paragraphes précédents nous évoquions la présence de plusieurs familles de microfissures : les microfissures connectées à la porosité qui peuvent être fermées ou ouvertes et les microfissures isolées au sein de la matrice solide. Pour la clarté de cette étude, nous faisons abstraction de la localisation des microfissures et donc de leur connectivité ou non avec la porosité et nous considérons que toutes les microfissures ont un état d'ouverture identique. De plus, l'hypothèse d'une densité de microfissures (notée d) modérée est considérée dans le cadre de la modélisation micromécanique. Cette hypothèse permet de mettre en œuvre un schéma d'homogénéisation simple (estimation diluée), en négligeant les termes du second ordre en d . La densité de microfissures d est définie par [Budiansky et *al.* 1976] :

$$d = \frac{Na^3}{V}, \quad (\text{III.3})$$

où N est le nombre de microfissures par unité de volume, a le rayon des microfissures de type penny-shaped et V le volume du V.E.R. (Volume Élémentaire Représentatif).

La schématisation d'un milieu poreux contenant des microfissures distribuées de manière isotrope est illustrée sur la Figure III.22.

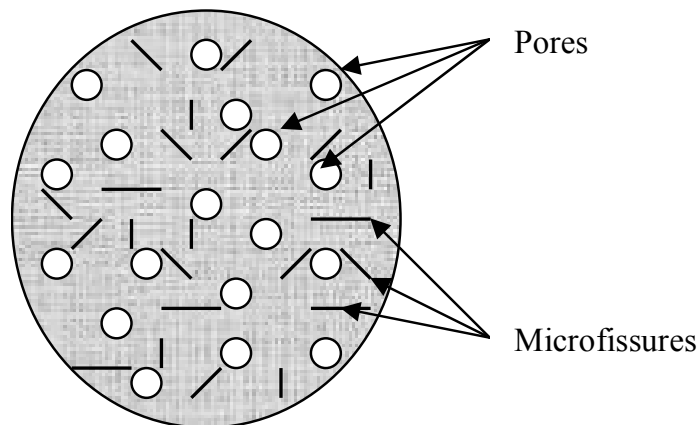


Figure III.22. Volume Élémentaire Représentatif d'un milieu poreux microfissuré.

La démarche micromécanique considérée s'appuie sur les techniques de changement d'échelle, basées sur l'utilisation des tenseurs ; les pores et les microfissures (ouvertes) sont considérées comme des inhomogénéités ellipsoïdales d'élasticité nulle, noyées dans une matrice homogène élastique linéaire isotrope. Cette démarche permet d'aboutir pour le milieu poreux à une formulation macroscopique homogénéisée, fournissant en particulier le tenseur d'élasticité macroscopique du squelette poreux (tenseur noté C). Compte tenu des hypothèses précédentes (isotropie de la matrice solide), en considérant des pores sphériques, le tenseur d'élasticité du squelette poreux s'écrit de la manière suivante :

$$C = 3KJ + 2\mu K, \quad (III.4)$$

où C , J et K sont respectivement les projecteurs usuels de l'espace des tenseurs d'ordre 4 isotropes ayant les symétries des tenseurs d'élasticité (C est le tenseur d'élasticité, J le tenseur sphérique et K le tenseur déviatorique), K et μ sont respectivement le module d'incompressibilité et le module de cisaillement du squelette poreux.

Dans (III.4), le tenseur d'élasticité homogénéisé du squelette poreux, fourni par le schéma dilué, en fonction de la porosité et des propriétés élastiques de la matrice solide est :

$$C = 3K_S \left(1 - \left(1 + \frac{3K_S}{4\mu_S}\right)\phi\right) J + 2\mu_S \left(1 - 5 \frac{3K_S + 4\mu_S}{9K_S + 8\mu_S}\right) K, \quad (III.5)$$

où μ_S et K_S sont respectivement le module de cisaillement et le module d'incompressibilité de la matrice solide.

On se propose de déterminer la densité de microfissures du calcaire d'Anstrude pour l'état initial (état sain) et après traitement thermique à 150 et 250°C et ainsi d'analyser son évolution en fonction de la préfissuration thermique. On s'aidera de l'analyse micromécanique du milieu poreux microfissuré, de manière à quantifier la microfissuration en s'appuyant sur des données expérimentales.

Les essais de compression hydrostatique réalisés sur le squelette du matériau à l'état sec offrent l'opportunité de faire le lien entre l'analyse micromécanique et l'étude expérimentale. En effet, si l'on considère une ouverture identique pour toutes les microfissures, la courbe de

déformation du squelette poreux peut être décomposée comme suit : une phase de serrage linéaire (la linéarité est due au fait que nous considérons un état d'ouverture identique pour toutes les microfissures) de pente K_{ouv} suivie d'une phase linéaire de pente K_{fer} . Le module d'incompressibilité K_{ouv} désigne alors la rigidité du squelette poreux lorsque les microfissures sont ouvertes et le module d'incompressibilité K_{fer} lorsque les microfissures sont fermées. Il va sans dire que K_{fer} correspond alors au module d'incompressibilité du squelette K classiquement déterminé dans la phase élastique linéaire ($K_{fer} = K$). Nous pouvons remarquer que l'application de cette démarche à nos résultats expérimentaux est satisfaisante (Figure III.23).

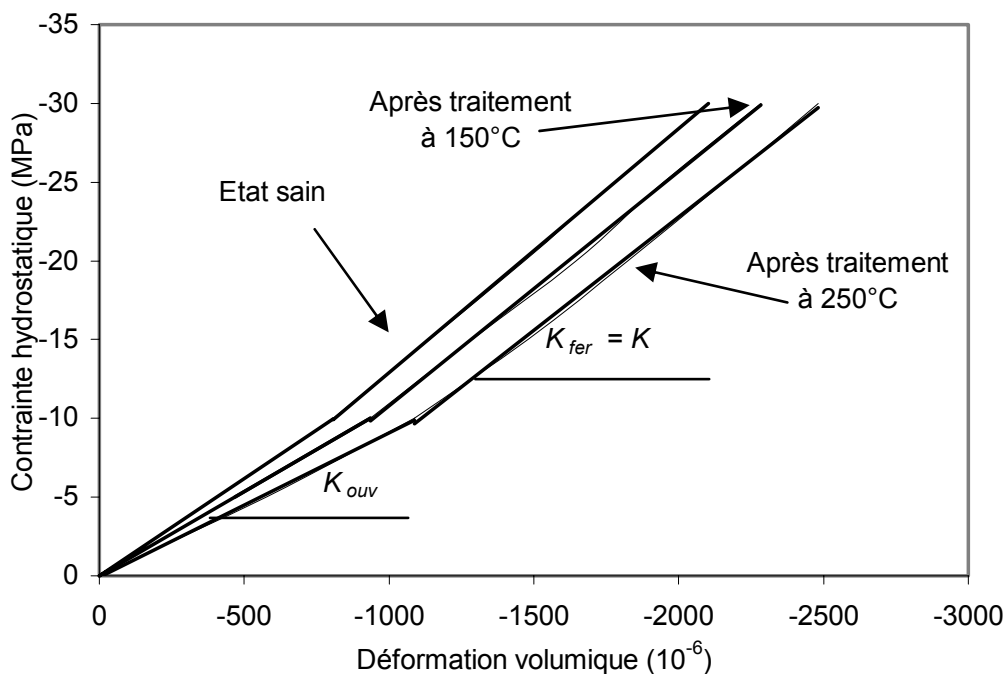


Figure III.23. Essais de compression hydrostatique sur le calcaire d'Anstrude à l'état sain et préfissuré thermiquement. Décomposition des courbes expérimentales en deux phases linéaires (phase de serrage et phase élastique).

Dans le contexte d'une estimation diluée, et pour une distribution isotrope en orientation de la microfissuration, l'analyse micromécanique conduit à formuler le module d'incompressibilité K_{ouv} de la manière suivante [Pensée 2002] :

$$K_{ouv} = K_{fer}(1 - \alpha_1 d) = K(1 - \alpha_1 d), \quad (\text{III.6})$$

d'où :

$$d = \left(1 - \frac{K_{ouv}}{K}\right) \frac{1}{\alpha_1}, \quad (\text{III.7})$$

avec α_1 défini par :

$$\alpha_1 = \frac{16 (1 - \nu^2)}{9 (1 - 2\nu)}, \quad (\text{III.8})$$

où ν est le coefficient de Poisson du squelette poreux.

On voit donc qu'il suffit de connaître les deux modules d'incompressibilité K_{ouv} et K_{fer} et le coefficient de Poisson du squelette poreux ν pour calculer la densité de microfissures. K_{ouv} et K_{fer} sont déterminés à partir des essais de compression hydrostatique (voir Figure III.23) et la valeur de ν peut être déduite des essais de compression uniaxiale que nous avons réalisés. Il est donc possible de calculer directement la densité de microfissures à partir de nos données expérimentales. Néanmoins, nous avons choisi d'aborder différemment cette étude pour tenter d'insister sur l'aspect comparatif entre les analyses théoriques et expérimentales. Pour ce faire, nous nous sommes basés sur les mesures de porosité et les essais de compression hydrostatique menés à l'échelle du squelette poreux (Figure III.23) et de la matrice solide (essais de compressibilité mixte). Ainsi, cette démarche permet d'aboutir à la détermination de plusieurs propriétés poroélastiques (modules d'Young et coefficients de Poisson du squelette poreux et de la matrice,...) dont certaines d'entre elles pourront être comparées avec les valeurs expérimentales que nous avons obtenues à partir des essais de compression uniaxiale (module d'Young et coefficient de Poisson du squelette poreux).

Le Tableau III.18 recense les paramètres déterminés expérimentalement que nous prenons en considération pour l'utilisation du modèle micromécanique. Notons par ailleurs que pour les valeurs du module d'incompressibilité de la matrice solide, nous avons pris la valeur moyenne des 6 échantillons testés à l'état sain ($K_s \approx 63,3$ GPa, voir Tableau III.4) puis nous avons calculé la perte de rigidité de ce module après traitement thermique au moyen des variations observées expérimentalement sur les échantillons préfissurés : K_s diminue de 1,1 % après un traitement à 150°C et de 13,8 % après un traitement à 250°C (voir Tableau III.13).

Cette manière de procéder permet ainsi de «globaliser» les résultats obtenus expérimentalement dans la mesure où, sur les 6 échantillons testés à l'état sain, 3 échantillons ont été testés après traitement à 150°C et les 3 autres après traitement à 250°C.

	K_{ouv} (GPa)	$K_{fer} = K$ (GPa)	K_s (GPa)	ϕ
Etat sain	12,4	15,5	63,3	0,2
Après traitement à 150°C	10,7	14,9	62,0	0,2
Après traitement à 250°C	9,2	14,4	55,0	0,2

Tableau III.18. Valeurs expérimentales adoptées pour l'analyse micromécanique.

En utilisant les expressions (III.4) et (III.5), nous pouvons tout d'abord déterminer la valeur du module de cisaillement de la matrice solide μ_s au moyen de la relation suivante :

$$K = K_s \left(1 - \left(1 + \frac{3K_s}{4\mu_s} \right) \phi \right). \quad (III.9)$$

Il vient :

$$\mu_s = \frac{3K_s}{4 \left(\frac{1}{\phi} \left(1 - \frac{K}{K_s} \right) - 1 \right)}. \quad (III.10)$$

Ensuite, le module de cisaillement du squelette poreux μ peut être calculé :

$$\mu = 2\mu_s \left(1 - 5 \frac{3K_s + 4\mu_s}{9K_s + 8\mu_s} \right). \quad (III.11)$$

Les relations classiques entre les coefficients élastiques permettent alors de déterminer les modules d'Young et les coefficients de Poisson du squelette poreux et de la matrice solide :

$$E = \frac{3\mu}{1 + \frac{\mu}{3K}}, \quad (III.12)$$

$$E_S = \frac{3\mu_S}{1 + \frac{\mu_S}{3K_S}}, \quad (\text{III.13})$$

$$\nu = \frac{3K - E}{6K}, \quad (\text{III.14})$$

$$\nu_S = \frac{3K_S - E_S}{6K_S}, \quad (\text{III.15})$$

où E et E_S sont respectivement les modules d'Young du squelette poreux et de la matrice solide, ν et ν_S les coefficients de Poisson du squelette poreux et de la matrice solide.

Le Tableau III.19 présente les valeurs théoriques obtenues ; les résultats expérimentaux tirés des essais de compression uniaxiale sont également donnés à titre de comparaison.

	Paramètres déterminés théoriquement						Paramètres mesurés expérimentalement	
	μ_S (GPa)	μ (GPa)	E_S (GPa)	E (GPa)	ν_S	ν	E (GPa)	ν
Etat sain	17,1	10,8	47,0	26,4	0,38	0,22	25,0	0,26
Après traitement à 150°C	16,6	10,5	45,8	25,6	0,38	0,21	25,0	0,25
Après traitement à 250°C	15,3	9,7	42,1	23,8	0,37	0,22	23,7	0,24

Tableau III.19. Comparaison entre les propriétés déterminées suivant le modèle micromécanique et celles mesurées par essais de compression uniaxiale.

La première observation que l'on peut faire concerne la bonne corrélation entre les valeurs théoriques et expérimentales pour le module d'Young et le coefficient de Poisson du squelette poreux. Les valeurs théoriques de E montrent que ce paramètre diminue avec les traitements thermiques, comme cela a été observé expérimentalement. Par contre, les valeurs théoriques de ν ne suivent pas cette tendance : ν reste invariable et proche de 0,22. Il en va de même pour le coefficient de Poisson de la matrice solide qui n'évolue pas avec les traitements thermiques, sa valeur reste constante et égale à $\nu_S = 0,38$. Cette valeur peut paraître élevée si on la compare à la valeur du coefficient de Poisson de la calcite que l'on peut trouver dans la littérature ($\nu_{calcite} = 0,28$) [CFMR 2000]. Néanmoins, elle semble cohérente au regard des autres propriétés élastiques de la matrice solide, comparativement à celles de la calcite pure.

En effet, le module d'incompressibilité et le module d'Young de la matrice solide à l'état sain ($K_S = 63,3$ GPa et $E_S = 47$ GPa), qui se rapprochent des propriétés mécaniques de la calcite ($K_{calcite} \approx 75$ GPa et $E_{calcite} \approx 84$ GPa) [CFMR 2000], montrent que la matrice solide ne peut pas être complètement assimilée au minéral qui la compose, ne serait-ce qu'à cause de la présence de certains vides occlus. Dès lors, les propriétés élastiques de la matrice solide semblent en accord avec la définition de la matrice poreuse d'une roche carbonatée.

La préfissuration thermique influence principalement le module d'Young et le module de cisaillement, que ce soit pour la matrice solide ou le squelette poreux. Par exemple, E_S est égal à 47 GPa à l'état initial et vaut 42 GPa après un traitement à 250°C.

Le calcul de la densité de microfissures peut être effectué aussi bien avec le coefficient de Poisson du squelette poreux déterminé théoriquement que celui mesuré expérimentalement. Dans les deux cas, les valeurs de α_1 sont déterminées au moyen de l'expression (III.8) et les valeurs de la densité de microfissures à partir de l'équation (III.7). Les résultats sont présentés dans le Tableau III.20 ; on remarque que les valeurs obtenues pour la densité de microfissuration sont identiques pour les deux méthodes.

	Utilisation de ν déterminé théoriquement			Utilisation de ν mesuré expérimentalement		
	ν	α_1	d	ν	α_1	d
Etat sain	0,22	2,98	0,067	0,26	3,45	0,058
Après traitement à 150°C	0,21	2,96	0,095	0,25	3,33	0,085
Après traitement à 250°C	0,22	3,06	0,120	0,24	3,22	0,112

Tableau III.20. Détermination de la densité de microfissures d .

La densité de microfissures augmente avec la température de préfissuration, elle passe environ de 0,06 initialement à 0,12 après traitement à 250°C. Ces résultats confirment la microfissuration engendrée par les cycles thermiques mais aussi le fait que la densité de microfissures reste modérée, ce qui justifie à posteriori l'hypothèse d'un schéma dilué pour la modélisation micromécanique et est en accord avec les conclusions tirées des essais (poro)mécaniques et des observations au MEB.

III.3 Evolution de la perméabilité du calcaire d'Anstrude sous températures élevées

Nous avons mesuré la perméabilité du calcaire d'Anstrude dans une gamme de températures allant de la température ambiante (25°C) à 200°C. Des mesures intermédiaires ont également été réalisées à 110°C. Pour ces essais, la contrainte hydrostatique a été fixée à 4 MPa. La méthode expérimentale, qui est décrite au Chapitre II, consiste à faire percoler du gaz (argon) au sein de l'échantillon, il s'agit donc de mesures de perméabilité apparente. Afin d'estimer l'effet Klinkenberg ainsi que son évolution en fonction de la température, nous avons réalisé deux mesures de perméabilité apparente pour chaque niveau de température : l'une en injectant le gaz à 1,5 MPa et l'autre en l'injectant à 1 MPa. Nous avons tenté de réaliser une troisième mesure avec une pression d'injection plus basse que 1 MPa pour obtenir une évaluation plus précise de l'effet Klinkenberg mais nous avons été confrontés à des problèmes d'ordre technique. En effet, le temps d'homogénéisation de la pression du gaz au sein de l'échantillon augmente lorsque la pression d'injection diminue. Dans notre cas, réaliser une troisième mesure avec une pression d'injection inférieure à 1 MPa devenait problématique dans le sens où nous ne pouvions pas répéter successivement cette mesure et ainsi vérifier la validité des résultats. Nous nous sommes alors contentés des mesures avec les deux pressions d'injection données précédemment. Soulignons tout de même que ces mesures sont suffisantes pour estimer les tendances de variation de la perméabilité apparente en fonction de la pression moyenne de gaz. A ce propos, notons que la pression de gaz moyenne au sein de l'échantillon vaut environ 0,8 MPa ou 0,6 MPa pour une pression d'injection respectivement égale à 1,5 MPa ou 1 MPa (le gaz sort à pression atmosphérique à une extrémité de l'échantillon).

La Figure III.24 présente les résultats obtenus pour les mesures de perméabilité apparente ainsi que la détermination des valeurs de la perméabilité intrinsèque suivant le principe de Klinkenberg. On remarque que la perméabilité apparente augmente avec la température. L'effet Klinkenberg s'accroît également en fonction de la température, il en résulte une augmentation du coefficient de Klinkenberg (Figure III.25) qui vaut initialement (à 25°C) 0,26 MPa et est égal à 0,70 MPa à 200°C. Le Tableau III.21 récapitule les résultats expérimentaux présentés graphiquement sur les Figures III.24 et III.25.

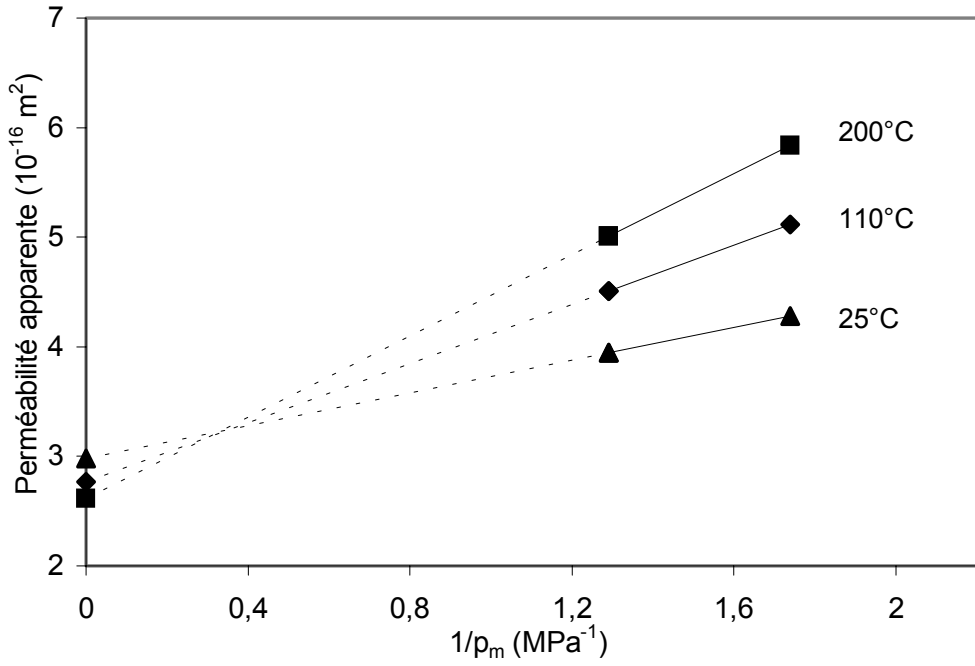


Figure III.24. Variation de la perméabilité apparente mesurée à 25°C, 110°C et 200°C, en fonction de l'inverse de la pression moyenne de gaz.

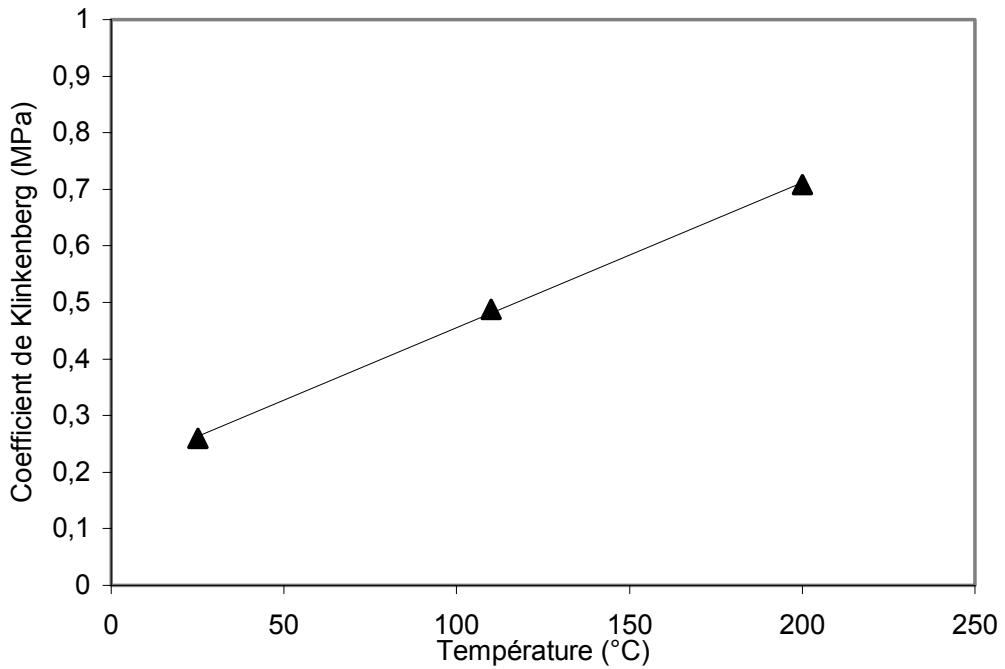


Figure III.25. Variation du coefficient de Klinkenberg en fonction de la température.

Température (°C)	k_a (m ²)	k_a (m ²)	k (m ²)	β (MPa)
	Pression d'injection égale à 1,5 MPa	Pression d'injection égale à 1 MPa		
25	$4,3 \cdot 10^{-16}$	$3,9 \cdot 10^{-16}$	$3,0 \cdot 10^{-16}$	0,26
110	$5,1 \cdot 10^{-16}$	$4,5 \cdot 10^{-16}$	$2,8 \cdot 10^{-16}$	0,49
200	$5,8 \cdot 10^{-16}$	$5,0 \cdot 10^{-16}$	$2,6 \cdot 10^{-16}$	0,70

Tableau III.21. Valeurs de la perméabilité apparente, de la perméabilité intrinsèque et du coefficient de Klinkenberg entre 25°C et 200°C.

Dès lors que l'on applique le principe de Klinkenberg, on remarque que la perméabilité intrinsèque suit une toute autre tendance que la perméabilité apparente en fonction de la température. En effet, la perméabilité intrinsèque subit une légère diminution lorsque la température augmente (Figure III.26).

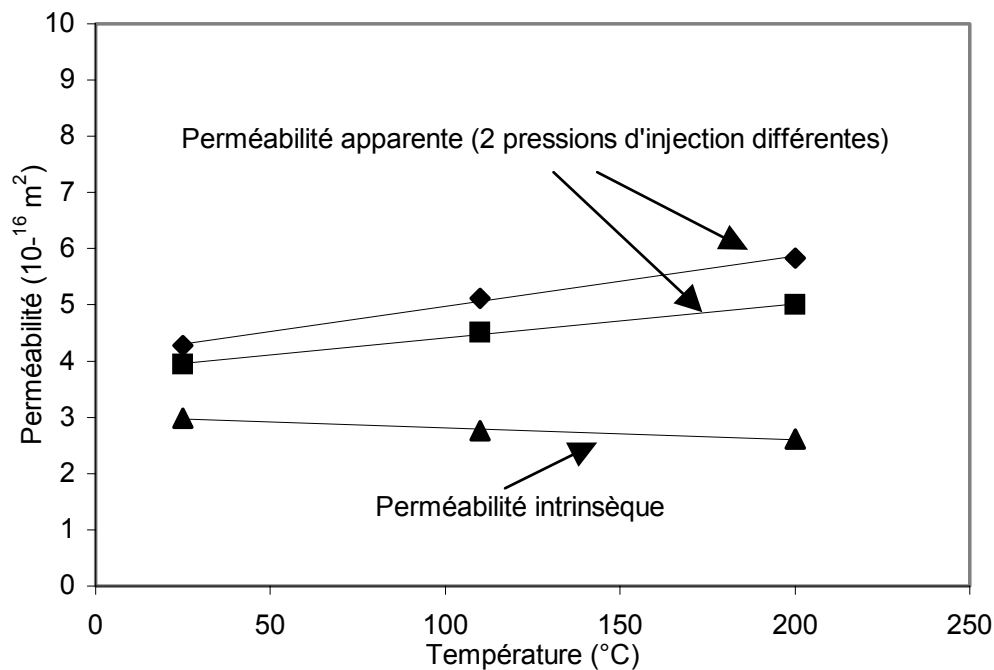


Figure III.26. Variation de la perméabilité apparente et de la perméabilité intrinsèque en fonction de la température.

Ces résultats sont en accord avec ceux de Wei *et al.* [Wei *et al.* 1986] obtenus sur des grès et pour lesquels ils observaient une invariabilité de la perméabilité intrinsèque et une

augmentation marquée de la perméabilité apparente (et de l'effet Klinkenberg) en fonction de la température.

La légère diminution de la perméabilité intrinsèque du calcaire d'Anstrude avec la température est attribuée aux phénomènes de densification thermique qui causent une dilatation libre des grains dans les vides, réduisant ainsi le volume poreux sous température. Cela montre également que la température ne crée pas un réseau de fissures interconnectées au sein du matériau. Les augmentations de l'effet Klinkenberg et de la perméabilité apparente avec la température sont attribuées au fait que l'agitation moléculaire des particules de gaz s'intensifie lorsque la température augmente (*i.e.* le libre parcours moyen des molécules de gaz augmente avec la température) ; Wei et *al.* [Wei et *al.* 1986] ont d'ailleurs validé cette explication par rapport à leurs propres résultats. Dans notre cas, on peut ajouter que la densification thermique (et donc la réduction du rayon moyen des pores) peut aussi prendre part à l'accentuation de l'effet Klinkenberg.

Conclusion

Ce chapitre a tout d'abord été consacré à la caractérisation des propriétés hydrauliques, mécaniques et poromécaniques du calcaire d'Anstrude à l'état initial puis après traitement thermique. L'invariabilité de la perméabilité avec la préfissuration thermique a permis de conclure à l'absence de création d'un réseau de microfissures connectées les unes aux autres. Néanmoins, les essais de compressions uniaxiale et hydrostatique ont montré qu'une microfissuration était engendrée par les cycles thermiques : les propriétés élastiques (module d'Young, coefficient de Poisson) diminuent et les phases de fermeture des microfissures subissent un accroissement.

Les essais poromécaniques ont confirmé la création d'une microfissuration avec les traitements thermiques ; ils ont permis par ailleurs d'étudier la localisation des microfissures. Ainsi, nous avons pu mettre en évidence la présence simultanée de microfissures intramatricielles (isolées) et de microfissures connectées à l'espace poreux. La microfissuration isolée affecte directement le comportement de la matrice solide : le module d'incompressibilité de la matrice solide passe de 63 GPa (état initial) à environ 53 GPa après un traitement thermique à 250°C. La microfissuration connectée à l'espace poreux affecte le squelette du matériau de façon plus complexe. En effet, nous avons observé que la pression du fluide interstitiel influençait l'ouverture et la fermeture de ces microfissures. Ces phénomènes non linéaires ont alors montré que la localisation de ces microfissures dépendait de la pression interstitielle : les microfissures deviennent progressivement accessibles au fluide saturant au fur et à mesure que la pression interstitielle augmente. Cela montre en fait que l'état de microfissuration du matériau dépend de la pression interstitielle.

Les phénomènes d'ouverture et de fermeture des microfissures connectées à l'espace poreux guident l'évolution des propriétés poroélastiques. Par exemple, une diminution marquée des propriétés déterminées à partir des essais non drainés (coefficient de Skempton, module de Biot, module d'incompressibilité non drainé) est observée après préfissuration thermique, elle résulte de l'ouverture progressive des microfissures connectées à l'espace poreux sous l'effet des surpressions interstitielles engendrées.

Ensuite, l'utilisation d'un modèle micromécanique a permis de déterminer la densité des microfissures pour le matériau sain, préfissuré à 150°C et à 250°C. Une augmentation progressive de celle-ci en fonction des cycles thermiques a été remarquée. De plus, les valeurs

obtenues pour la densité des microfissures confirment le fait que la microfissuration induite n'est pas considérable (ce qui avait été déduit des essais hydrauliques et mécaniques ainsi que des observations au MEB).

L'intérêt de l'utilisation d'un modèle micromécanique était également de comparer les études expérimentales et théoriques, permettant ainsi de vérifier leur fiabilité respective. La concordance et la cohérence des résultats sont très satisfaisantes.

Enfin, dans le dernier paragraphe de ce chapitre, nous avons présenté les mesures de perméabilité réalisées sous températures élevées sur le calcaire d'Anstrude. Une augmentation marquée de la perméabilité apparente a été observée en fonction de la température. Cependant, lorsque la perméabilité intrinsèque a été déduite selon le principe de Klinkenberg, nous avons pu remarquer qu'elle était quasiment invariable.

En effet, la perméabilité intrinsèque diminue légèrement avec la température ; cette variation est attribuée aux phénomènes de densification thermique. L'augmentation de la perméabilité apparente avec la température a été attribuée à l'accentuation de l'agitation moléculaire du gaz. Ce phénomène semble guider la variation de l'effet Klinkenberg en fonction de la température dans la mesure où la microstructure de la roche ne subit pas de modifications notables.

CHAPITRE IV

Application aux matériaux à matrice cimentaire - Influence de la température sur la perméabilité d'un mortier

Introduction

Les matériaux de construction sont parfois soumis à des températures élevées, qu'il s'agisse des incendies ou de certaines activités industrielles et particulièrement l'industrie nucléaire. Ainsi, le stockage ou l'entreposage des déchets radioactifs utilise généralement des matériaux à matrice cimentaire comme barrières imperméables au sein desquelles la température peut atteindre 200/250°C [Farage et al. 2003]. Il faut donc s'assurer que les matériaux utilisés gardent des caractéristiques hydrauliques satisfaisantes, c'est-à-dire une faible perméabilité, sous des conditions thermiques extrêmes.

L'objectif de l'étude présentée dans ce chapitre est donc de transposer à un matériau à matrice cimentaire les travaux que nous avons réalisés sur le calcaire d'Anstrude. Le matériau que nous avons choisi est un mortier normalisé (E/C = 0,5) qui a été confectionné et utilisé par Ismael Yurtdas dans le cadre de son doctorat à l'Ecole Centrale de Lille [Yurtdas 2003]. Les travaux que nous avons menés sur ce mortier concernent exclusivement le comportement hydraulique. Ainsi, la campagne expérimentale comprend la réalisation d'essais de perméabilité au gaz après traitement thermique et sous températures élevées. Les procédures expérimentales sont quasiment identiques à celles qui avaient été employées pour le calcaire d'Anstrude (se référer au chapitre II pour trouver le détail des méthodes expérimentales).

L'effet de la température sur les matériaux à matrice cimentaire est complexe du fait qu'ils contiennent de l'eau sous différentes formes. Les premiers paragraphes de ce chapitre ont pour but de rappeler la microstructure des mortiers et des bétons ainsi que de recenser les effets de la température dans la gamme 25-250°C. Dans un deuxième temps, les procédures expérimentales sont évoquées pour les cycles thermiques et les mesures sous température.

Le paragraphe suivant aborde l'effet des cycles thermiques (pré-fissuration thermique) sur la perméabilité du mortier. Cette étude a été réalisée dans le cadre d'un stage de DEA [Sersar 2003] dont j'ai assuré l'encadrement en collaboration avec Zoubair Lafhaj. L'objectif de ce travail est d'apporter une contribution à la caractérisation expérimentale des propriétés hydrauliques résiduelles : il porte sur l'évaluation de la perméabilité au gaz d'un mortier soumis à deux niveaux de température (150°C et 250°C). Les mesures de perméabilité sont réalisées à différents niveaux de pression de gaz mais aussi à différents niveaux de contrainte

hydrostatique. En parallèle, des mesures de porosité sous vide sont effectuées afin de suivre l'évolution de la microstructure du mortier en fonction de la température de préfissuration.

Enfin, le dernier paragraphe traite de l'évolution de la perméabilité du mortier sous températures élevées. Les mesures de la perméabilité des matériaux à matrice cimentaire sous température sont très rares et les quelques exemples trouvés dans la littérature diffèrent de nos méthodes expérimentales. En effet, notre objectif est de mesurer la perméabilité d'un mortier jusqu'à 200°C sans qu'il y ait d'interaction physico-chimique entre la matrice cimentaire et le fluide de percolation. Ainsi, seules les modifications microstructurales du mortier sous l'effet de la température définissent les facteurs d'influence quant à la variation de la perméabilité. Or, tous les exemples trouvés dans la littérature traitent de l'évolution de la perméabilité à l'eau des bétons jusqu'à des températures voisines de 100°C. Dans ce cas, l'eau induit des phénomènes de dissolution/précipitation et un réarrangement de la structure poreuse (colmatage des pores et des microfissures).

En outre, ces mesures portent un intérêt quant à l'utilisation diversifiée du dispositif sous température que nous avons spécialement conçu dans le cadre de ce travail. En effet, les travaux réalisés sur le mortier permettent de tester notre dispositif dans un contexte nouveau (*i.e.* avec un matériau différent du calcaire d'Anstrude) et aussi d'apporter une contribution quant à l'étude du comportement hydraulique des matériaux à matrice cimentaire sous températures élevées.

IV.1 Evolution de la microstructure des matériaux à matrice cimentaire en fonction de la température

IV.1.1 Brefs rappels sur la microstructure des matériaux à matrice cimentaire

Les bétons et les mortiers sont des matériaux composés de deux phases solides distinctes qui sont les granulats et la pâte de ciment durcie. La phase liquide apparaît également dans la composition des matériaux à matrice cimentaire : l'eau est un élément essentiel qui peut se trouver sous différentes formes au sein du matériau durci.

La pâte de ciment durcie résulte de la réaction d'hydratation entre les composants du ciment et l'eau ; elle est essentiellement composée de dentrites de CSH (silicates de calcium hydratés) et de portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Les CSH, qui représentent le principal constituant de la pâte de ciment durcie, sont généralement définis comme des particules lamellaires composées de 2 ou 3 feuillets chacune. Le modèle de Feldman et Sereda [Feldman et *al.* 1968], revu ensuite par Sierra [Sierra 1974], montre la structuration des particules de CSH (Figure IV.1).

La porosité de la pâte de ciment durcie peut se décomposer en deux familles de pores : les pores des hydrates et les pores capillaires. Ainsi, la présence de l'eau au sein de la pâte de ciment durcie peut se trouver sous trois formes différentes :

- l'eau libre qui se trouve dans les pores capillaires et qui échappe aux forces superficielles des particules solides,
- l'eau liée qui se combine par réaction d'hydratation avec les grains de ciment et qui entre dans la composition des hydrates,
- l'eau adsorbée qui est fixée aux particules solides (de manière physique ou chimique).

Dans le cas des bétons et des mortiers, la microstructure de la pâte de ciment durcie est modifiée du fait de la présence de granulats. En effet, il en résulte la création de zones fortement poreuses situées aux interfaces pâte/granulats. Ces zones ont un caractère fragilisant pour le matériau et sont appelées auréoles de transition.

X-EAU INTERFEUILLET
 O-EAU ADSORBÉE
 A-LIAISON INTERPARTICULAIRE
 B-FEUILLET DE C-S-H

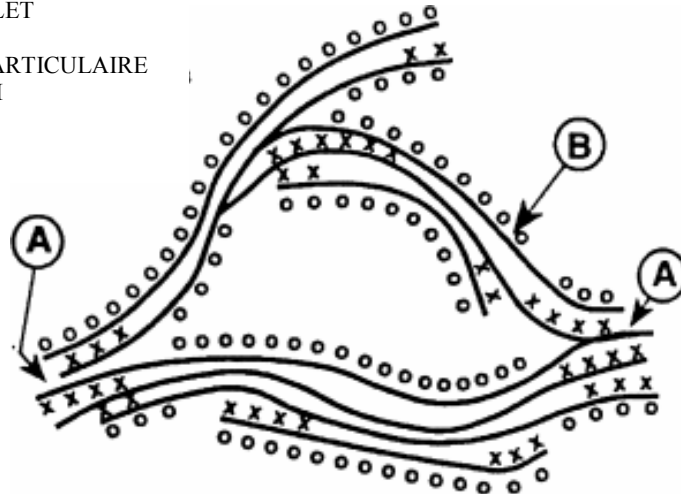


Figure IV.1. Modèle de Feldman et Sereda, revu par Sierra [Sierra 1974].

La microstructure des matériaux à matrice cimentaire est récapitulée et schématisée sur la Figure IV.2.

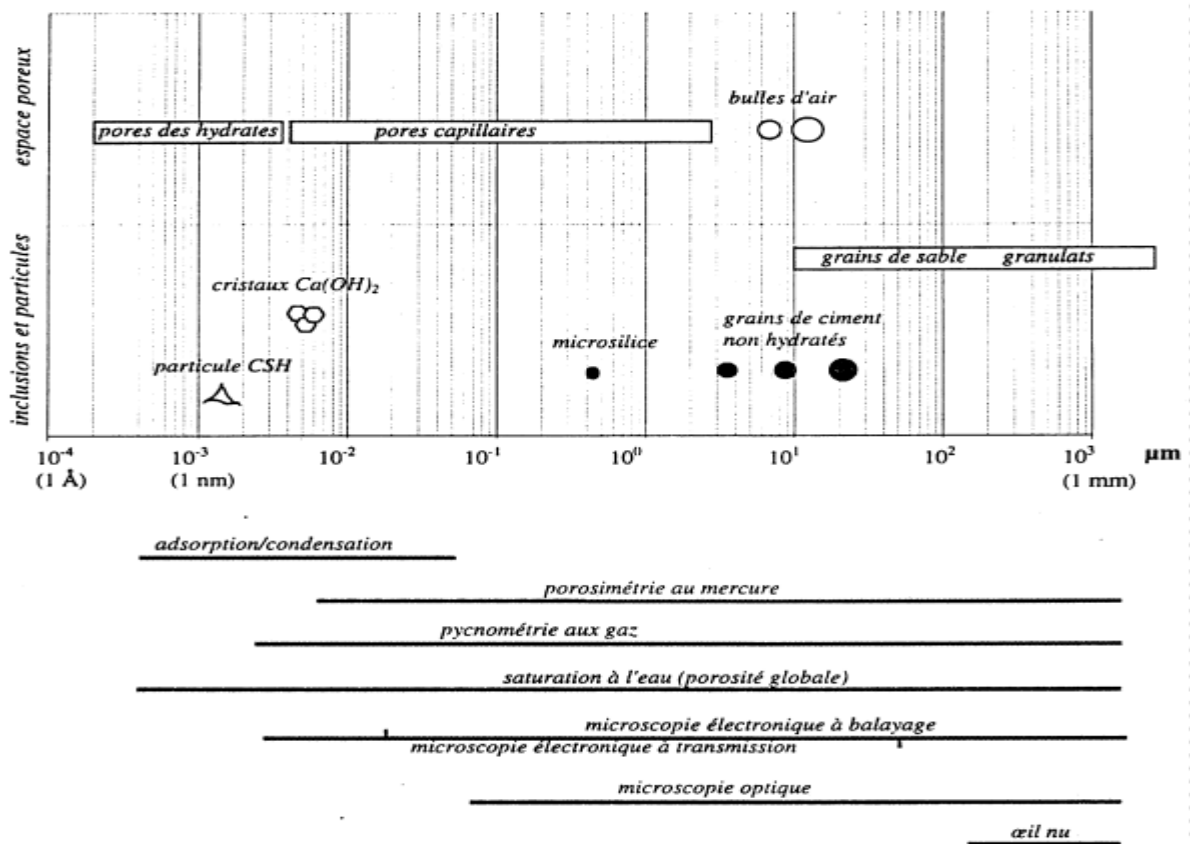


Figure IV.2. Microstructure des matériaux à matrice cimentaire [Tsimbrovska 1998].

IV.1.2 Effets de la température

Les modifications microstructurales des matériaux à matrice cimentaire sous l'effet de la température sont essentiellement dues au fait qu'ils contiennent de l'eau. Deux types de phénomènes peuvent être considérés :

- les transformations physico-chimiques,
- la déformation thermique.

Les phénomènes physico-chimiques qui interviennent dans les matériaux à matrice cimentaire jusqu'à des températures de 250°C (température maximale atteinte dans le cadre de notre étude) sont les suivants [Noumowé 1995 ; Tsimbrovska 1998] :

- entre 30°C et 120°C : départ de l'eau libre et une partie de l'eau adsorbée. A 120°C, l'eau non liée est complètement éliminée,
- entre 180°C et 300°C : première étape de déshydratation du gel CSH correspondant au départ de l'eau liée.

Selon certains auteurs [Harmathy 1970 ; Lachaud 1968], les phénomènes de déshydratation des CSH interviennent à partir de 105°C. Les différentes étapes de déshydratation citées précédemment apparaissent alors comme des conventions plus ou moins grossières.

Dans les matériaux à matrice cimentaire, et plus particulièrement les mortiers et les bétons, des phénomènes d'incompatibilité de déformation peuvent exister entre les différents constituants [Venecanin 1990], ce qui provoque la création de microfissures. En effet, la pâte de ciment et les granulats ne subissent pas les mêmes déformations thermiques. Les granulats subissent toujours, pour une augmentation de température, une dilatation thermique volumique positive [Noumowé 1995]. Par contre, la pâte de ciment subit tout d'abord une expansion jusqu'à une température proche de 150°C puis une contraction liée au départ de l'eau (Figure IV.3) [Cruz et *al.* 1980]. Le comportement particulier de la pâte de ciment montre en fait que les mortiers et les bétons doivent être sensibles à la température dans la

mesure où la déformation thermique de chacun des constituants doit provoquer la création de microfissures.

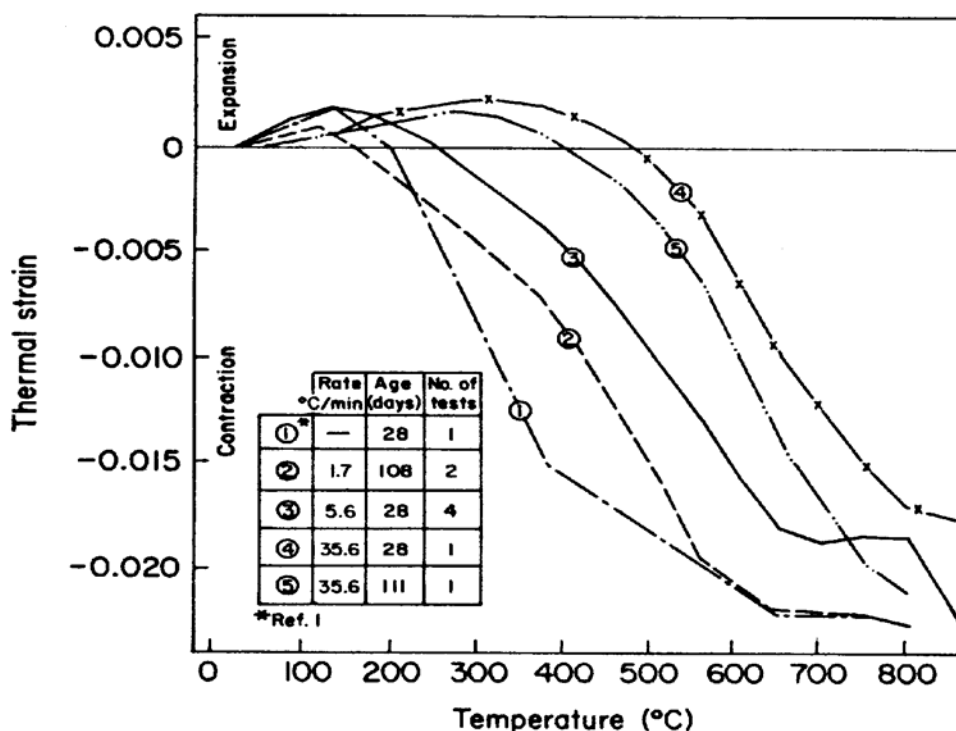


Figure IV.3. Déformation thermique d'une pâte de ciment ($E/C = 0,4$) pour différentes vitesses de chauffage [Cruz et al. 1980].

IV.1.3 Variation de la porosité et de la perméabilité en fonction de la température

La plupart des études concernant l'effet de la température sur les propriétés des matériaux à matrice cimentaire consistent essentiellement à évaluer les caractéristiques résiduelles (*i.e.* après traitement thermique). L'évolution des propriétés mécaniques résiduelles a fait l'objet de nombreux travaux que ce soit pour les bétons [Luo et al. 2000 ; Chan et al. 1999 ; Poon et al. 2001 ; Mohamedbhai 1986], les mortiers [Culfik et al. 2002] et les pâtes de ciment [Sarshar et al. 1993]. Concernant l'évolution de la microstructure des matériaux à matrice cimentaire en fonction de la température, les mesures de porosité résiduelle (après traitement thermique) sont couramment employées [Vydra et al. 2001 ; Rostasy et al. 1980]. La combinaison des phénomènes physico-chimiques et d'incompatibilité

de déformation conduit à de profondes modifications au sein de la structure poreuse. Il en résulte une augmentation de la porosité totale qui est accompagnée d'un étalement de la distribution de la taille des pores [Tsimbrovska 1998 ; Noumowé 1995 ; Piasta et al. 1984]. La Figure IV.4 montre la distribution porosimétrique résiduelle d'une pâte de ciment préalablement exposée à différentes températures (20°C, 50°C, 150°C sur le graphique du bas ; 250°C, 350°C, 450°C sur le graphique du haut).

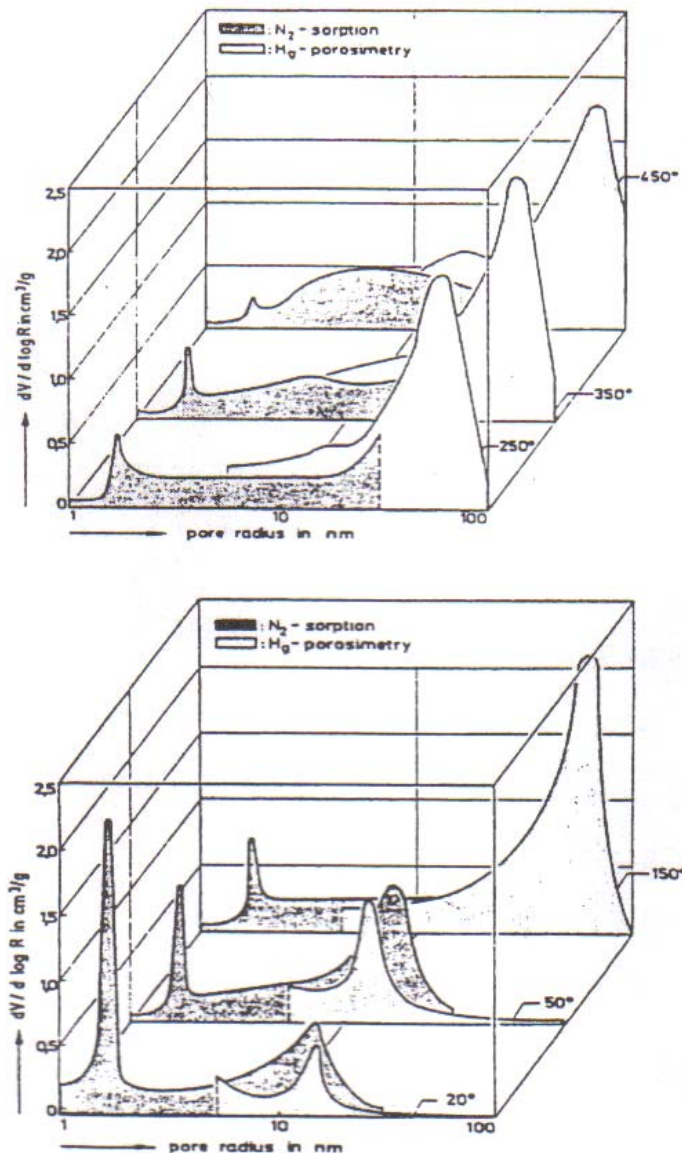


Figure IV.4. Variation de la distribution porosimétrique d'une pâte de ciment ($E/C = 0,3$) en fonction des traitements thermiques (20°C, 50°C, 150°C, 250°C, 350°C et 450°C), d'après Tsimbrovska [Tsimbrovska 1998].

Sur la Figure IV.4, la partie grisée correspond aux pores des hydrates qui sont mis en évidence à partir d'essais d'adsorption de gaz ; la partie claire désigne les pores capillaires déterminés par porosimétrie au mercure. La création et l'élargissement des pores sont causés à la fois par la libération de l'eau provoquant la rupture des cloisons des capillaires et par la microfissuration thermique [Noumowé 1995].

L'évolution de la porosité capillaire (déterminée par porosimétrie au mercure) d'un mortier ($E/C = 0,5$) traité thermiquement est présentée sur la Figure IV.5. La partie foncée désigne la porosité capillaire de la pâte de ciment tandis que la partie claire désigne la porosité additionnelle qui est propre au mortier du fait de la présence de granulats ; elle correspond à la porosité de la zone d'interface pâte/granulats (auréole de transition).

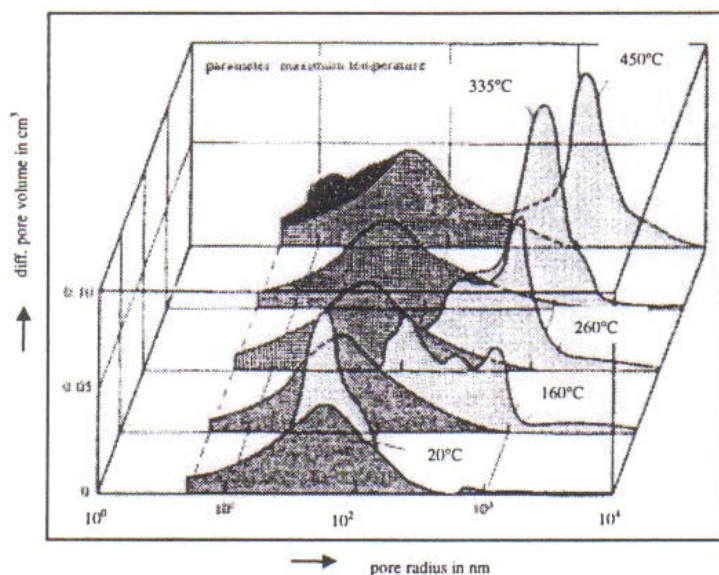


Figure IV.5. Evolution de la porosité d'un mortier $E/C = 0,5$ (partie foncée + partie claire) en fonction des traitements thermiques (20°C , 160°C , 260°C , 335°C et 450°C), d'après Tsimbrovska [Tsimbrovska 1998].

La Figure IV.5 montre que la zone d'interface pâte/granulats est très sensible à la température : on observe un élargissement important des pores correspondant à la partie claire. Ceci paraît logique dans la mesure où les phénomènes d'incompatibilité de déformation entre les constituants sont accentués par la présence de granulats, causant une importante microfissuration thermique.

Très peu d'études traitent de l'évolution des propriétés hydrauliques résiduelles. A notre connaissance, les travaux les plus aboutis et les plus récents sont ceux de Farage et *al.* [Farage et *al.* 2003] menés sur des pâtes de ciment et ceux de Tsimbrovska [Tsimbrovska 1998] concernant les mortiers et les bétons. Farage et *al.* [Farage et *al.* 2003] ont étudié l'évolution de la perméabilité au gaz d'une pâte de ciment ($E/C = 0,4$) traitée thermiquement jusqu'à 300°C. Une augmentation de la perméabilité est observée seulement à partir de 300°C ; elle est attribuée à la création de microfissures et à l'élargissement des pores. Tsimbrovska [Tsimbrovska 1998] a mené des essais de perméabilité au gaz et à l'eau sur des mortiers et des bétons ayant subi des cycles thermiques jusqu'à 400°C. La Figure IV.6 présente l'évolution de la perméabilité intrinsèque en fonction de la température de préfissuration (température atteinte lors du traitement thermique) pour un mortier hautes performances (MHP), un mortier ordinaire (MO), un béton hautes performances (BHP) et un béton ordinaire (BO).

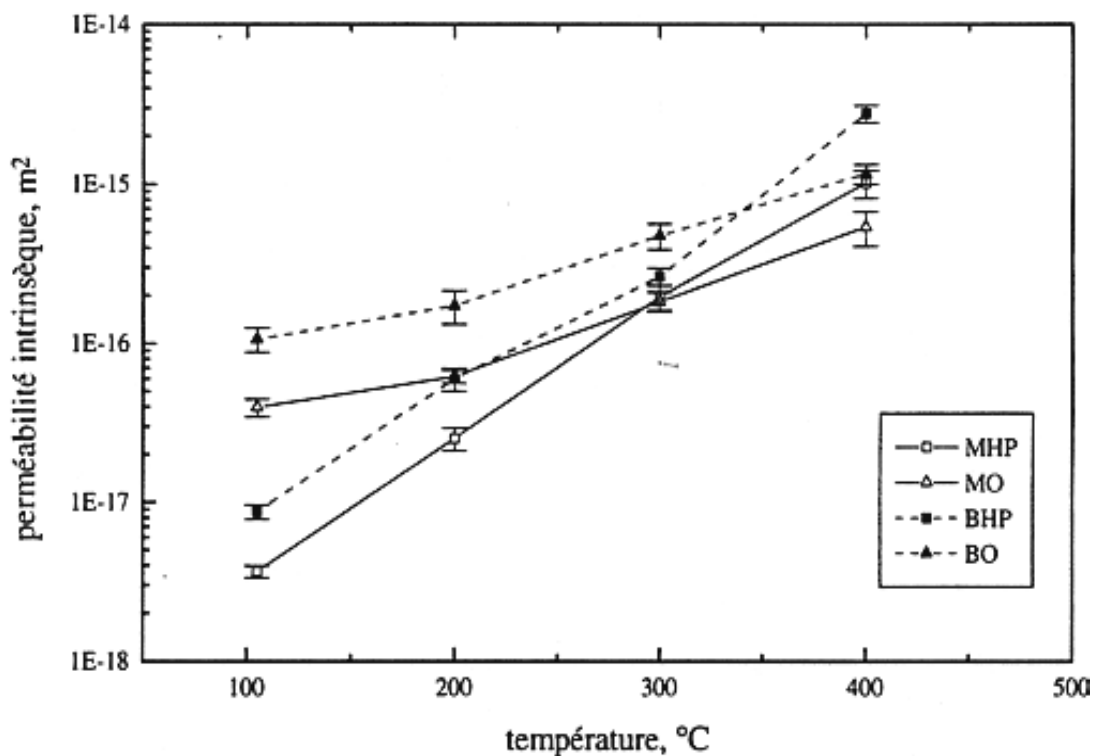


Figure IV.6. Variation de la perméabilité intrinsèque en fonction des traitements thermiques pour des matériaux à matrice cimentaire [Tsimbrovska 1998].

L'évolution de la perméabilité observée sur la Figure IV.6 concorde avec les modifications de la structure poreuse illustrées sur la Figure IV.5. En effet, la perméabilité, qui est fortement influencée par la morphologie des pores, est extrêmement sensible à

l'augmentation de la taille des pores et à la création de microfissures interconnectées. Il en résulte une augmentation continue de la perméabilité des mortiers et des bétons avec la température de préfissuration.

Il faut souligner que tous les exemples donnés jusqu'à présent correspondent à des propriétés résiduelles. Les études menées sous température sont très rares. On peut trouver dans la littérature des études qui abordent l'évolution de la perméabilité des bétons sous température (jusqu'à 100°C) [Reinhard et al. 2003 ; Jooss et al. 2002 ; Palardy et al. 1998]. Néanmoins, il s'agit dans tous les cas de mesures de perméabilité à l'eau ce qui induit des interactions physico-chimiques vis-à-vis des matériaux utilisés (phénomènes de dissolution/précipitation, réhydratation sous température,..). Il en résulte alors une cicatrisation des microfissures existantes et un colmatage de la structure poreuse, provoquant une diminution de la perméabilité.

IV.2. Descriptif de la campagne expérimentale

IV.2.1 Choix du matériau

Le matériau choisi pour mener cette étude est un mortier normalisé E/C = 0,5 (norme EN 191-1) qui a été mis en place par Ismaël Yurtdas dans le cadre de son doctorat [Yurtdas 2003]. Ce choix se justifie par le fait que ce mortier a déjà fait l'objet de nombreuses études expérimentales (comportement mécanique et hydraulique) [Yurtdas 2003]. Le mortier est composé d'un sable normalisé (Leucate) qui a une granulométrie très fine (0/2 mm). Il s'agit en outre d'un sable constitué uniquement de silice.

La composition du mortier est présentée dans le Tableau IV.1.

Composants	Dosage pondéral	Dosage volumique
Sable normalisé (Leucate)	1350 kg	58 %
Ciment CPJ-CEM II/B 32,5 R	450 kg	16 %
Eau	225 kg	26 %
Eau/Ciment (E/C)	0,5	-

Tableau IV.1. Composition du mortier E/C = 0,5 [Yurtdas 2003].

IV.2.2 Procédure expérimentale

Les essais de perméabilité au gaz que nous avons réalisés sur le mortier sont de deux types (se référer au chapitre II pour trouver le détail des méthodes expérimentales) :

- les mesures par pulse-test après traitement thermique (pré-fissuration thermique),
- les mesures en régime quasi-permanent sous températures élevées.

MESURES APRES TRAITEMENT THERMIQUE

Les températures que nous avons fixées pour les traitements thermiques sont identiques à celles choisies pour l'étude du calcaire d'Anstrude, à savoir 150°C et 250°C. Ces deux températures désignent les cycles thermiques. La température de 60°C sert de référence initiale afin de caractériser le matériau à l'état sain, elle correspond au séchage préalable du matériau (départ de l'eau libre). Les procédures employées pour les cycles thermiques sur le calcaire d'Anstrude ont seulement dû être modifiées pour la durée du palier. En effet, contrairement au calcaire d'Anstrude, le mortier contient de l'eau sous différentes formes et il faut donc ajuster la durée d'exposition sous température en fonction de la déshydratation (ce qui induit une perte de masse). Une étude préliminaire a été menée (Annexe B) ; elle démontre que 10 heures d'exposition à 150°C et à 250°C sont nécessaires pour que la perte de masse soit stabilisée. Nous avons donc choisi une durée de palier égale à 10 heures pour les cycles thermiques à 150 et 250°C, les vitesses de montée et de descente en température étant égales à 1°C/min. Lorsque la température atteint 60°C durant le refroidissement, les échantillons sont sortis de l'étuve puis protégés par l'application d'aluminium sur leur surface périphérique et enfin placés dans des sacs étanches afin qu'ils ne réabsorbent pas d'eau.

Pour récapituler, tous les échantillons sont préalablement séchés à 60°C jusqu'à l'obtention de la masse constante (départ de l'eau libre). Les essais au Pulse-test sont alors conduits de manière à caractériser le matériau à l'état sain. Ensuite, les échantillons sont traités thermiquement soit à 150°C soit à 250°C puis testés à nouveau.

Notons par ailleurs, que concernant l'évaluation des propriétés résiduelles, nous avons également réalisé des mesures de porosité (mesures sous vide) avant et après traitement thermique. L'éthanol a été choisi comme fluide de saturation afin d'éviter toute interaction physico-chimique avec la matrice cimentaire.

MESURES SOUS TEMPERATURES ELEVEES

Les essais de perméabilité au gaz sous température ont été menés jusqu'à 200°C. Les mesures ont tout d'abord été effectuées à la température ambiante (25°C) puis à 105°C et enfin à 200°C.

Au préalable, les échantillons sont séchés à 60°C afin d'évacuer l'eau libre. Ils sont ensuite montés dans une cellule hydrostatique (la pression de confinement est fixée 4 MPa) et testés à température ambiante (25°C). Les essais sous températures élevées menés sur des matériaux à matrice cimentaire demandent une préparation spécifique par rapport aux matériaux qui ne contiennent pas d'eau (comme le calcaire d'Anstrude par exemple). Ainsi, pour les mesures qui sont réalisées à 105°C et 200°C, l'élévation de la température provoque la déshydratation du matériau. Lorsque la température de 105°C ou 200°C est stabilisée, il faut compter en moyenne 8 heures pour que l'échantillon ne subisse plus de perte d'eau. Ensuite, les mesures de perméabilité au gaz peuvent être réalisées.

IV.3 Influence de la préfissuration thermique sur la porosité et la perméabilité du mortier

L'évolution de la porosité en fonction des traitements thermiques a été déterminée à partir de 8 rondelles de porosimétrie de 37 mm de diamètre et de hauteur comprise entre 10 et 20 mm. Les mesures sont effectuées par saturation sous vide en utilisant l'éthanol comme fluide saturant. Les 8 rondelles ont tout d'abord été testées à l'état initial (*i.e.* après séchage à 60°C). Ensuite, 4 rondelles ont subi un traitement à 150°C et 4 autres un traitement à 250°C. Le Tableau IV.2 présente les résultats obtenus. La porosité moyenne du mortier à l'état sain est égale à 14 % et elle augmente de manière continue avec la température de préfissuration. Ainsi, la porosité moyenne est égale à 15,8 % après un traitement à 150°C et elle atteint 16,9 % après un traitement à 250°C. Ces résultats montrent que le mortier est sensible à la température et que la structure poreuse subit d'importantes modifications. Pour les mesures de perméabilité au gaz par Pulse-Test, deux échantillons ont été testés à l'état sain puis après traitement thermique (l'un étant traité à 150°C et l'autre à 250°C). Pour ces échantillons, il s'agissait d'étudier l'influence de la pression de gaz sur la mesure de la perméabilité apparente sous faible confinement. L'effet Klinkenberg a donc pu être caractérisé ainsi que

son évolution en fonction de la préfissuration thermique. Pour chaque essai, la contrainte hydrostatique a été fixée à 4 MPa et nous avons réalisé des mesures de perméabilité apparente à trois différents niveaux de pression statique de gaz : 2 MPa ; 1,4 MPa et 0,7 MPa. Les valeurs de la perméabilité intrinsèque ont alors été déduites selon le principe de Klinkenberg. La Figure IV.7 présente les résultats pour les échantillons sains et préfissurés thermiquement.

Rondelle de porosimétrie	Porosité avant traitement (%)	Porosité après traitement à 150°C (%)	Porosité après traitement à 250°C (%)
1	14,0	15,3	-
2	14,3	15,7	-
3	13,7	16,3	-
4	14,7	16,0	-
5	14,2	-	16,8
6	14,0	-	16,8
7	13,3	-	16,7
8	13,7	-	17,3
Moyenne	14,0	15,8	16,9

Tableau IV.2. Evolution de la porosité du mortier en fonction de la préfissuration thermique.

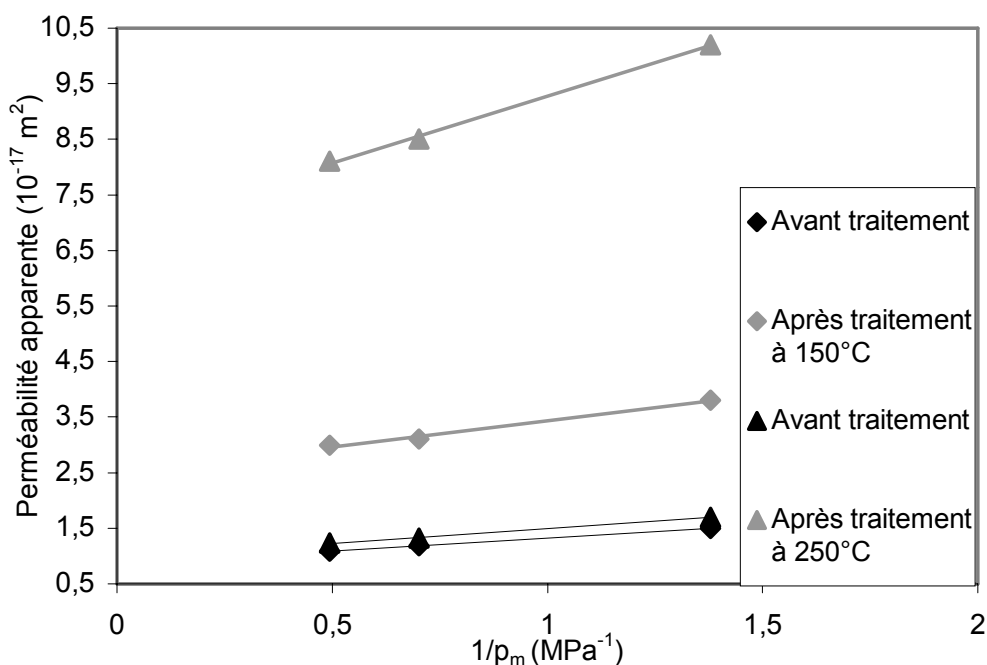


Figure IV.7. Variation de la perméabilité apparente en fonction de l'inverse de la pression moyenne de gaz (le confinement est fixé à 4 MPa). Mortier sain et préfissuré thermiquement.

Les résultats de perméabilité apparente et les valeurs de perméabilité intrinsèque ainsi que du coefficient de Klinkenberg sont récapitulés dans le Tableau IV.3.

	Avant et après traitement à 150°C		Avant et après traitement à 250°C	
	Avant	Après	Avant	Après
k_a (pression statique de 2 MPa)	$1,1 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$	$3,0 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$	$1,2 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$	$8,1 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$
k_a (pression statique de 1,4 MPa)	$1,2 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$	$3,1 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$	$1,3 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$	$8,5 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$
k_a (pression statique de 0,7 MPa)	$1,5 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$	$3,8 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$	$1,7 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$	$10,5 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$
k	$0,85 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$	$2,5 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$	$0,96 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$	$6,85 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$
β	0,56 MPa	0,38 MPa	0,55 MPa	0,35 MPa

Tableau IV.3. Perméabilité apparente, perméabilité intrinsèque et coefficient de Klinkenberg pour le mortier sain et préfissuré thermiquement.

On observe une augmentation de la perméabilité avec la température de préfissuration, ce qui concorde avec les mesures de porosité. La perméabilité intrinsèque initiale du mortier est proche de $0,9 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$. Après un traitement à 150°C, la perméabilité intrinsèque vaut $2,5 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$. Après un traitement à 250°C, elle augmente encore pour atteindre une valeur proche de $7 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$. Cette évolution est due à la modification de la microstructure du matériau après traitement thermique, c'est-à-dire à la microfissuration et à l'élargissement des pores. La variation de l'effet Klinkenberg montre clairement l'effet de l'élargissement des pores. En effet, le coefficient de Klinkenberg β diminue avec la préfissuration thermique, ce qui est lié à l'augmentation de la taille des pores : β vaut 0,55 MPa à l'état initial et diminue jusqu'à 0,35 MPa après un traitement à 250°C.

L'évolution de la perméabilité en fonction de la contrainte hydrostatique a également été évaluée pour le matériau sain et préfissuré. Pour ces essais, nous avons mesuré la perméabilité apparente pour un seul niveau de pression statique de gaz (pression statique égale à 2MPa). La perméabilité apparente a été mesurée à différents niveaux de contrainte hydrostatique lors du cycle de charge (4 MPa, 16 MPa et 28 MPa). Ensuite, elle a encore été mesurée après le cycle de décharge (à 4 MPa de contrainte hydrostatique). La Figure IV.8 présente les résultats pour un échantillon de mortier sain, un échantillon de mortier traité à 150°C et un échantillon de mortier traité à 250°C (les valeurs sont recensées dans le Tableau IV.4).

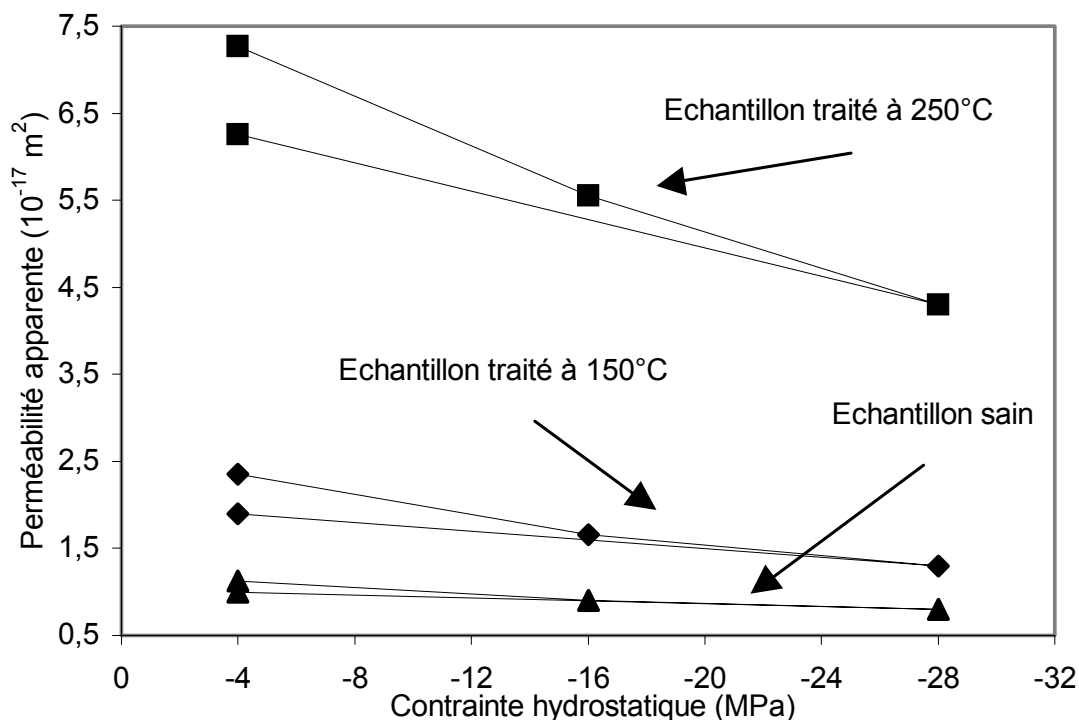


Figure IV.8. Evolution de la perméabilité apparente (pression statique de 2 MPa) en fonction de la contrainte hydrostatatique. Mortier sain et préfissuré thermiquement.

Contrainte hydrostatatique	Perméabilité apparente		
	Etat initial	Après traitement à 150°C	Après traitement à 250°C
4 MPa	1,1 10^{-17} m^2	2,4 10^{-17} m^2	7,3 10^{-17} m^2
16 MPa	0,9 10^{-17} m^2	1,7 10^{-17} m^2	5,5 10^{-17} m^2
28 MPa	0,8 10^{-17} m^2	1,3 10^{-17} m^2	4,3 10^{-17} m^2
4 MPa (décharge)	1,0 10^{-17} m^2	1,9 10^{-17} m^2	6,3 10^{-17} m^2

Tableau IV.4. Valeurs de la perméabilité apparente (pression statique de 2 MPa) en fonction de la contrainte hydrostatatique.

La Figure IV.8 et le Tableau IV.4 montrent l'influence de la microfissuration sur l'évolution de la perméabilité apparente en fonction de la contrainte hydrostatatique. Plus la température de préfissuration est élevée et plus la phase de fermeture des microfissures est accentuée, ce qui provoque une dépendance très nette entre la perméabilité apparente et la contrainte hydrostatatique. De même, après le cycle de décharge, on remarque que la fermeture irréversible des microfissures s'accroît avec la température de préfissuration.

Les mesures réalisées sur le mortier préfissuré thermiquement permettent de mettre en évidence une modification notable de sa structure poreuse. Ainsi, une augmentation continue de la porosité et de la perméabilité, une évolution de l'effet Klinkenberg et une dépendance accrue de la perméabilité envers la contrainte hydrostatique sont observés. Ceci montre qu'une microfissuration importante a été générée par les traitements thermiques et qu'un réseau de microfissures interconnectées a été créé. En effet, les mesures de perméabilité à différents niveaux de contrainte hydrostatique illustrent la fermeture progressive d'un réseau fissural interconnecté qui constitue un chemin privilégié d'écoulement des fluides. De plus, la microfissuration s'accompagne d'un élargissement des pores, ce qui a pu être mis en évidence par la diminution de l'effet Klinkenberg après traitement thermique (lorsque la taille des pores augmente, les phénomènes de glissement diminuent).

IV.4 Evolution de la perméabilité du mortier sous températures élevées

Les mesures de perméabilité apparente ont été réalisées à trois niveaux de température différents : 25°C (température ambiante), 105°C et 200°C. Les essais se sont déroulés sous faible confinement (4 MPa) au moyen du dispositif spécialement conçu dans le cadre de ce travail (voir chapitre II). Afin d'évaluer l'effet Klinkenberg et d'en déduire la perméabilité intrinsèque, deux pressions d'injection de gaz ont été utilisées (1,5 MPa et 1 MPa) pour chaque niveau de température.

La Figure IV.9 montre l'évolution de la perméabilité apparente en fonction de l'inverse de la pression moyenne de gaz pour un échantillon de mortier soumis à trois niveaux de température. Les valeurs mesurées et celles déduites selon le principe de Klinkenberg sont recensées dans le Tableau IV.5. On observe essentiellement une augmentation de la perméabilité à 200°C. En effet, initialement, la perméabilité intrinsèque vaut $0,7 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$ et elle atteint $2,1 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$ à 200°C.

A 105°C, on observe une invariabilité de la perméabilité intrinsèque. Par contre, dès 105°C, on note une évolution de l'effet Klinkenberg : le coefficient β passe de 0,51 MPa à 0,35 MPa. Ceci montre que la microstructure du mortier et plus particulièrement sa distribution porosimétrique est modifiée dès 105°C. A cette température, il semble donc que seul un élargissement des pores dû au départ de l'eau intervient.

A 200°C, une augmentation très nette de la perméabilité intrinsèque est observée ; elle est attribuée à la création de microfissures interconnectées entre 105°C et 200°C. Le coefficient de Klinkenberg continue de diminuer (sa valeur est voisine de 0,13 MPa à 200°C) et montre que les phénomènes d'élargissement des pores se poursuivent. A ce propos, la Figure IV.10 illustre la diminution continue de β en fonction de la température.

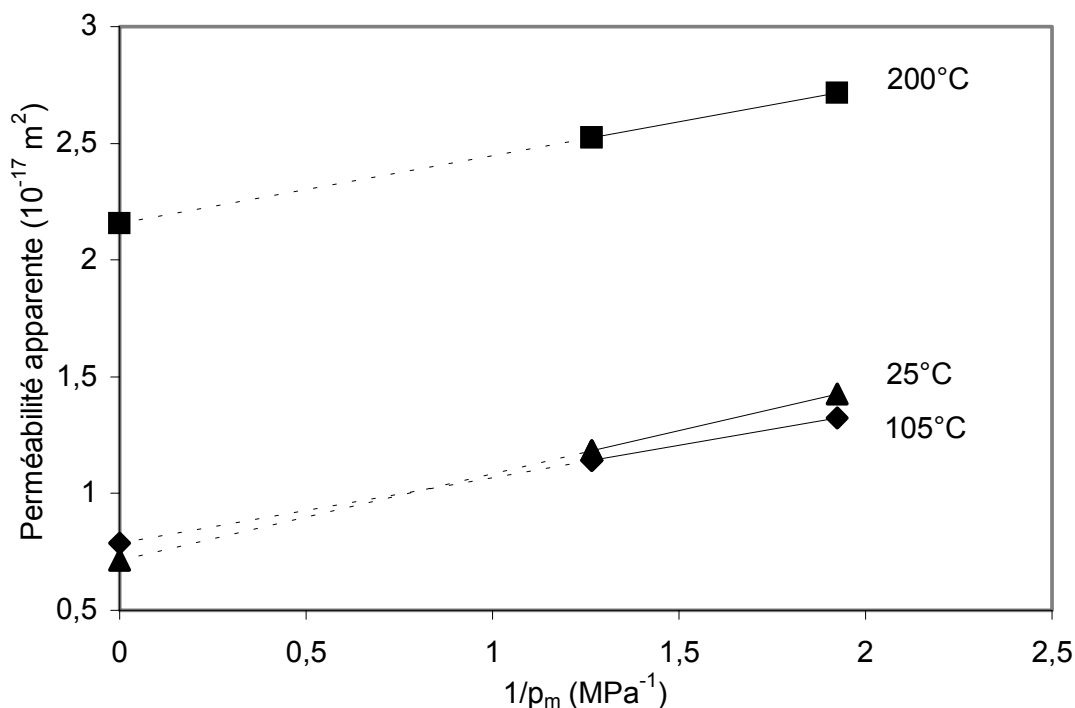


Figure IV.9. Variation de la perméabilité apparente mesurée à 25°C, 105°C et 200°C, en fonction de l'inverse de la pression moyenne de gaz.

Température (°C)	k_a (m ²)	k_a (m ²)	k (m ²)	β (MPa)
	Pression d'injection égale à 1,5 MPa	Pression d'injection égale à 1 MPa		
25	$1,4 \cdot 10^{-17}$	$1,2 \cdot 10^{-17}$	$0,7 \cdot 10^{-17}$	0,51
105	$1,3 \cdot 10^{-17}$	$1,1 \cdot 10^{-17}$	$0,8 \cdot 10^{-17}$	0,35
200	$2,7 \cdot 10^{-17}$	$2,5 \cdot 10^{-17}$	$2,1 \cdot 10^{-17}$	0,13

Tableau IV.5. Valeurs de la perméabilité apparente, de la perméabilité intrinsèque et du coefficient de Klinkenberg entre 25°C et 200°C.

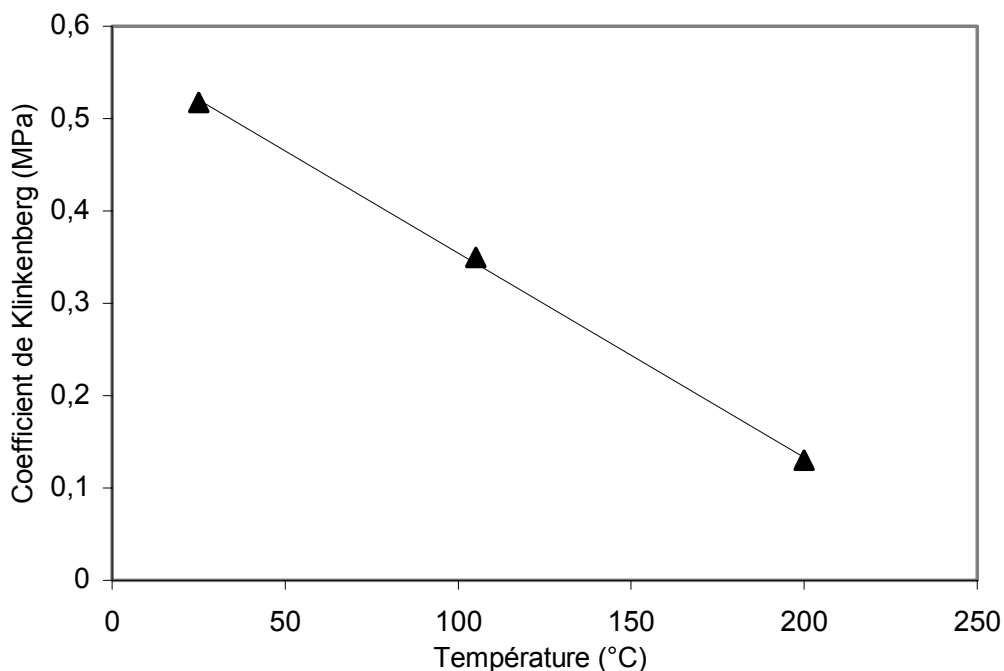


Figure IV.10. Variation du coefficient de Klinkenberg en fonction de la température.

Le coefficient de Klinkenberg diminue linéairement entre 25°C et 200°C. Ceci montre que son évolution est essentiellement guidée par les modifications de la structure poreuse du mortier (élargissement des vides). Cette évolution est différente de ce qui avait été observé pour le calcaire d'Anstrude : le coefficient de Klinkenberg augmentait sous l'effet de l'amplification de l'agitation moléculaire sous température (voir III.3). En effet, la température ne provoquait pas de modifications microstructurales importantes au sein de la roche. Dans le cas du mortier, la morphologie des pores évolue avec la température ce qui tend à rendre prépondérant les modifications microstructurales par rapport à l'effet de la température sur l'agitation moléculaire du gaz.

La Figure IV.11 récapitule l'évolution de la perméabilité apparente et de la perméabilité intrinsèque en fonction de la température. Si l'on compare ces résultats à ceux obtenus après traitement thermique (voir Tableau IV.3), on remarque que la valeur de la perméabilité intrinsèque mesurée à 200°C est plus faible que celle mesurée après préfissuration à 150°C et à 250°C. Cela signifie que la microfissuration est plus importante après traitement thermique que sous température, ce qui peut s'expliquer par les conditions de chauffage propres à ces deux procédures. En effet, les échantillons qui sont testés sous température sont soumis à une

pression de confinement égale à 4 MPa lors du chauffage tandis que pour les cycles thermiques ils sont placés dans une étuve sans qu'aucune sollicitation mécanique ne leur soit appliquée.

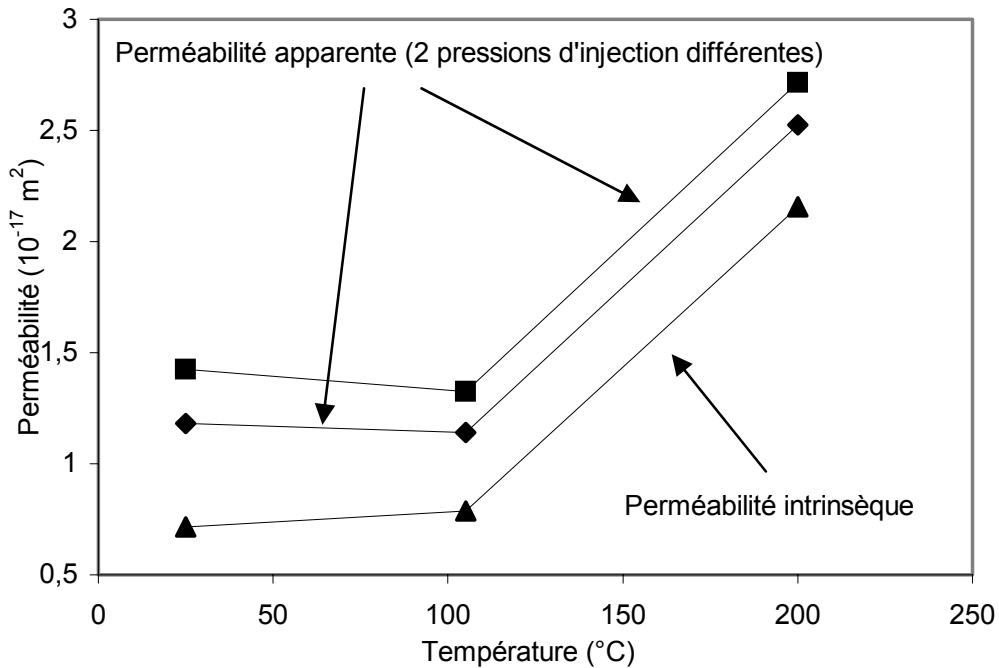


Figure IV.11. Variation de la perméabilité apparente et de la perméabilité intrinsèque en fonction de la température.

Wong et al. [Wong et al. 1979] ont montré que la microfissuration thermique était atténuée lorsque les matériaux sont soumis à une contrainte hydrostatique. Ainsi, on peut en conclure que la microfissuration thermique du mortier testé sous température a été atténuée du fait de l'application d'un chargement mécanique durant le chauffage.

Conclusion

Ce chapitre a présenté nos travaux concernant le comportement hydraulique d'un mortier normalisé ($E/C = 0,5$). Des mesures de perméabilité au gaz ont été réalisées après l'application de cycles thermiques mais aussi sous températures élevées. De légères modifications ont dû être apportées quant à la procédure expérimentale qui avait été employée pour le calcaire d'Anstrude. En effet, contrairement à cette roche, le mortier subit une déshydratation sous l'effet de la température et il a fallu prendre en compte le temps nécessaire pour que la perte de masse liée au départ de l'eau se stabilise. La durée d'exposition des échantillons sous température a dû être alors augmentée.

La température induit de profondes modifications de la microstructure des matériaux à matrice cimentaire. En effet, les phénomènes de déshydratation et de déformation thermique des constituants provoquent une microfissuration accompagnée d'un élargissement des pores.

Ainsi, après l'application de cycles thermiques à 150°C ou à 250°C , nous avons observé une augmentation très nette de la perméabilité apparente et de la perméabilité intrinsèque (la perméabilité intrinsèque initiale vaut $0,9 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$ alors qu'elle atteint $7 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$ après une préfissuration à 250°C). Cette variation est liée à la formation d'un réseau de microfissures interconnectées. Ce réseau fissural constitue un chemin privilégié d'écoulement des fluides. Lorsque les mortiers préfissurés sont soumis à chargement hydrostatique, on observe alors une fermeture progressive des microfissures interconnectées ce qui engendre une diminution brutale de la perméabilité. Certaines microfissures sont même refermées de manière irréversible, ce qui est démontré par les mesures de perméabilité effectuées après le cycle de décharge.

L'élargissement des pores est aussi une cause certaine de l'augmentation de la perméabilité. Ce phénomène influence surtout l'effet Klinkenberg. En effet, le glissement des molécules de gaz aux parois des pores a tendance à s'atténuer lorsqu'une augmentation du rayon moyen des pores a lieu. Ceci décrit exactement ce qui a été observé expérimentalement : le coefficient de Klinkenberg est égal à $0,55 \text{ MPa}$ à l'état initial puis il diminue après préfissuration thermique (il vaut $0,35 \text{ MPa}$ après un traitement à 250°C).

Les conclusions pour les essais menés sous températures élevées sont sensiblement les mêmes. Le dispositif expérimental que nous avons mis au point nous a permis de réaliser des essais jusqu'à 200°C (une mesure intermédiaire a été effectuée à 105°C). Nous avons observé une invariabilité de la perméabilité intrinsèque à 105°C et une augmentation de celle-ci à 200°C. Cependant, cette augmentation reste toujours moins importante que dans le cas des échantillons préfissurés thermiquement. En effet, la perméabilité intrinsèque vaut initialement $0,7 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$ (à 25°C), elle reste quasiment invariable à 105°C et elle atteint $2,1 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$ à 200°C.

En revanche, dès 105°C, on observe une évolution de l'effet Klinkenberg, cette évolution se poursuivant également à 200°C. Ainsi, une diminution continue de l'effet Klinkenberg pour une augmentation de la température est constatée : le coefficient de Klinkenberg vaut initialement 0,51 MPa (à 25°C) puis 0,35 MPa à 105°C et enfin il diminue jusqu'à 0,13 MPa à 200°C. Ceci montre que la distribution porosimétrique est modifiée dès 105°C (élargissement des pores). Par contre, l'invariabilité de la perméabilité intrinsèque à 105°C indique l'absence de microfissures interconnectées. La diminution continue de l'effet Klinkenberg montre également que les modifications de la structure poreuse sont prépondérantes par rapport aux phénomènes d'agitation moléculaire du gaz qui s'amplifient sous température. En effet, comme nous l'avons remarqué pour le calcaire d'Anstrude, les phénomènes de glissement augmentant avec la température, lorsque le matériau testé ne subit pas de modifications microstructurales notables, il en résulte une augmentation de l'effet Klinkenberg avec la température (voir III.3). Dans le cas du mortier, ce sont les modifications microstructurales du matériau sous température qui guident l'évolution du coefficient de Klinkenberg.

Si l'élargissement des pores est observé de manière continue en fonction de la température, les phénomènes de microfissuration thermique sont uniquement constatés à 200°C. A cette température, la perméabilité intrinsèque augmente brusquement. On peut donc en conclure qu'un réseau de microfissures s'est formé entre 105°C et 200°C. Toutefois, il faut prendre en compte les conditions de chauffage des échantillons : l'application d'une contrainte hydrostatique de 4 MPa durant le chauffage a tendance à atténuer les phénomènes de microfissuration thermique. C'est la raison pour laquelle une microfissuration moindre a été observée sous températures élevées (les échantillons préfissurés thermiquement n'étaient pas sollicités mécaniquement durant les cycles thermiques).

On voit donc que la microfissuration thermique peut induire une augmentation non négligeable de la perméabilité des matériaux à matrice cimentaire (que ce soit après traitement thermique ou sous température). Cependant, le rôle de la contrainte hydrostatique est primordial dans la mesure où celle-ci permet soit de refermer les microfissures existantes soit d'atténuer la formation des microfissures. Ainsi, lorsque le matériau est sollicité mécaniquement, on remarque que le mortier que nous avons testé garde une perméabilité relativement faible.

CONCLUSION GENERALE

Les travaux expérimentaux réalisés dans le cadre de cette thèse avaient pour objectif de contribuer à l'étude de l'évolution du comportement des géomatériaux en fonction de la température. Notre étude a principalement été axée sur la caractérisation du comportement hydraulique et poromécanique d'un matériau rocheux : le calcaire d'Anstrude. Il s'agit d'un calcaire oolitique composé exclusivement de calcite. Cette roche a servi de matériau témoin afin d'évaluer l'influence de la température sur son comportement hydraulique, mécanique et poromécanique.

Les effets de la température ont tout d'abord été abordés de manière à caractériser les propriétés résiduelles de la roche après préfissuration thermique (*i.e.* après traitement thermique). Ainsi, la porosité, la perméabilité, les propriétés élastiques et poroélastiques de la roche ont été déterminées avant et après traitement thermique à 150°C ou 250°C. On a observé une invariabilité de la porosité et de la perméabilité en fonction de la préfissuration thermique. Ces résultats sont d'ailleurs en accord avec les observations au MEB que nous avons réalisées sur des échantillons traités thermiquement et pour lesquels aucune modification notable de la microstructure n'a été constatée. En revanche, les essais mécaniques ont mis en évidence la création de microfissures sous l'effet des cycles thermiques. En effet, l'allure des courbes contraintes-déformations (en compressions uniaxiale et hydrostatique) a montré que la phase de serrage était d'autant plus prononcée que la température de préfissuration était élevée. Nous avons également constaté que les propriétés élastiques (module d'Young, module d'incompressibilité, coefficient de Poisson), qui ont été déterminées au moyen d'essais menés sur des échantillons secs, subissaient une diminution après préfissuration thermique. Ces résultats, mis en parallèle avec ceux de porosité et de perméabilité, indiquent que la microfissuration induite par les traitements thermiques ne forme pas un réseau fissural interconnecté au sein de la roche.

La variation des propriétés poroélastiques de la roche en fonction de la préfissuration thermique a confirmé qu'une microfissuration a été générée au sein du matériau. La diminution du module d'incompressibilité de la matrice solide a montré qu'une partie des microfissures induites était isolée et non accessible au fluide interstitiel (*i.e.* fissuration intramatricielle). De plus, la diminution des modules d'incompressibilité du squelette a permis de mettre en évidence la présence d'une autre population de microfissures. En effet, nous avons remarqué que les propriétés du squelette étaient plus affectées par la préfissuration thermique dans le cas non drainé que dans le cas drainé ; ceci laisse présumer d'un effet de la pression interstitielle sur l'ouverture de certaines microfissures. Afin de confirmer cette

observation, nous avons réalisé des essais de compression hydrostatique drainés à différents niveaux de pression interstitielle. Nous avons alors remarqué que le matériau préfissuré thermiquement devenait d'autant plus compressible que la pression interstitielle était élevée, ce qui est le signe que la pression du fluide saturant a tendance à ouvrir et à activer des microfissures connectées à l'espace poreux. L'ouverture de ces microfissures sous l'effet de la pression interstitielle influence la variation du coefficient de Skempton et du module de Biot après préfissuration thermique. En effet, dans le cas non drainé, les surpressions interstitielles générées rendent accessibles au fluide saturant certains espaces initialement non accessibles. Ceci conduit alors à une dissipation des surpressions interstitielles et donc à une diminution du coefficient de Skempton et du module de Biot.

Nous avons donc constaté que la préfissuration thermique provoquait la diminution des propriétés poroélastiques et qu'une portion de la microfissuration induite était isolée (non accessible au fluide interstitiel) tandis qu'une autre était connectée à l'espace poreux (plus ou moins accessible au fluide saturant selon le niveau de pression interstitielle).

Les effets de la température sur le comportement de roche ont également été traités au moyen d'essais réalisés sous températures élevées. Ce travail spécifique a constitué un des objectifs de cette thèse, à savoir la conception d'un dispositif permettant de mener des investigations sous hautes températures (le matériel présent au laboratoire était uniquement adapté à la réalisation d'essais à température ambiante). La mise au point d'un dispositif de mesure de la perméabilité au gaz jusqu'à une température de 200°C a alors été réalisée (la température maximale a été limitée à 200°C pour des questions de sécurité). Les mesures réalisées sur le calcaire d'Anstrude ont montré que la perméabilité apparente (perméabilité au gaz) augmentait avec la température. Cependant, lorsque la perméabilité intrinsèque a été déduite selon le principe de Klinkenberg, une quasi-invariabilité de la perméabilité intrinsèque a été constatée. En effet, la microstructure de la roche ne subissant pas de modification notable sous températures élevées, la variation de la perméabilité apparente a alors été guidée par l'effet de la température sur l'agitation moléculaire du gaz de percolation engendrant une accentuation de l'effet Klinkenberg avec la température.

Enfin, nous avons étendu notre étude expérimentale en abordant l'effet de la température sur le comportement des matériaux à matrice cimentaire. Cette démarche nous permettait de mener des investigations sur un autre matériau que le calcaire d'Anstrude qui, du fait de sa constitution, fait intervenir d'autres phénomènes physiques sous l'effet de la

température (comme la déshydratation par exemple). De plus, très peu d'études ont traité de l'influence de la température sur les propriétés hydrauliques des mortiers et des bétons. C'est pourquoi nous avons focalisé nos travaux sur la caractérisation de la perméabilité d'un mortier (mortier normalisé de rapport E/C = 0,5) après préfissuration thermique mais également sous températures élevées.

Nous avons alors remarqué que la perméabilité du mortier subissait une augmentation considérable après préfissuration thermique, résultant de la création d'un réseau de microfissures interconnectées et de l'élargissement des pores. Les mesures réalisées sous températures élevées ont montré également que les phénomènes de microfissuration et d'élargissement des pores affectaient les propriétés hydrauliques du mortier (la perméabilité intrinsèque ne varie pas à 105°C mais augmente à 200°C). Que ce soit après préfissuration thermique ou sous températures élevées, nous avons pu mettre en évidence l'influence des modifications microstructurales sur l'effet Klinkenberg : la diminution du coefficient de Klinkenberg que nous avons observée est directement liée à l'élargissement des pores qui a tendance à atténuer les phénomènes de glissement.

Les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse offrent de nombreuses perspectives que l'on peut regrouper comme suit :

- L'étude expérimentale du comportement hydraulique et poromécanique des matériaux microfissurés (mécaniquement ou thermiquement) doit être poursuivie et approfondie. D'autres types de roches pourraient être employées et plus particulièrement les roches peu poreuses et peu perméables qui sont concernées par le stockage de déchets radioactifs. De même, les travaux que nous avons menés et qui traitaient de l'influence de la température sur le comportement hydraulique des matériaux cimentaires pourraient être poursuivis sur le plan mécanique et poromécanique. Enfin, il serait également intéressant d'étudier le comportement poromécanique des matériaux en prenant en compte une gamme étendue de degré de microfissuration (en augmentant par exemple la température de préfissuration).
- Toujours sur l'étude du comportement poromécanique des matériaux microfissurés, la mise en parallèle des travaux expérimentaux et théoriques doit être encouragée et poursuivie. En effet, la modélisation micromécanique des matériaux microfissurés semble être un outil privilégié qui permette d'approfondir nos connaissances sur le rôle des fissures au sein des milieux poreux. Ainsi, les travaux expérimentaux

Conclusion générale.

portent un intérêt particulier dans la mesure où ils s'inscrivent dans une optique de validation des modèles développés.

- Enfin, concernant le dispositif expérimental de mesure de la perméabilité sous températures élevées que nous avons mis au point, des développements pourraient être effectués de manière à avoir la possibilité de réaliser des essais de compression hydrostatique sous hautes températures. Ainsi, le comportement mécanique et poromécanique des matériaux pourrait être évalué directement sous température.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques.

[Berest et al. 1988] Berest P., Weber P., *La thermomécanique des roches*, BRGM Editions, 1988,

[Berest et al. 1989] Berest P., Bergues J., Homand F., Troalen J.P., Henry J.P., Ikogou S., *Comportement thermique et mécanique du grès de Fontainebleau*, Rapport GRECO, 1989,

[Biot 1941] Biot M.A., *General theory of three dimensional consolidation*, Journal of Applied Physics, Vol. 12, pp. 155-164, 1941,

[Biot 1955] Biot M.A., *Theory of elasticity and consolidation for a porous anisotropic solid*, Journal of Applied Physics, Vol. 26, pp. 182-185, 1955,

[Biot 1956] Biot M.A., *General solutions of the equations of elasticity and consolidation for a porous material*, Journal of Applied Mechanics, pp. 91-96, 1956,

[Biot 1957] Biot M.A., *The elastic coefficients of the theory of consolidation*, Journal of Applied Mechanics, pp. 594-601, 1957,

[Bourbié et al. 1986] Bourbié T., Coussy O., Zinszner B., *Acoustique des milieux poreux*, Editions Technip, 1986,

[Bousquié 1979] Bousquié P., *Texture et porosité des roches calcaires*, Thèse de Doctorat, Université Paris 6, 1979,

[Brace et al. 1968] Brace W.F., Walsh W.T., *Permeability of granite under high pressure*, Journal of Geophysical Research, Vol. 73, pp. 2225-2236, 1968,

[Budiansky et al. 1976] Budiansky B., O'Connell J.R., *Elastic moduli of a cracked solid*, International Journal of Solids Structures, Vol. 12, pp. 81-97, 1976,

[CFMR 2000] Comité Français de Mécanique des Roches, *Manuel de mécanique des roches, Tome 1 : fondements*, Presses de l'Ecole des Mines de Paris, 2000,

Références bibliographiques.

[Chan et al. 1999] Chan Y.N., Peng G.F., Anson M., *Residual strength and pore structure of high-strength concrete and normal strength concrete after exposure to high temperatures*, Cement and Concrete Composites, Vol. 21, pp. 23-27, 1999,

[Charlez 1991] Charlez P., *Rock mechanics, theoretical fundamentals - Vol.1*, Editions Technip, 1991,

[Claudot-Loosveldt 2002] Claudot-Loosveldt H., *Etude expérimentale des comportements hydraulique et poromécanique d'un mortier sain ou dégradé chimiquement*, Thèse de Doctorat, Université Lille 1, 2002,

[Cook 1961] Cook G.A., *Argon, helium and the rare gases: the element of the helium group*, Interscience, New York, 1961,

[Cooper et al. 1977] Cooper H.W., Simmons G., *The effect of cracks on the thermal expansion of rocks*, Earth and Planetary Science Letters, Vol. 36, pp. 404-412, 1977,

[Coussy 1991] Coussy O., *Mécanique des milieux poreux*, Editions Technip, 1991,

[Cruz et al. 1980] Cruz C.R., Gillen M., *Thermal expansion of portland cement paste, mortar and concrete at high temperatures*, Fire and Materials, Vol. 4, pp. 66-70, 1980,

[Culfik et al. 2002] Culfik M.S., Ozturan T., *Effect of elevated temperatures on the residual mechanical properties of high-performance mortar*, Cement and Concrete Research, Vol. 32, pp. 809-816, 2002,

[Dana et al. 1999] Dana E., Skoczylas F., *Gas relative permeability and pore structure of sandstones*, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Vol. 36, pp. 613-625, 1999,

[Dana 1999] Dana E., *Contribution à la caractérisation des écoulements biphasiques dans les matériaux poreux. Etude expérimentale sur trois grès*, Thèse de Doctorat, Université Lille 1, 1999,

Références bibliographiques.

[Darot et al. 1992] Darot M., Gueguen Y., Baratin M.L., *Permeability of thermally cracked granite*, Geophysical Research Letters, Vol.19, pp. 869-872, 1992,

[Darot et al. 2000] Darot M., Reuschlé T., *Acoustic wave velocity and permeability evolution during pressure cycles on a thermally cracked granite*, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Vol. 37, pp. 1019-1026, 2000,

[David et al. 1999] David C., Menendez B., Darot M., *Influence of stress-induced and thermal cracking on physical properties and microstructure of La Peyratte granite*, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Vol. 36, pp. 433-448, 1999,

[David et al. 2001] David C., Menendez B., Zhu W., Wong T.F., *Mechanical compaction, microstructures and permeability evolution in sandstones*, Physics and Chemistry of the Earth, Vol. 26, pp. 45-51, 2001,

[De Bruyn 1999] De Bruyn D., *Influence d'une élévation de température sur le comportement physique et mécanique de l'argile de Boom dans le cadre de la problématique de galeries d'enfouissement de déchets radioactifs*, Thèse de Doctorat, Université Catholique de Louvain, 1999,

[Deudé 2002] Deudé V., *Non linéarités géométriques et physiques dans les milieux poreux : apport des méthodes de changement d'échelle*, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 2002,

[Dormieux et al. 2002] Dormieux L., Molinari A., Kondo D., *Micromechanical approach to the behavior of poroelastic materials*, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, Vol. 50, pp. 2203-2231, 2002,

[Dullien 1992] Dullien F.A.L., *Porous media, fluid transport and pore structure*, 2nd edition, Academic Press, 1992,

Références bibliographiques.

[Fabre et al. 1997] Fabre D., Gustkiewicz J., *Poroelastic properties of limestones and sandstones under hydrostatic conditions*, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Vol. 34, pp. 127-134, 1997,

[Farage et al. 2003] Farage M.C.R., Sercombe J., Gallé C., *Rehydration and microstructure of cement paste after heating at temperatures up to 300°C*, Cement and Concrete Research, Vol. 33, pp. 1047-1056, 2003,

[Feldman et al. 1968] Feldman R.F., Sereda P.J., *A model of hydrated portland cement paste as deduced from sorption-length change and mechanical properties*, Revue des Matériaux de Construction, RILEM, Vol. 6, pp. 509-519, 1968,

[Fella 1987] Fella T., *Contribution à l'étude du comportement thermomécanique de sols non saturés. Mise au point d'un appareil triaxial thermique*, Thèse de Doctorat, Université de Toulouse, 1987,

[Ferrero et al. 2001] Ferrero A.M., Marini P., *Experimental studies on the mechanical behaviour of two thermal cracked marbles*, Rock Mechanics and Rock Engineering, Vol. 34, pp. 57-66, 2001,

[Fischer et al. 1989] Fischer G.J., Paterson M.S., *Dilatancy during rock deformation at high temperatures and pressures*, Journal of Geophysical Research, Vol. 94, pp. 17607-17617, 1989,

[Fischer et al. 1992] Fischer G.J., Paterson M.S., *Measurement of permeability and storage capacity in rocks during deformation at high temperature and pressure dans Fault mechanics and transport properties of rocks*, Academic Press, 1992,

[Fredrich et al. 1986] Fredrich J.T., Wong T.F., *Micromechanics of thermally induced cracking in three crustal rocks*, Journal of Geophysical Research, Vol. 91, pp. 743-764, 1986,

[Gourri 1991] Gourri A., *Contribution à l'étude de l'influence des conditions de drainage sur les propriétés poro-élastiques des roches carbonatées*, Thèse de Doctorat, Université Grenoble 1, 1991,

Références bibliographiques.

[GRECO 1990] Groupement de Recherches Coordonnées Géomatériaux, Rapport scientifique, 1990,

[Greenberg et al. 1968] Greenberg D.B., Cresap R.S., Malone T.A., *Intrinsic permeability of hydrological porous mediums : variation with temperature*, Water Resources Research, Vol. 4, pp. 791-800, 1968,

[Griggs et al. 1960] Griggs D.T., Turner F.J., Heard H.C., *Deformation of rocks at 500 to 800°C* dans *Rock deformation*, The Geological Society America, Mémoire 79, 1960,

[Harmathy 1970] Harmathy T.Z., *Thermal properties of concrete at elevated temperatures*, ASTM Journal of Materials, Vol. 5, pp. 47-74, 1970,

[Hart et al. 1995] Hart D.J., Wang H.F., *Laboratory measurements of a complete set of poroelastic moduli for Berea sandstone and Indiana limestone*, Journal of Geophysical Research, Vol. 100, pp. 17741-17751, 1995,

[Heard 1960] Heard H.C., *Transition from brittle fracture to ductile flow in Solenhofen limestone as a function of temperature, confining pressure, and interstitial fluid pressure* dans *Rock deformation*, The Geological Society America, Mémoire 79, 1960,

[Heiland et al. 2001] Heiland J., Raab S., *Experimental investigation of the influence of differential stress on permeability of a lower permian (Rotliegen) sandstone deformed in the brittle deformation field*, Physics and Chemistry of the Earth, Vol. 26, pp. 33-38, 2001,

[Hettema 1996] Hettema M.H.H., *The thermo-mechanical behaviour of sedimentary rock : an experimental study*, Ph. D., Delft University, 1996,

[Hettema et al. 1998] Hettema M.H.H., De Pater C.J., *The poromechanical behaviour of Felser sandstone : stress - and temperature - dependent*, Eurock 98,

[Heugas 1991] Heugas O., *Mesures expérimentales des paramètres thermo-poro-élastiques du calcaire de Lavoux*, Rapport interne Total, 1991,

Références bibliographiques.

[Homand et al. 1984] Homand F., Troalen J.P., *Behaviour of granites and limestones subjected to slow and homogeneous temperature changes*, Engineering Geology, Vol. 20, pp. 219-233, 1984,

[Homand 1986] Homand F., *Comportement mécanique des roches en fonction de la température*, Editions de la Fondation Scientifique de la Géologie et de ses Applications, 1986,

[Homand et al. 1988] Homand F., Houpert R., Troalen J.P., *La fissuration thermique dans le grès de Fontainebleau*, Rapport GRECO, 1988,

[Homand et al. 1989] Homand F., Houpert R., *Thermally induced microcracking in granites: characterization and analysis*, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Vol. 26, pp. 125-134, 1989,

[Houpert et al. 1989] Houpert R., Homand F., *Comportement mécanique des roches en fonction de la température*, Revue Française de Géotechnique, Vol. 28, pp. 41-47, 1989,

[Jones et al. 1997] Jones C., Keaney G., Meredith P.G., Murrell A.F., *Acoustic emission and fluid permeability measurements on thermally cracked rocks*, Physics and Chemistry of the Earth, Vol. 22, pp. 13-17, 1997,

[Jooss et al. 2002] Jooss M., Reinhard H.W., *Permeability and diffusivity of concrete as function of temperature*, Cement and Concrete Research, Vol. 32, pp. 1497-1504, 2002,

[Karami 1998] Karami M.H., *Etude expérimentale du comportement poromécanique d'une roche endommageable*, Thèse de Doctorat, Université Lille 1, 1998,

[Khemissa 1998] Khemissa M., *Mesures de la perméabilité des argiles sous contrainte et température*, Revue Française de Géotechnique, Vol. 82, pp. 11-22, 1998,

[Klinkenberg 1941] Klinkenberg L.J., *The permeability of porous media to liquids and gases*, API Drilling and Production Practices, pp. 200-213, 1941,

[Koci et al. 1989] Koci Xh., Quintard M., Robin M., Gabelle C., *Effet de la température sur les propriétés de déplacement polyphasique en milieu poreux*, Revue de l'Institut Français du Pétrole, Vol. 44, pp. 763-783, 1989,

[Lachaud 1968] Lachaud R., *Le comportement du ciment à la chaleur : étude de l'évolution d'une alite hydrate dans la gamme de température 20-400°C*, Matériaux et Constructions, Vol. 1, 1968,

[Le Guen 1991] Le Guen C., *Mesure de la perméabilité de roches très peu perméables et étude de son évolution sous sollicitations thermomécaniques*, Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, 1991,

[Lempp et al. 1994] Lempp Ch., Natau O., Bayer U., Welte D.H., *The effect of temperature on rock mechanical properties and fracture mechanisms in source rocks - Experimental results*, Eurock 94, pp. 147-154, 1994,

[Le Ravalec et al. 1996] Le Ravalec M., Darot M., Reuschlé T., Guéguen Y., *Transport properties and microstructural characteristics of a thermally cracked mylonite*, Pure and Applied Geophysics, Vol. 146, pp. 207-227, 1996,

[Li et al. 2001] Li K, Horne R.N., *Gas slippage in two-phase flow and the effect of temperature*, Proceedings SPE Western Regional Meeting, California, 26-30 Mars 2001,

[Lion et al. 2004a] Lion M., Ledésert B., Skoczylas F., Recourt P., Dubois T., *How does micropetrography help understand the permeability and poromechanical behaviour of a rock ?*, Terra Nova, à paraître, 2004,

[Lion et al. 2004b] Lion M., Skoczylas F., Ledésert B., *Determination of the main hydraulic and poro-elastic properties of a limestone from Bourgogne, France*, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Vol. 41, pp. 915-925, 2004,

Références bibliographiques.

[Lion et al. 2004c] Lion M., Skoczylas F., *Influence des traitements thermiques sur les comportements hydraulique et mécanique d'un calcaire*, Revue Française de Génie Civil, à paraître, 2004,

[Luo et al. 2000] Luo X., Sun W., Chan Y.N., *Effect of heating and cooling regimes on residual strength and microstructure of normal strength and high-performance concrete*, Cement and Concrete Research, Vol. 30, pp. 379-383, 2000,

[Mahmutoglu 1998] Mahmutoglu Y., *Mechanical behaviour of cyclically heated fine grained rock*, Rock Mechanics and Rock Engineering, Vol. 31, pp. 169-179, 1998,

[Meziani 1995] Meziani H., *Etude expérimentale de l'interaction fluide/squelette*, DEA, Université Lille 1, 1995,

[Mohamedbhai 1986] Mohamedbhai G.T.G., *Effect of exposure time and rates of heating and cooling on residual strength of heated concrete*, Magazine of Concrete Research, Vol. 38, pp. 151-158, 1986,

[Noumowé 1995] Noumowé A., *Effet des hautes températures (20-600°C) sur les bétons, cas particulier du béton à hautes performances*, Thèse de doctorat, INSA Lyon, 1995,

[Ortega 1994] Ortega L.G., *Développement d'une cellule triaxiale haute pression pour essais sur roches poreuses saturées. Application aux grès*, Thèse de Doctorat, Université Grenoble I, 1994,

[Palardy et al. 1998] Palardy D., Onofrei M., Ballivy G., *Microstructural changes due to elevated temperature in cement based grouts*, Advanced Cement Based Materials, Vol. 8, pp. 132-138, 1998,

[Pensée et al. 2001] Pensée V., Kondo D., *Une analyse micromécanique 3-D de l'endommagement par mésosfissuration*, Comptes-Rendus de l'Académie des Sciences, Série IIB - Mechanics, Vol. 329, pp. 271-276, 2001,

Références bibliographiques.

[Pensée 2002] Pensée V., *Contribution de la micromécanique à la modélisation tridimensionnelle de l'endommagement par mésolfissuration*, Thèse de Doctorat, Université Lille 1, 2002,

[Pérami 1971] Pérami R., *Contribution à l'étude expérimentale de la microfissuration des roches sous actions mécaniques et thermiques*, Thèse de Doctorat, Université Toulouse, 1971,

[Piasta et al. 1984] Piasta J., Sawicz Z., Rudzinski L., *Changes in the structure of hardened cement paste due to high temperature*, Matériaux et Constructions, Vol. 100, pp. 291-296, 1984,

[Poon et al. 2001] Poon C.S., Azhar S., Anson M., Wong Y.L., *Comparison of the strength and durability performance of normal- and high-strength pozzolanic concretes at elevated temperatures*, Cement and Concrete Research, Vol. 31, pp. 1291-1300, 2001,

[Reinhard et al. 2003] Reinhard H.W., Jooss M., *Permeability and self-healing of cracked concrete as a function of temperature and crack width*, Cement and Concrete Research, Vol. 33, pp. 981-985, 2003,

[Reuschlé 1990] Reuschlé T., *Mesures thermo-poro-élastiques*, Rapport interne Total, 1990,

[Rostasy et al. 1980] Rostasy F.S., Weib R., Wiedemann G., *Changes of pore structure of cement mortars due to temperature*, Cement and Concrete Research, Vol. 10, pp. 157-164, 1980,

[Rutter 1974] Rutter E.H., *The influence of temperature, strain rate and interstitial water in the experimental deformation of calcite rocks*, Tectonophysics, Vol. 22, pp. 311-334, 1974,

[Sarshar et al. 1993] Sarshar R., Khoury G.A., *Material and environmental factors influencing the compressive strength of unsealed cement paste and concrete at high temperatures*, Magazine of Concrete Research, Vol. 45, pp. 51-61, 1993,

[Sersar 2003] Sersar M., *Etude de l'influence du traitement thermique sur la perméabilité d'un mortier*, DEA, Université Lille 1, 2003,

Références bibliographiques.

[Shmonov et al. 1994] Shmonov V.M., Vitovtova V.M., Zarubina I.V., *Permeability of rocks at elevated temperatures and pressures* dans *Fluids in the crust*, Chapman et Hall, 1994,

[Sibai 1990] Sibai M., *Etude de l'interaction fluide-squelette dans les roches. Méthodes expérimentales et modélisation*, Thèse de Doctorat, Université Lille 1, 1990,

[Sierra 1974] Sierra R., *Contribution à l'étude de l'hydratation des silicates calciques hydrauliques*, Rapport de recherche n° 39, Laboratoire des Ponts et Chaussées, 1974,

[Skoczylas et al. 1998] Skoczylas F., Shao J.F., *Etude du comportement poromécanique d'une craie blanche*, Bulletin de la Société Géologique de France, Vol. 169, pp. 91-99, 1998,

[Somerton 1992] Somerton W.H., *Thermal properties and temperature-related behavior of rock/fluid systems*, Elsevier, 1992,

[Suri et al. 1997] Suri P., Azeemuddin M., Zaman M., Kukreti A.R., Roegiers J.C., *Stress-dependent permeability measurement using the oscillating pulse technique*, Journal of Petroleum Science and Engineering, Vol. 17, pp. 247-264, 1997,

[Tsimbrovska 1998] Tsimbrovska M., *Dégradation des bétons à hautes performances soumis à des températures élevées, évolution de la perméabilité en liaison avec la microstructure*, Thèse de doctorat, Université Grenoble 1, 1998,

[Venecanin 1990] Venecanin S.D., *Thermal incompatibility of concrete components and thermal properties of carbonate rocks*, ACI Materials Journal, Vol. 87, pp. 602-607, 1990,

[Voegele et al. 1985] Voegele M.D., Brace W.F., *Measurement of permeability at elevated stresses and temperatures* dans *Measurement of rock properties at elevated pressures and temperatures*, Ed. Pincus et Hoskins, ASTM STP 869, 1985,

[Vydra et al. 2001] Vydra V., Vodak F., Kapickova O., Hoskova S., *Effect of temperature on porosity of concrete for nuclear-safety structures*, Cement and Concrete Research, Vol. 31, pp. 1023-1026, 2001,

[Wai et al. 1982] Wai R.S.C., Lo K.Y., Rowe R.K., *Thermal stress analysis in rocks with nonlinear properties*, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Vol. 19, pp. 211-220, 1982,

[Wei et al. 1986] Wei K.K., Morrow N.R., Brower K.R., *Effect of fluid, confining pressure, and temperature on absolute permeabilities of low-permeability sandstones*, SPE Formation Evaluation, pp. 413-423, 1986,

[Weibrandt et al. 1975] Weinbrandt R.M., Ramey H.J., Cassé F.J., *The effect of temperature on relative and absolute permeability of sandstones*, SPE Journal, pp. 376-384, 1975,

[Wong et al. 1979] Wong T.F., Brace W.F., *Thermal expansion of rocks : some measurements at high pressure*, Tectonophysics, Vol. 57, pp. 95-117, 1979,

[Wong et al. 1996] Wong R.H.C., Chau K.T., Wang P., *Microcracking and grain size effect in Yuen long marbles*, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Vol. 33, pp. 479-485, 1996,

[Yukutake et al. 1995] Yukutake H., Shimada M., *A novel triaxial testing apparatus for deformation, fracture and frictional sliding of rocks at high pressure and temperature*, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Vol. 32, pp. 181-184, 1995,

[Yurtdas 2003] Yurtdas I., *Couplage comportement mécanique et dessiccation des matériaux à matrice cimentaire : étude expérimentale sur mortiers*, Thèse de Doctorat, Université Lille 1, 2003,

[Zaraiski et al. 1994] Zaraisky G.P., Balashov V.N., *Thermal decompaction of rocks dans Fluids in the crust*, Chapman et Hall, 1994,

[Zhu et al. 1997a] Zhu W., Wong T.F., *The transition from brittle faulting to cataclastic flow : permeability evolution*, Journal of Geophysical Research, Vol. 102, pp. 3027-3041,

Références bibliographiques.

[Zhu et al. 1997b] Zhu W., Montesi L.G.J., Wong T.F., *Shear-enhanced compaction and permeability reduction : triaxial extension tests on porous sandstone*, Mechanics of Materials, Vol. 25, pp. 199-214, 1997,

[Zimmerman 2000] Zimmerman R.W., *Coupling in poroelasticity and thermoelasticity*, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Vol. 37, pp. 79-87, 2000.

ANNEXE A

Vérification de l'isotropie mécanique du calcaire d'Anstrude

L'isotropie mécanique du calcaire d'Anstrude a été vérifiée à partir d'essais de compression hydrostatique. Pour chaque essai, deux jauges longitudinales et deux jauges transversales sont collées sur les échantillons. La déformation linéaire moyenne est alors calculée pour les deux directions.

Etant donné que notre étude traite de la préfissuration thermique, l'isotropie mécanique a dû être vérifiée avant et après l'application de cycles thermiques. De ce fait, si l'isotropie mécanique est observée pour les échantillons préfissurés, il en résulte que la distribution des microfissures créées est également isotrope.

La Figure A.1 présente un essai de compression hydrostatique réalisé sur un échantillon de calcaire avant préfissuration thermique. Les déformations linéaires sont identiques suivant les deux directions (longitudinales et transversales), confirmant ainsi l'isotropie mécanique du matériau.

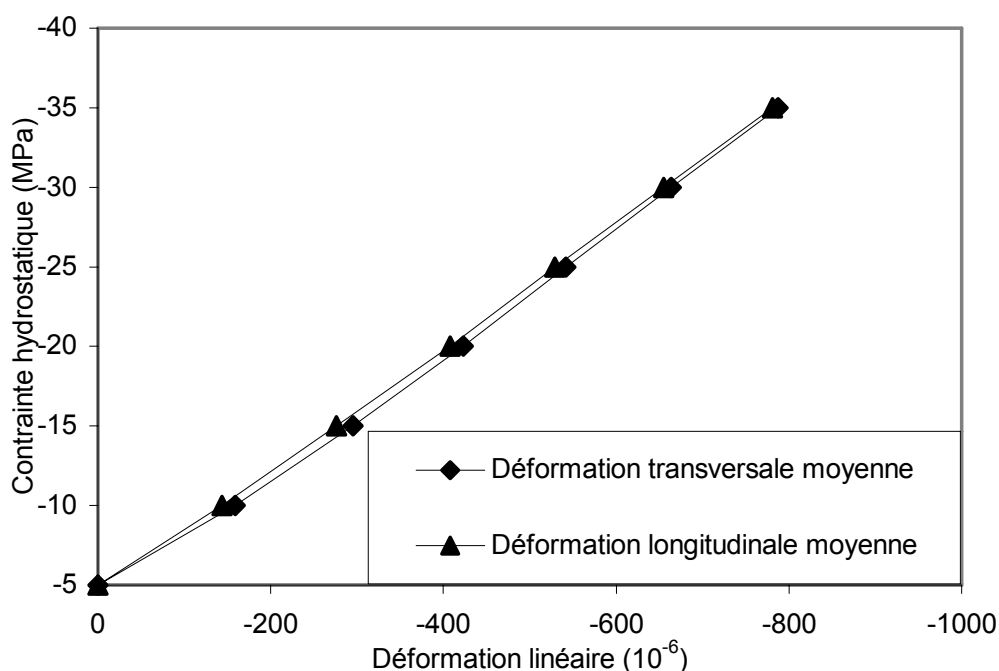


Figure A.1. Déformation longitudinale et transversale pour un échantillon de calcaire avant traitement thermique – Essai de compression hydrostatique.

Après l'application d'un cycle thermique à 250°C, le même échantillon a été testé à nouveau. La Figure A.2 présente les déformations linéaires pour le matériau préfissuré thermiquement.

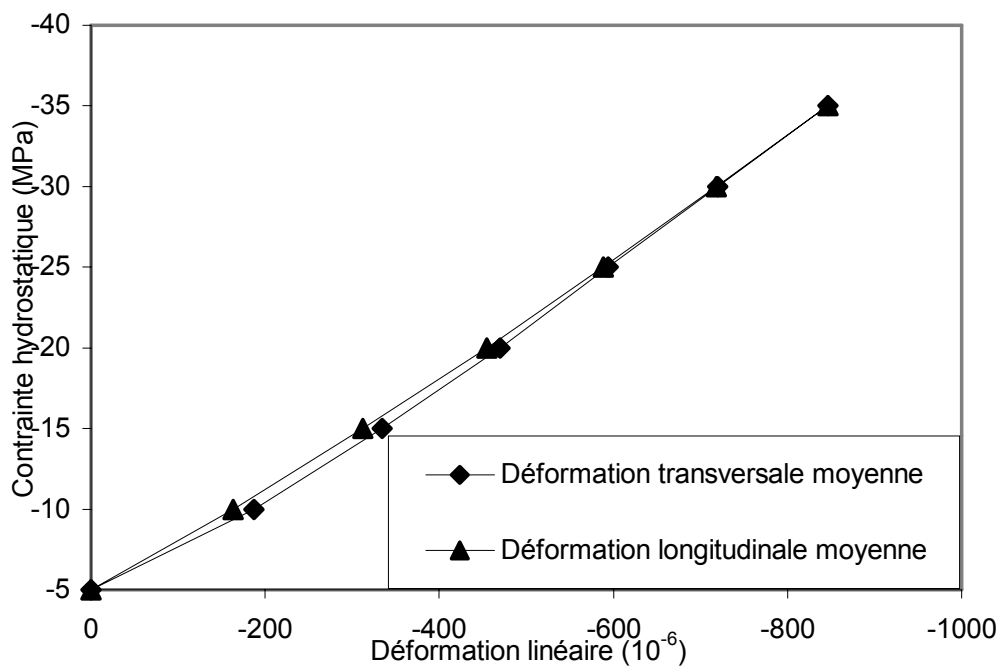


Figure A.2. Déformation longitudinale et transversale pour un échantillon de calcaire après un traitement thermique à 250°C – Essai de compression hydrostatique.

Après traitement thermique, nous observons encore des déformations linéaires similaires suivant les directions longitudinales et transversales. Ainsi, le matériau préfissuré thermiquement suit également un comportement isotrope, ce qui témoigne de l'isotropie de la microfissuration induite.

ANNEXE B

Détermination de la durée du palier des cycles thermiques pour le mortier

Une partie de nos travaux a traité de l'effet des traitements thermiques (à 150°C et 250°C) sur le comportement hydraulique d'un mortier. Ce matériau subit une déshydratation sous températures élevées et il en résulte une perte de masse liée au départ de l'eau. Cette perte de masse sous température évolue en fonction du temps jusqu'à ce qu'elle se stabilise. Des études préliminaires ont alors du être menées pour déterminer le temps nécessaire pour que la perte de masse des échantillons soit stabilisée et ainsi en déduire la durée du palier pour les cycles thermiques.

Deux échantillons ont été utilisés : l'un est resté exposé de manière continue à 150°C et l'autre à 250°C. Avant que les échantillons soient soumis aux températures élevées, leurs masses ont été déterminées. Ensuite, durant l'exposition sous température, la masse des échantillons a été mesurée régulièrement. La Figure B.1 présente l'évolution de la masse de l'échantillon exposé à 150°C et la Figure B.2 celle de l'échantillon exposé à 250°C.

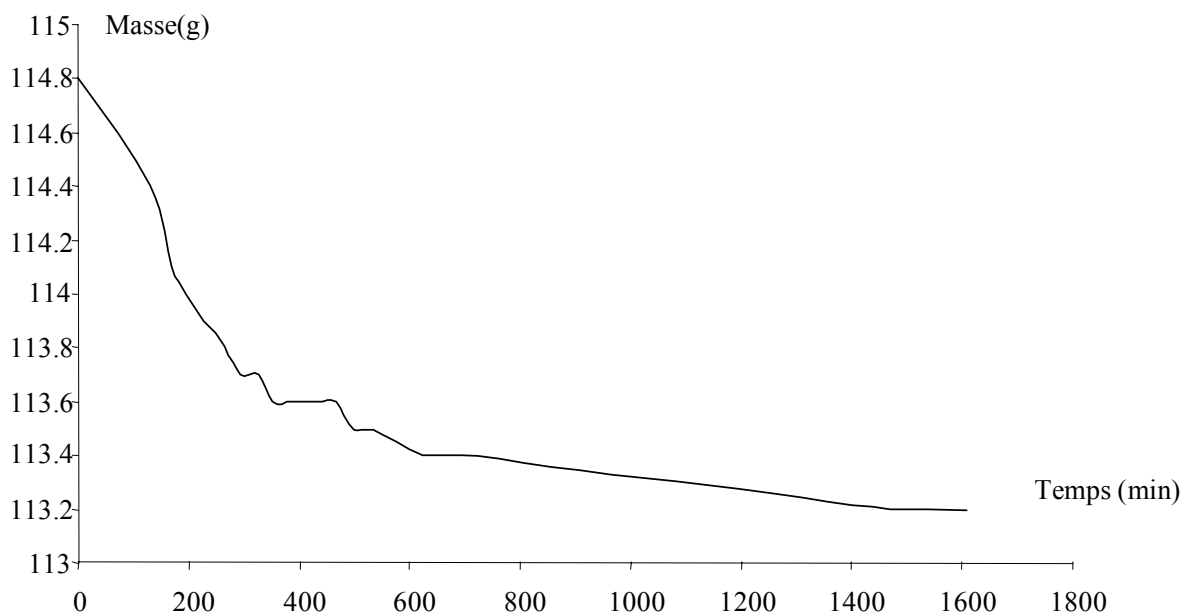


Figure B.1. Evolution de la masse d'un échantillon soumis à 150°C en fonction du temps [Sersar 2003].

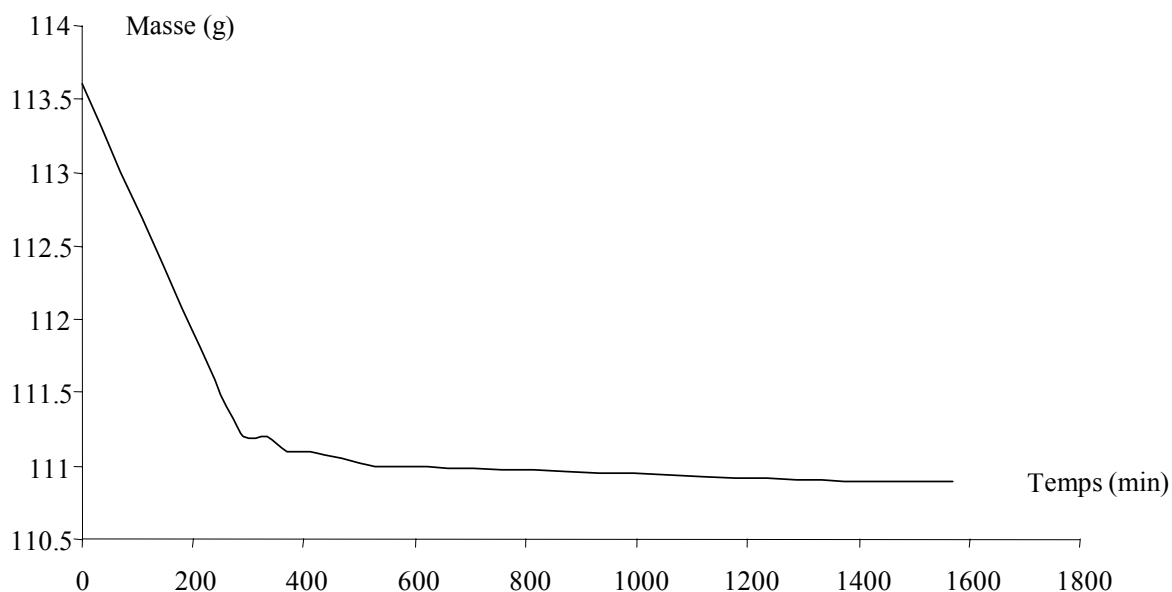


Figure B.2. Evolution de la masse d'un échantillon soumis à 250°C en fonction du temps [Sersar 2003].

Pour ces essais préliminaires, la montée en température a été effectuée à la vitesse de 1°C/min puis la température de consigne (150°C ou 250°C) a été maintenue de manière continue. Ceci signifie que sur les Figures B.1 et B.2, une première étape de la déshydratation du mortier a lieu pendant la montée en température (de 0 à 200 minutes environ). Ensuite, la déshydratation se poursuit durant le maintien de la température.

On remarque que la masse de l'échantillon traité à 250°C se stabilise rapidement. Par contre, pour le traitement thermique à 150°C, il faut compter environ 10 heures après la montée en température pour obtenir une masse constante. Afin de garder une procédure identique pour tous les cycles thermiques, une durée de palier égale à 10 heures a été adoptée (avec une vitesse de montée et de descente en température égale à 1°C/min).

Influence de la température sur le comportement poromécanique ou hydraulique d'une roche carbonatée et d'un mortier. Etudes expérimentales

L'étude expérimentale présentée vise à étudier l'effet de la température sur le comportement hydraulique et poromécanique d'un calcaire. De nombreux essais (mesures de porosité et de perméabilité, essais de compressions uniaxiales et hydrostatiques) ont été menés afin d'évaluer l'influence des cycles thermiques et donc de la microfissuration thermique sur le comportement de la roche. En parallèle, un dispositif de mesure de la perméabilité sous températures élevées (jusqu'à 200°C) a été conçu, permettant ainsi d'évaluer directement la variation de la perméabilité du calcaire sous sollicitations thermiques. Par la suite, notre étude a été étendue au cas des matériaux à matrice cimentaire, l'objectif étant d'analyser l'effet de la température sur la perméabilité d'un mortier normalisé.

Mots clés : Calcaire, mortier, milieux poreux, perméabilité, endommagement, micromécanique, effets de la température.

Temperature effect on the poromechanical or hydraulic behaviour of a carbonated rock and a mortar. Experimental studies

The main objective of this study is to evaluate the temperature effect on the hydraulic and poromechanical behaviour of a limestone. Many experimental tests (porosity and permeability measurements, uniaxial and hydrostatic compressions tests) were carried out in order to study the thermal treatments effect and so the thermal microcracking effect on rock behaviour. Moreover, an experimental device for permeability measurements under high temperatures (until 200°C) was realized. This experimental device permitted to study the permeability variation of the limestone under thermal stresses. Finally, the behaviour of cementitious materials was studied ; the temperature effect on the permeability of a mortar was examined.

Key words : Limestone, mortar, porous media, permeability, damage, micromechanics, thermal effects.