HAL
open science

Rôle de la minéralogie, de la texture et de la structure dans la déformation et la rupture des argilités de l'Est

Hervé Wright

To cite this version:

Hervé Wright. Rôle de la minéralogie, de la texture et de la structure dans la déformation et la rupture des argilités de l'Est. Géologie appliquée. Ecole des Ponts ParisTech, 2001. Français. NNT : . tel-00005665

HAL Id: tel-00005665

https://pastel.hal.science/tel-00005665

Submitted on 5 Apr 2004

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

RÔLE DE LA MINÉRALOGIE, DE LA TEXTURE ET DE LA STRUCTURE DANS LA DÉFORMATION ET LA RUPTURE DES ARGILITES DE L'EST

THÈSE
présentée par

Hervé WRIGHT

pour obtenir le grade de

DOCTEUR

de l'ÉCOLE NATIONALE DES PONTS ET CHAUSSÉES

en

GÉOLOGIE DE L'INGÉNIEUR

Soutenue publiquement le 12 décembre 2001
devant le jury composé de :

MM.	**Pr. J.-P. TROALEN**	Président
	Pr. B. CLÉMENT	Rapporteur
	Pr. B. HAGUENAUER	Rapporteur
	Dr. N. HOTEIT	Examinateur
	Dr. J.-M. LE CLÉAC'H	Examinateur
	Pr. M. PERRIN	Directeur de Thèse

AVANT-PROPOS

J’exprime ma profonde gratitude à toutes les personnes qui ont contribué à l'aboutissement de ce travail réalisé au Centre de Géologie de l'Ingénieur commun à l'Ecole Nationale des Mines de Paris, à l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées et à l'Université de Marne la Vallée.

Je remercie Monsieur Michel DEVEUGHÈLE, Directeur du CGI et Directeur de Recherche qui a bien voulu m'accueillir au CGI pour mon DEA, m'a ensuite proposé d'y préparer une thèse et m'a constamment encouragé.

Je remercie à l'Agence Nationale pour la gestion des Déchets Radioactifs qui a soutenu financièrement cette étude. Je remercie en particulier Monsieur Nasser HOTEIT, Chef du service Géomécanique, qui me fait l'honneur de participer en tant qu'Examinateur à ce jury, Madame Odile OZANAM qui a suivi la première partie de ce travail et Monsieur Alain TROUILLER qui a accepté de relire mon mémoire.

J'adresse mes remerciements à Monsieur Jean-Pierre TROALEN, Professeur à l'Université de Reims, Monsieur Bernard HAGUENAUER, Professeur émérite à l'Université Henri Poincaré - Nancy I et Monsieur Bernard CLÉMENT, Professeur à l'Université de Bordeaux I qui ont accepté de participer à ce jury respectivement en qualité d'Examinateur et de Rapporteurs

J'adresse mes remerciements à Monsieur Michel PERRIN, Professeur à l’Ecole des Mines de Paris qui a dirigé ma thèse.

Je remercie tout particulièrement Monsieur Jean-Michel LE CLÉAC'H, Ingénieur de Recherche au CGI et mon conseiller d'étude. Il m'a fait profiter de son esprit inventif et de sa rigueur scientifique, m’a proposé de nombreuses pistes pour développer mon étude et m’a aidé à mieux cerner les points à approfondir. Pendant les moments difficiles, il m’a soutenu.

Je remercie toute l'équipe des enseignants et chercheurs du CGI, en particulier Madame Martine AUDIGUIER et Monsieur Joël BILLIOTTE pour leur écoute et leur encadrement.
Je remercie l’ensemble des personnels techniques et administratif du CGI, en particulier Messieurs José ROSELLY-BENOIT et Olivier LESAFFRE pour leur aide et leur disponibilité.

Je remercie tous les thésard du CGI pour l’ambiance studieuse, amicale et détendue qui a toujours régné dans le « labo ».

Je remercie chaleureusement Elizabeth Flores et Adrien pour leur soutien sans faille, leur patience et leur amour.

Je remercie profondément toute ma famille, mon Père et ma Mère, ma Grand-Mère Marie, ma Tante Nora, mes frères et sœur qui savent combien leurs soutiens et leurs encouragements ont été importants.

ROLE OF THE PETROFABRIC ON THE STRAIN AND THE RUPTURE OF SHALES FROM THE EAST OF FRANCE

This work deals with samples recovered from the Callovo-Oxfordian shale layer in the east of Paris basin at the site of the underground research laboratory. Its aim is to realise tests under thermomechanical loading and controlled humidity conditions with a specific system called CGI testcell which allows to do visual observations of the fabric of a thick slide sample. The study is carried out using also X-ray diffractometry, Scanning electron microscopy and Energy dispersive X-ray spectrometry. All the results allow to make difference between samples which are recovered from 445 m deep, near the roof of the layer and those which are recovered from 480 m deep at the middle of the layer. These shales are bedded, their density is about 2.4. They contain about 23 % of carbonates, about 1 % of pyrite at *the roof* and between 1 to 2 % at *the middle*. The samples are rather brittle. Deformability and sensitivity to temperature of *the middle* samples are higher than *roof*'s samples. The Crack opening is linked to the texture and is located nearby heterogeneities. Weathering of pyrite changes the behaviour of the shale during the time. A simple numerical model (FLAC) highlights this point. Those results lead us to consider the weathering of pyrite as a supplementary cause of damage which will develop during time around the facilities.

Keywords Shale • Texture • Pyrite • Weathering • Crack • Rupture

RÔLE DE LA MINERALOGIE, DE LA TEXTURE ET DE LA STRUCTURE DANS LA DEFORMATION ET LA RUPTURE DES ARGILITES DE L'EST

Ce travail a porté sur l'étude au laboratoire d'échantillons d'argilites, prélevés dans la couche d'argilites du Callovo-Oxfordien dans l'est du Bassin de Paris au droit du site du laboratoire souterrain de recherches *in-situ*. Ils ont été soumis à des sollicitations thermomécaniques en conditions humides avec un dispositif expérimental appelé microcellule CGI permettant de faire une observation visuelle de leur texture et de leur structure au cours des essais. D'autres moyens expérimentaux ont aussi été utilisés : essais pétrophysiques, rayons X, Microscope électronique à balayage. L'ensemble des résultats permettent de faire une distinction entre des échantillons prélevés à 445 m de profondeur, non loin du toit de la couche et des échantillons prélevés à 480 m de profondeur au milieu de la couche. Les argilites sont litées, leur densité est de l'ordre de 2,4. Elles contiennent environ 23% de carbonates, environ 1% de pyrite au *toit* et 1 à 2% au *milieu*. Les lames épaisses ont un comportement plutôt fragile. Celles *du milieu* sont plus déformables et sont plus sensibles à la température que celles *du toit*. L'initiation des fractures est liée aux hétérogénéités de la texture. L'altération des pyrites confère aux échantillons un comportement évolutif. Un modèle numérique simple (FLAC) permet d'en préciser certains aspects mécaniques. Ces résultats amènent à considérer que l'altération des pyrites doit être prise en compte comme une source supplémentaire d'endommagement susceptible de se développer dans le temps.

Mots clés Argilites • Texture • Pyrite • Altération • Fissure • Rupture

Centre de Géologie de l'Ingénieur / ENSMP – ENPC – ULMV
Université de Marne la Vallée, Bâtiment IFI
Cité Descartes, 5, boulevard Descartes
Champs-sur-Marne, 77454 Marne la vallée cedex 2

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE **1**

CHAPITRE 1 : GENERALITES **2**

1 INTRODUCTION **2**

2 DEFORMATION ET RUPTURE DE MATERIAUX ROCHEUX EN COMPRESSION **2**

2.1 FACTEURS INFLUENÇANT LES RESULTATS DE L'ESSAI DE COMPRESSION SIMPLE *3*

2.1.1 Présentation de l'essai 3

2.1.2 L'élancement 5

2.1.3 La distribution des contraintes 5

2.1.4 La taille de l'éprouvette 6

2.1.5 La vitesse de chargement 7

2.1.6 Les caractéristiques de la presse 7

2.2 FACTEURS INFLUENÇANT LES RESULTATS DE L'ESSAI DE COMPRESSION TRIAXIAL *8*

2.2.1 Présentation et analogie avec l'essai de compression simple 8

2.2.2 Influence de la pression de confinement 9

2.3 INTRODUCTION DE LA NOTION D'ENDOMMAGEMENT *10*

2.4 RUPTURE DES MATERIAUX ROCHEUX *11*

2.4.1 La rupture fragile 12

2.4.1.1 Structure, texture et modes de propagation 12

2.4.1.2 Théorie énergétique et approche locale de la rupture 13

2.4.1.3 Actions de l'eau 16

2.4.1.4 Actions de la température 18

2.4.2 La rupture ductile 19

2.4.3 L'altération superficielle 21

3 ETUDE DES ARGILITES **23**

3.1 PRESENTATION DU LABORATOIRE SOUTERRAIN DE L'ANDRA *23*

3.1.1 Cadre législatif, situation géographique et buts 23

3.1.2 Le concept d'un stockage 24

3.2 DESCRIPTION DE L'EST DU BASSIN PARISIEN *25*

3.2.1 Le contexte géologique régional 25

3.2.2 Les contraintes in-situ 26

3.2.3 Le contexte hydrogéologique régional 26

3.3 PETROLOGIE ET COMPORTEMENT DES ARGILITES *29*

3.3.1 Minéralogie et structure des argiles 29

3.3.2 Définitions des argilites 30

3.3.3 Principaux autres minéraux des roches argileuses 32

3.3.3.1 Les carbonates 32

3.3.3.2 Le quartz 32

3.3.3.3 Les feldspaths 32

3.3.3.4 Les sulfures de fer 33

3.3.3.5 Les oxydes et hydroxydes de fer 33

3.3.4 Comportement hydromécanique des argilites 34

3.3.4.1 Adsorption 34

3.3.4.2 Capillarité 35

3.3.4.3 Osmose ... 35
3.3.5 Consolidation thermique des matériaux argileux ... 36
3.3.6 Altération des pyrites dans les argilites ... 38
3.3.6.1 Processus électrochimiques et bactériens, équations générales ... 38
3.3.6.2 Conditions et cinétiques des réactions ... 40
3.3.6.3 Minéralogie dérivée de l'altération des pyrites ... 40
3.4 PROPRIETES ET COMPORTEMENT MECANIQUE DES ARGILITES DE L'EST ... 42
4 CONCLUSION ... 48

CHAPITRE 2 : DESCRIPTION DE L'ETUDE EXPERIMENTALE ... 49

1 INTRODUCTION ... 49
2 LA MICROCELLULE ET SON ENVIRONNEMENT ... 49
2.1 PRINCIPE, INTERET ET DESCRIPTION ... 49
2.2 L'ENVIRONNEMENT DE LA MICROCELLULE CGI ... 52
2.2.1 Génération et contrôle de la pression ... 52
2.2.2 Génération et contrôle de la température et de l'humidité relative ... 52
2.2.3 Système d'observation et de prise de vue ... 54
2.2.3.1 Définition des échelles d'observation ... 54
2.2.3.2 Description du matériel ... 55
2.2.4 La mesure des déplacements axiaux ... 55
2.2.5 Le traitement et l'analyse des images ... 55
2.2.5.1 Notions élémentaires ... 55
2.2.5.2 Application ... 56
2.3 MODELISATION NUMERIQUE DE L'ESSAI ... 58
2.3.1 Equations idéalisées ... 58
2.3.2 Commentaires sur les conditions de l'essai réel ... 59
2.3.3 Présentation du programme FLAC ... 61
2.3.3.1 Modèle élastique ... 61
2.3.3.2 Modèle élastoplastique radoucissant ... 62
Compression ... 62
Traction ... 63
Radoucissement ... 64
2.3.3.3 Interfaces ... 64
2.3.4 Déformation en milieu élastique ... 64
2.3.4.1 Elaboration du modèle ... 64
Géométrie ... 64
Propriétés mécaniques et chargement ... 64
Conditions aux limites ... 65
Paramètres des interfaces du premier cas : le chargement uniforme ... 65
Paramètres des interfaces du deuxième cas : le confinement parfait ... 65
Paramètres des interfaces du troisième cas : le contact direct ... 65
2.3.4.2 Contrôle et interprétation des résultats ... 66
2.3.4.3 Résultats en milieu élastique ... 66
Premier cas : le chargement uniforme ... 66
Deuxième cas : le confinement parfait ... 67
Troisième cas : le contact direct ... 69
2.3.5 Déformation d'un milieu élastoplastique ... 69
2.3.5.1 Elaboration du modèle ... 69
2.3.5.2 Résultats en milieu élastoplastique radoucissant ... 70
3 LES AUTRES MOYENS EXPERIMENTAUX ... 72
3.1 LE MEB ET LA SONDE EDS ... 72
3.1.1 Le principe ... 72

3.1.2 La préparation des échantillons ... 73
3.2 LA DIFFRACTOMETRIE DES RAYONS X ... 74
3.2.1 Le principe ... 74
3.2.2 La préparation des échantillons ... 74
3.3 LE VOLUMETRE A MERCURE ET LE PYCNOMETRE A HELIUM ... 74
3.3.1 Principes ... 74
3.3.2 Les préparations des échantillons ... 75
3.4 LES AUTRES ESSAIS D'IDENTIFICATION ... 76
4 LE PROTOCOLE EXPERIMENTAL ... 76
4.1 LA PREPARATION DES LAMES EPAISSES ... 76
4.2 LE DEROULEMENT GENERAL DES ESSAIS ... 78
4.3 LES LIMITES DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL ... 79
4.3.1 Le nombre d'essais ... 80
4.3.2 La nature des contraintes ... 80
4.3.3 L'incertitude sur la déformation axiale ... 80
4.3.4 L'imposition de l'humidité relative ... 82
4.3.5 La qualité des photographies ... 82
4.3.6 La sensibilité de l'analyse d'images ... 82
5 CONCLUSION ... 84

CHAPITRE 3 : DEFORMATION MACROSCOPIQUE DES LAMES EPAISSES D'ARGILITES DE L'EST ... 85

1 INTRODUCTION ... 85
2 PRESENTATION ET CARACTERISATION DES ECHANTILLONS ... 85
2.1 PRESENTATION ECHANTILLONS ... 85
2.2 APPELLATION DES ECHANTILLONS ... 86
2.3 CARACTERISATION PETROPHYSIQUE DES ECHANTILLONS A L'ETAT INITIAL ... 86
2.3.1 Densités et teneurs en eau ... 86
2.3.2 Minéralogie ... 87
2.3.2.1 Les minéraux argileux ... 87
2.3.2.2 Les minéraux non argileux ... 88
2.3.3 Structure ... 89
2.3.4 Texture ... 90
2.3.4.1 Caractérisation de la porosité ... 90
2.3.4.2 Vocabulaire : grain, agrégat, glomérule, matrice, fissure, fracture ... 91
2.3.4.3 Observation à l'œil nu ... 91
2.3.4.4 Observation au macroscope Wild ... 92
2.3.4.5 Observation au MEB et analyses à la sonde EDS ... 95
3 LES ESSAIS EN MICROCELLULE ... 101
3.1 PREMIER GROUPE D'ESSAIS ... 101
3.1.1 Chargement ... 101
3.1.2 Lame épaisse L1 d'argilite *du toit* ... 102
3.1.2.1 Etat initial de la texture ... 102
3.1.2.2 Description de la déformation ... 103
3.1.3 Lame épaisse L2 d'argilite *du toit* ... 105
3.1.3.1 Etat initial de la texture ... 105
3.1.3.2 Description de la déformation ... 105
3.1.4 Lame épaisse L3 d'argilite *du milieu* ... 107
3.1.4.1 Etat initial de la texture ... 107

3.1.4.2 Description de la déformation 107
3.1.5 Modélisation numérique de la déformation de la lame épaisse L3 109
3.1.5.1 But 109
3.1.5.2 Propriétés générales du modèle 109
3.1.5.3 Introduction d'un élément de la texture 110
Premier cas : l'inclusion dure 110
Deuxième cas : l'inclusion altérée 110
3.1.5.4 Résultats 111
Milieu élastique, inclusion dure 111
Milieu élastoplastique et inclusion dure 112
Milieu élastoplastique et inclusion altérée 113
3.1.5.5 Conclusion 115
3.2 DEUXIEME GROUPE D'ESSAIS : LAMES EPAISSES L4 ET L5 D'ARGILITES DU TOIT ET DU MILIEU 116
3.2.1 Chargement 116
3.2.2 Etats initiaux des textures 116
3.2.3 Description des déformations 117
3.3 TROISIEME GROUPE D'ESSAIS : LAMES EPAISSES L6 ET L7 D'ARGILITES DU TOIT ET DU MILIEU 121
3.3.1 Chargement 121
3.3.2 Etats initiaux des textures 121
3.3.3 Description des déformations 121
3.4 QUATRIEME GROUPE D'ESSAIS : LAMES EPAISSES L8 ET L9 D'ARGILITES DU TOIT ET DU MILIEU 126
3.4.1 Chargement 126
3.4.2 Etat initial des textures 126
3.4.3 Description des déformations 126
3.5 SYNTHESE 130
3.5.1 Influence de la minéralogie et de la porosité 130
3.5.2 Rôle de l'eau 130
3.5.3 Rôle de la température 132
3.5.4 fluage et rupture ductile 133
3.5.5 Fracturation 134
4 CONCLUSION 135

CHAPITRE 4 : ETUDE DE LA TEXTURE 137

1 INTRODUCTION 137
2 ROLE DE LA MINERALOGIE, DE LA TEXTURE ET DE LA STRUCTURE DANS LA DEFORMATION 137
2.1 ABSENCE D'INDICES DE RUPTURE DUCTILE 137
2.2 DESCRIPTION GENERALE DE LA RUPTURE CATACLASTIQUE 138
2.2.1 Description mésoscopique – Observations en cours d'essais 138
2.2.1.1 Les grains et agrégats de minéraux non argileux 138
Lame épaisse L2 138
Lame épaisse L4 139
Lame épaisse L7 140
2.2.1.2 Les fissures préexistantes : Lame épaisse L1 141
2.2.1.3 Les plans du litage 142
Lame épaisse L6 142
Lame épaisse L8 144
2.2.1.4 L'altération des glomérules pyritisés 145

Lame épaisse L3 145
Lame épaisse L5 146
Lame épaisse L7 147
2.2.2 Description microscopique – Observations après la rupture 148
2.2.2.1 Identification des néoformations par diffractométrie des rayons X 148
2.2.2.2 Evolution de la porosité totale 151
2.2.2.3 Observations au MEB et analyses à la sonde EDS 152
2.2.3 Synthèses des observations aux différentes échelles 157
2.2.3.1 Les lames épaisses d'argilite *du toit* 157
2.2.3.2 Les lames épaisses d'argilite *du milieu* 159
3 CONCLUSION 161

CONCLUSION GENERALE 162

BIBLIOGRAPHIE 165

ANNEXE 1 : EVALUATION SOMMAIRE DU PROBLEME DE L'ALTERATION DES PYRITES AUTOUR DES GALERIES DANS LE SITE DE L'EST 177

1 GENERALITES ET BIBLIOGRAPHIE 177
2 EXPERIENCES DU GENIE CIVIL 178
2.1 EXEMPLE D'UN TUNNEL 178
2.2 EXEMPLE D'ENTREPOTS SOUTERRAINS 179
2.2.1 Les faits observés 179
2.2.2 Les solutions proposées 179
3 LE RETOUR D'EXPERIENCES DU LABORATOIRE DU MONT-TERRI 180
4 EXTRAPOLATION AUX CONDITIONS IN-SITU DANS L'EST 181

ANNEXE 2 : ETUDE D'UNE LAME EPAISSE DE GRANITE 184

1 CONDITIONS DE L'ESSAI 184
2 RESULTATS 184

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Courbes d'écrouissage et de déformation volumique d'un matériau rocheux fragile. Les déformations volumiques sont calculées. (Martin, 1993, in Eberhardt et al., 1998) 4
Figure 2 : Evolution d'un comportement élastique-fragile vers un comportement élastoplastique avec écrouissage positif en fonction de la contrainte de confinement du marbre de Wombeyan (Paterson, 1958, in Paterson, 1978) 9
Figure 3 : Les 3 modes de propagation d'une fissure..... 12
Figure 4 : Positions principales d'une fissure par rapport à la structure anisotrope d'un matériau rocheux (d'après Schmidt, 1976, in Whittaker et al., 1992)..... 13
Figure 5 : **A)** Situation du site de l'Est dans la Meuse (55), à la lisière de la Haute-Marne (52) **B)** Principe d'un concept de stockage (in ANDRA, 1997) 25
Figure 6 : Carte géologique du site de l'Est, situation des forages (MSE 101, HTM 102) et emplacement du laboratoire de recherche (in ANDRA, 1997) 27
Figure 7 : Coupes géologiques Ouest - Est et Nord-Ouest - Sud-Est du site de l'Est, situation des sondages carottés MSE 101 (1994, 922 m), HTM 102 (1994, 1101 m) et EST 103 (décembre 1995, 526 m) réalisé au droit du site du laboratoire (in Trouiller et Lebon, 1999) 28
Figure 8 : Structure d'un feuillet élémentaire d'argile **A)** kaolinite **B)** illite **C)** smectite (modifié d'après Kirsch, 1968)..... 31
Figure 9 : Fluage œdométrique de l'argile de Limay (95) à différents paliers de température (in Boucly-Norotte, 1991)..... 37
Figure 10 : Résultats d'essais triaxiaux en compression drainés et non drainés sur les argilites du Callovo-Oxfordien (in Heitz, 1999)..... 43
Figure 11 : **A)** Trajet de chargement en écrouissage et en relaxation **B)** Courbes d'écrouissage pour deux vitesses d'extension différentes (in Nguyen Minh et al., 1999)..... 44
Figure 12 : Courbes d'écrouissage des argilites de l'Est (in Gasc-Barbier et al., 1999) 45
Figure 13 : Calcite dans l'espace intercristallites des argilites de l'Est. (in Gasc-Barbier et al., 1999) 45
Figure 14 : Faible anisotropie mécanique des argilites de l'Est dans les directions parallèle et perpendiculaire à l'axe du sondage (in Ghoreychi, 1999)..... 46
Figure 15 : Courbes de fluage des argilites de l'Est sous deux températures différentes (in Ghoreychi, 1999) 46
Figure 16 : Comparaison d'une simulation numérique et de résultats expérimentaux sur les argilites de l'Est en compression triaxiale sous un confinement de 10 MPa (in Chiarelli, 2000) 47
Figure 17 : La microcellule CGI et son principe..... 51
Figure 18 : Test de la procédure d'analyse d'images, déformation homogène d'une lame épaisse. **A)** Superposition d'images caractéristiques des états initial et déformé **B)** Négatif de la carte des modules des déplacements. 58
Figure 19 : Modélisation de l'essai en microcellule, maillage, conditions aux limites et chargement 64
Figure 20 : Conditions de contact piston-échantillon et déformations induites sur des éprouvettes cylindriques en compression simple (Peng, 1970, in Holzhausen et Johnson, 1979) 66
Figure 21 : Résultats correspondant au chargement uniforme **A)** Superposition de la position initiale et de la position déformée exagérée 50 fois **B)** Allure des déplacements..... 67
Figure 22 : Résultats correspondant au confinement parfait **A)** Superposition des positions initiale et déformée exagérée 50 fois **B)** Orientations et intensités relatives des contraintes principales **C)** Distribution des contraintes déviatoriques **D)** Limites des zones en compression et en traction 68
Figure 23 : Résultats correspondant au contact direct **A)** Superposition des positions initiale et déformée exagérée 50 fois **B)** Distribution des contraintes déviatoriques 69
Figure 24 : Résultats correspondant au contact direct **A)** Loi arbitraire d'évolution de la cohésion **B)** Courbe d'écrouissage **C)** Allure des déplacements en plasticité **D)** Déformation de la grille exagérée 3,5 fois 71
Figure 25 : Principe de confection des lames épaisses..... 78
Figure 26 : Diffractogrammes d'échantillons d'argilites du toit **T** et du milieu **M** S : smectite, I : illite ; M : muscovite ; K : kaolinite ; Ch : chlorite ; Q : quartz ; C : calcite ; D : dolomite ; F: feldspath ; P : pyrite, H : hématite ; (x) pics superposés..... 88
Figure 27 : Charte visuelle de quantification d'une phase dans un matériau biphasé (partiellement repris d'après Baccelle et Bosellini, 1965, in Flugel, 1982) 89

Figure 28 : Microphotographies de la texture de l'argilite du toit **A)** Test d'échinidé moulé dans la matrice argileuse sur L2 **B)** Tests de gastéropode sur L4 et **C)** Test de lamellibranche sur L6 **D)** glomérule pyritisé altéré sur L4 **E)** Porosité de fissure empruntant les plans du litage sur L8. Microphotographies de la texture de l'argilite du milieu **F, G)** Deux tailles de glomérules pyritisés respectivement sur L7 et sur L5 94
Figure 29 : Observation au MEB de la microtexture de l'argilite du milieu. **A)** Vue perpendiculairement au plan du litage **B)** Détail de la vue A : porosité lamellaire et arrangement argile-calcite (coccolithe) **C)** Vue parallèlement au plan du litage **D)** Détail de la vue C : minéraux argileux de grande taille ≈ 100 µm 96
Figure 30 : Observation au MEB de la microtexture de l'argilite du toit **A)** Grain de calcite enrobé dans une matrice argileuse **B)** Détail de la vue A **C)** Glomérule pyritisé moulé dans la matrice argileuse **D)** Gros grain aplati (micas?) soulignant le litage **E)** Vue perpendiculairement au litage **F)** Détail de la vue E : porosité lamellaire et arrangement argile-calcite (cf. Figure 13, Chap. 1) 97
Figure 31 : Observation au MEB de la microtexture de l'argilite du toit dans le plan du litage **A)** Prismes de calcite constituant l'enveloppe d'un bioclaste **B)** Détail de la vue A **C)** Calcite rhomboédrique et sous forme de micrite **D)** Coccolithe **E, F)** Pyrite sous forme framboïdale, de cristaux cubooctaédriques et d'octaèdres. Sur la vue F on distingue les signes (aiguilles de goethite ou de gypse) d'un début d'altération. 99
Figure 32 : Observation au MEB de la microtexture de l'argilite du milieu **A)** Pyrite à l'intérieur d'un bioclaste **B)** Détail de la vue A : prismes de calcite constituant l'enveloppe du bioclaste et pentagonododécaèdres de pyrite **C)** Grand glomérule de pyrite framboïdale et sous forme de pentagonododécaèdres **D)** Détail de la vue C **E)** Grain de rutile détritique **F)** Diagramme EDS correspondant à la vue E 100
Figure 33 : Deux situations pouvant être interprétées lors de l'observation comme une fissure à la surface d'une lame épaisse 102
Figure 34 : Courbes de chargement et de déformation de la lame épaisse L1 d'argilite du toit (pour une meilleure lisibilité, tous les points de mesure ne sont pas reportés sur la courbe de déformation) 103
Figure 35 : Macrophotographies de la face 1 de la lame épaisse L1 d'argilite du toit **A)** Etat initial **B)** Etat après 100 jours d'essai, la contrainte axiale de compression étant à 25 MPa 104
Figure 36 : Courbes de chargement et de déformation de la lame épaisse L2 d'argilite du toit 105
Figure 37 : Macrophotographies de la face 1 de la lame épaisse L2 d'argilite du toit **A)** Etat initial **B)** Etat à la rupture après 111 jours d'essai. A : glomérule pyritisé altéré; O : origine de la fracture de cisaillement; Fr : fracture 106
Figure 38 : Courbes de chargement et de déformation de la lame épaisse L3 d'argilite du milieu 107
Figure 39 : Macrophotographies de la face 1 de la lame épaisse L3 d'argilite du milieu **A)** Etat initial **B)** Etat à la rupture après 62 jours d'essai G : glomérule pyritisé; A : glomérule pyritisé altéré; Fr : fracture 108
Figure 40 : Cas du contact direct **A)** Distribution des contraintes déviatoriques **B)** Limites des zones en compression et en traction 112
Figure 41 : Cas du chargement uniforme **A)** Allure des déplacements à la rupture **B)** Déformation de la grille exagérée 3,5 fois 112
Figure 42 : Cas du contact direct **A)** Chargement de la lame épaisse **B)** Déformation de la grille exagérée 10 fois 113
Figure 43 : Cas du contact direct **A)** Loi arbitraire d'évolution de la cohésion et de la résistance à la traction **B)** Courbe d'écrouissage **C)** courbes d'isovaleurs des déplacements selon OY en mm à la rupture (pic de contrainte) **D)** Courbes d'isovaleurs des déplacements selon OY après la rupture 115
Figure 44 : Courbes de chargement et de déformation des lames épaisses L4 et L5 d'argilites du toit et du milieu 118
Figure 45 : Macrophotographies de la face 1 de la lame épaisse L4 d'argilite du toit **A)** état initial **B)** Etat à la rupture. Fi : fissure 119
Figure 46 : Macrophotographies de la face 1 de la lame épaisse L5 d'argilite du milieu **A)** Etat initial **B)** Etat à la rupture. G : glomérule pyritisé; A : glomérule pyritisé altéré; Fi : fissure; Fr fracture 120
Figure 47 : Courbes de chargement et de déformation des lames épaisses L6 et L7 d'argilites du toit et du milieu 122

Figure 48 : Macrophotographies de la face 1 de la lame épaisse L6 d'argilite du toit **A)** état initial **B)** Etat à la rupture. G glomérule pyritisé; Fr : fracture 124
Figure 49 : Macrophotographies de la face 1 de la lame épaisse L7 d'argilite du milieu **A)** Etat initial **B)** Etat à la rupture. G : glomérule pyritisé; Fr : fracture 125
Figure 50 : Courbes de chargement et de déformation des lames épaisses L8 et L9 d'argilites du toit et du milieu 127
Figure 51: Macrophotographies de la face 1 de la lame épaisse L9 d'argilite du milieu **A)** Etat initial **B)** Etat à la fin de l'essai. Toutes les taches sombres sont des glomérules pyritisés 128
Figure 52 : Macrophotographies de la face 1 de la lame épaisse L8 d'argilite du toit **A)** Etat initial **B)** Etat à la rupture. Fr : fracture; Li : traces de plans du litage..... 129
Figure 53 : **A)** Macrophotographies d'une grande face et d'une petite face de la lame épaisse L3' après sa rupture suite à son contact avec de l'eau liquide. **B)** Microphotographie de la surface de la lame épaisse L3'' de la l'argilite du milieu après son contact avec de l'eau liquide 132
Figure 54 : Résultats de l'analyse d'images : cartes du gradient des déplacements de trois lames épaisses. Les zones de plus forte déformation sont en noir **A)** : L3 entre l'état initial et l'état après 49 jours d'essai, les déformations sont localisées autour d'un bioclaste pyritisé altéré. **B)** : L3 entre l'état initial et la rupture. La fracture parallèle à la direction de la contrainte de compression (Figure 39) n'apparaît pas car son ouverture reste petite devant le déplacement sur la fracture de cisaillement **C, D)** : L2 et L5 entre l'état initial et la rupture (Figure 37 et Figure 46)..... 135
Figure 55 : Microphotographies de la lame épaisse L2 **A)** Vue partielle du plan de cisaillement constitué par un bioclaste calcifié et pyritisé de grande taille à l'origine de la fracture de cisaillement sur le coin de L2 **B)** altération du bioclaste et départ de la fissure de cisaillement, distorsion du triangle ABC 139
Figure 56 : Microphotographie de la lame épaisse L2 d'argilite du toit **A)** Fissure centrale en extension parallèle à la direction de la contrainte principale **B)** Petits cristaux blancs de gypse apparus à la surface 139
Figure 57 : Microphotographie de la lame épaisse L4 d'argilte du toit **A)** Agrégat de carbonate et de pyrite de grande taille au début de l'essai. p. r. : point de repère **B)** Fissure centrale en extension parallèle à la direction de la contrainte principale passant à l'interface de l'agrégat et de la matrice argileuse à la rupture de lame épaisse 140
Figure 58 : Microphotographies de la lame épaisse L1 **A)** Extrémité de la fissure centrale avant 20 MPa **B)** Décohésions en bout au palier de 20 MPa **C)** Fissure arrêtée par un grain à 20 MPa **D)** Déviation et avancée de la fissure à 25 MPa..... 141
Figure 59 : Microphotographie de la lame épaisse L6 après la rupture. Famille de fissures de cisaillement rappelant les réseaux de diaclases observés l'échelle du massif..... 143
Figure 60 : Microphotographies de la lame épaisse L6 après la rupture. **A, B)** Infiltration sur une durée de temps de 10 s d'une goutte d'eau : existence de microfissures de retrait? 143
Figure 61 : Microphotographie de la lame épaisse L8 d'argilte du toit **A)** Détail de la texture sous une contrainte axiale de 1 MPa **B)** Evolution de la vue A sous une contrainte de 12 MPa, La déformation est due à la fermeture du plan du litage : AB =1,07 x A'B' et CD = C'D' 144
Figure 62 : Microphotographie de la lame épaisse L8 d'argilte du toit : microfissure de fluage joignant deux "accidents" situés sur les plans du litage. Fi : fissure de fluage..... 145
Figure 63 : Microphotographies de la lame épaisse L3 d'argilte du milieu **A)** Amorce de microfissures autour d'un bioclaste pyritisé **B)** Evolution de la plage de la figure A; ouverture d'un réseau de fissures suite à l'altération du bioclaste pyritisé 146
Figure 64 : Microphotographies de la lame épaisse L5 d'argilte du milieu montrant l'évolution d'un bioclaste pyritisé : **A)** au début de l'essai ; **B)** auréole d'altération après 25 jours ; **C)** fissure en extension à la rupture de la lame épaisse après 43 jours d'essai 147
Figure 65 : Microphotographie de la lame épaisse L7 d'argilite du milieu montrant l'altération d'un glomérule pyritisé de petite taille après 127 jours d'essai. A comparer avec la Figure 28 F..... 148
Figure 66 : Diffractogramme d'un prélèvement à la surface de la lame épaisse L2 d'argilite du toit..... 149
Figure 67 : Diffractogramme d'un prélèvement autour d'un bioclaste altéré sur la lame épaisse L3 d'argilite du milieu I : illite ; M : muscovite ; Ch : chlorite ; K : kaolinite ; Q : quartz ; C : calcite ; D : dolomite ; F: feldspath ; P : pyrite ; G : gypse 149
Figure 68 : Diffractogrammes d'échantillons du toit **T** et du milieu **M** à l'état initial et diffractogrammes d'échantillons des lames épaisses L4 et L5 d'argilites du toit et du milieu après les essais. Mise

en évidence du gypse et de la diminution de la Pyrite. I : illite ; M : muscovite ; K : kaolinite ; Ch : Chlorite ; Q : quartz ; C : calcite ; D : dolomite ; F: feldspath ; P : pyrite ; G : gypse 150
Figure 69 : Observations au MEB de l'altération des lames épaisses **A)** Cristaux néoformés de gypse sous forme aciculaire et **B)** sous forme tabulaire dans L2 **C)** Cristaux néoformés de gypse de forme monoclinique et **D)** en masse et sous forme tabulaire dans L3. t. a. b. ? : trace de l'activité bactérienne? **E)** Deux glomérules de pyrite framboïdale dans L3 : le glomérule avec la texture la plus grossière présente un début d'altération avec des aiguilles de gypse **F)** Détail de la vue E 154
Figure 70 : Observations au MEB de l'altération de la lame épaisse L4 **A)** Pyrites altérées formant de la limonite et du gypse et engendrant une fissure **B)** Détail de la vue A **C)** Carbonate légèrement déchaussé avec une surface altérée et l'empreinte d'une framboïde de pyrite **D)** Détail de la vue C **E)** Diagramme EDS correspond à la vue C : la présence de fer indique que les plaquettes pourraient correspondre à de la goethite **F)** Remplissage d'une fissure par des cristallisations néoformées. 155
Figure 71 : Observations au MEB de cristaux néoformés de gypse dans des fissures le long des plans du litage dans la lame épaisse L5 : **A)** Vue dans le plan du litage ; **B)** Détail de la vue A ; **C)** Vue perpendiculaire au plan du litage ; **D)** Détail de la vue C ; **F)** Diagramme EDS identifiant les cristaux de gypse (in Wright et al., 2001) 156
Figure 72 : Observations au MEB de **A)** la porosité induite au bord d'un glomérule pyritisé altéré dans la lame épaisse L5 ; **B)** Détail de la vue A montrant de la limonite ; **C)** Diagramme EDS identifiant la limonite 157
Figure 73 : Microphotographies d'une lame épaisse de granite **A)** Vue partielle d'une fissure de rupture **B)** Détail de la vue A. Q : quartz ; F : feldspath ; B : biotite 185

LISTE DE TABLEAUX

Tableau 1 : Caractéristiques des argilites du Callovo-Oxfordien (ANDRA, 1997, Ghoreychi, 1999) 42
Tableau 2 : Déformations latérales d'une la lame épaisse calculées dans le cas du chargement uniforme. 67
Tableau 3 : Références, origines et appellation des échantillons de carottes 85
Tableau 4 : Résultats des essais d'identification à l'ouverture des carottes 86
Tableau 5 : Caractéristiques porosimétriques 91
Tableau 6 : Cotes des lames épaisses taillées 92
Tableau 7 : Récapitulatif sommaire des conditions des essais effectués 101
Tableau 8 : Mesures de la porosité à l'hélium après l'essai 151

INTRODUCTION GENERALE

Parmi les formations sédimentaires constituant la couverture des continents, les roches argileuses sont fréquentes, notamment, à l'intérieur des bassins sédimentaires. Dans les différents secteurs industriels tels que le génie civil, les mines, l'exploitation pétrolière, l'ingénieur doit maîtriser leur comportement pour faire face aux problèmes courants liés au dimensionnement, à la construction, à la stabilité et à la pérennité des ouvrages.

Depuis quelques années un nouveau défi se présente. En effet, il est devenu nécessaire de trouver les moyens pour gérer à long terme les déchets radioactifs de haute et moyenne activités issus de la production d'énergie nucléaire et de l'industrie en général. Une des solutions envisagées par plusieurs pays est le stockage en formations géologiques profondes. Son principe est d'isoler les déchets de la biosphère par trois barrières. La troisième de ces barrières, constituée de la formation géologique hôte, doit avoir une capacité de confinement très élevée pour ralentir sinon arrêter la migration des radionucléides relâchés après la corrosion des conteneurs et le franchissement éventuels de la barrière ouvragée. Son rôle est donc d'assurer l'objectif de sûreté à très long terme.

Les formations généralement étudiées à cet effet sont constituées par du sel gemme en couche ou en dôme, des argiles, des argilites et des granites. Les études de faisabilité ont pour but de connaître avec précision l'ensemble des propriétés de la matrice et du massif dans lequel sera construit l'ouvrage et surtout la façon dont elles évoluent au cours du temps dans les conditions d'un stockage. En France, depuis 1994, l'Agence Nationale pour la gestion des Déchets Radioactifs a été autorisée à travailler sur un site dans une couche d'argilites très peu perméables dans le Bassin de Paris pour implanter un laboratoire souterrain d'étude.

C'est dans ce cadre que s'inscrit ce travail de thèse. Il a porté sur l'étude d'échantillons d'argilites de l'Est de la France soumis à des sollicitations thermomécaniques en conditions humides avec un dispositif expérimental permettant de faire un contrôle visuel de leur texture au cours des essais.

Le but du premier chapitre sera de présenter succinctement les résultats expérimentaux et les concepts théoriques auxquels il sera fait appel ensuite.
Dans le deuxième chapitre on fera une description détaillée de l'ensemble des moyens expérimentaux et de la méthodologie utilisés.
Dans le troisième chapitre on présentera la mise en œuvre et une partie des résultats de l'étude expérimentale à savoir, la caractérisation des échantillons d'argilites de l'Est puis les résultats observés à l'échelle macroscopique d'une dizaine d'essais.
Enfin dans le quatrième chapitre, on fera une présentation des résultats aux échelles mésoscopiques et microscopiques ainsi q'une synthèse.

CHAPITRE 1 : GENERALITES

1 INTRODUCTION

Le but de ce chapitre est de présenter les données fondamentales auxquelles nous ferons appel dans la suite de notre étude puis, d'avancer les éléments de réponse à la question suivante : pourquoi entreprendre une étude expérimentale de la déformation et de la rupture d'échantillons de matériaux rocheux en privilégiant l'observation de leur texture?

Notons tout d'abord, comme il est d'usage en mécanique des roches, que nous appellerons matériaux rocheux les roches cohérentes qui constituent les massifs rocheux.

Notons aussi qu'en pétrographie les termes de texture et de structure font référence à deux échelles différentes. La texture est utilisée pour désigner les caractéristiques à l'échelle des phases minérales et des grains constitutifs de ces phases alors que la structure fait plutôt référence aux caractéristiques qui sont visibles à l'œil nu sur un échantillon au laboratoire ou sur un affleurement. Dans les matériaux rocheux sédimentaires par exemple, la présence ou l'absence de stratification est le trait principal de la structure. (Commission of Geological Mapping of the International Association of Engineering Geology, 1979)

Notons enfin que dans la bibliographie, le terme de microfissures est utilisé pour décrire plusieurs types de discontinuités de la texture tels que les clivages, les joints de phases et les plans du litage.

Nous apporterons les éléments de réponse à la question précédente en nous intéressant au comportement des matériaux rocheux en général, essentiellement à travers les résultats des deux essais très classiques que sont l'essai de compression simple et l'essai triaxial. Nous aborderons aussi le problème de l'altération superficielle puis nous nous focaliserons sur les matériaux rocheux argileux.

2 DEFORMATION ET RUPTURE DE MATERIAUX ROCHEUX EN COMPRESSION

Les matériaux rocheux sont des milieux polycristallins, poreux, hétérogènes et le plus souvent anisotropes.

Au laboratoire les essais de compression permettent d'approcher par l'étude des courbes d'écrouissage et des courbes de fluage, les propriétés mécaniques du massif en relation avec la matrice rocheuse et les discontinuités qui constituent sa structure.
Les divers aspects de ces deux essais sont bien développés dans les ouvrages de Vutukuri *et al.* (1974), Paterson (1978), Goodman (1980) et Guéguen et Palciauskas (1992) sur lesquels nous nous appuyons très largement dans ce chapitre.

2.1 Facteurs influençant les résultats de l'essai de compression simple

2.1.1 Présentation de l'essai

L'essai de compression uniaxiale ou essai de compression simple permet de déterminer la résistance à la compression simple d'un échantillon de matériau rocheux et ses paramètres de déformation élastique linéaire, le module de Young et le coefficient de Poisson.
L'essai peut être réalisé sur des éprouvettes de formes diverses mais le choix d'une forme cylindrique est plus généralement fait pour des raisons de commodité de fabrication.

De façon très générale, le début ($\sigma < \sigma_{cc}$) d'une courbe d'écrouissage (Figure 1) présente une pente faible qui correspond à une phase de serrage de la porosité de fissures qui existe dans l'éprouvette. En l'absence de confinement, ce serrage concerne essentiellement les microfissures orientées perpendiculairement à la direction de la contrainte de compression et le module de fermeture des fissures qu'elle permet de définir n'a qu'une valeur indicative qui dépend de la densité et de l'ouverture des fissures.
La courbe présente ensuite ($\sigma > \sigma_{cc}$), une partie *quasi* linéaire avec une pente relativement forte. C'est le domaine élastique où les déformations axiale et latérale sont proportionnelles, le coefficient de proportionnalité étant le coefficient de Poisson.
Ensuite, le coefficient de Poisson commence à augmenter à partir d'une contrainte (σ_{ci}) qui définit le seuil de fissuration. Une nouvelle microfisuration commence à apparaître aux niveaux où les contraintes sont les plus élevées dans l'éprouvette, soit dans la section moyenne et aussi, quand les concentrations de contraintes sont importantes, aux niveaux des extrémités du cylindre en contact avec les plateaux de la presse.
Ce seuil de fissuration peut encore être mis en évidence par des méthodes d'enregistrement des émissions acoustiques sur certaines roches fragiles telles que les granites (Eberhardt *et al.*,1998, 1999).

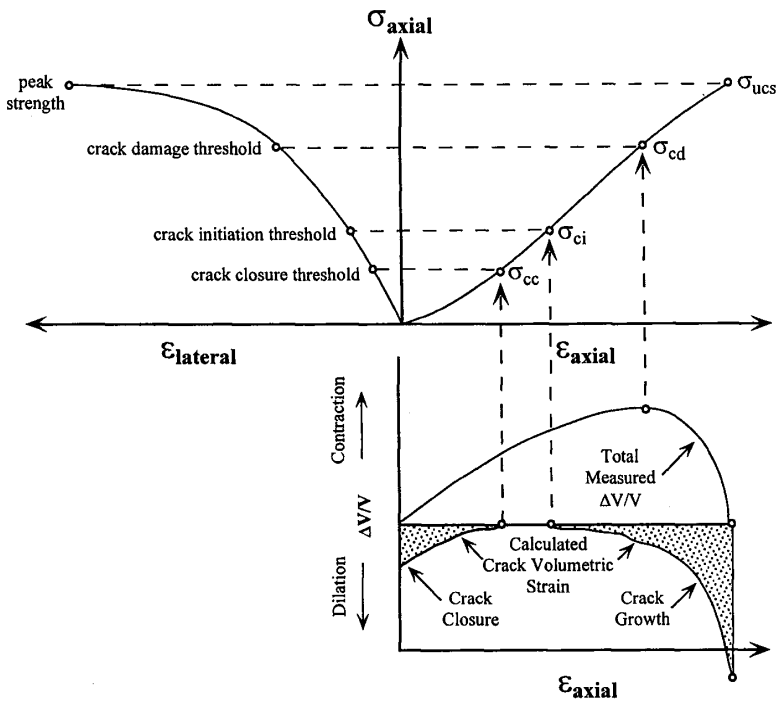


Figure 1 : Courbes d'écrouissage et de déformation volumique d'un matériau rocheux fragile. Les déformations volumiques sont calculées. (Martin, 1993, in Eberhardt et al., 1998)

Dans un premier temps, la propagation des microfissures apparues au niveau de la section moyenne de l'éprouvette se fait parallèlement à la contrainte axiale de compression de façon stable. Un faible incrément de contrainte entraîne simplement une augmentation finie de leur longueur sans pour autant mener à la rupture de l'éprouvette. A ce niveau, la courbe contrainte-déformation axiale est encore linéaire mais plus la courbe contrainte-déformation latérale. Les déformations ne sont donc plus élastiques et le développement de la microfissuration peut se traduire dans certains cas, quand la porosité initiale est faible, par la dilatance de l'éprouvette, c'est-à-dire son augmentation de volume.
Pour les matériaux rocheux fragiles, la rupture survient alors assez rapidement ($\sigma > \sigma_{cd}$) car la propagation des fissures devient instable. En l'absence de confinement et à la température ambiante, c'est le cas pour la plupart des matériaux rocheux. La rupture de l'éprouvette se produit le plus souvent en diabolo ou en cisaillement selon un plan incliné par rapport à l'axe de la contrainte de compression mais aussi parfois en colonnettes. La résistance à la compression simple correspond conventionnellement au pic de contrainte mesuré juste avant l'apparition de la rupture. Les valeurs de cette première varient dans un intervalle assez grand allant jusqu'à 25% autour de la valeur moyenne (Tourenq *et al.*,1997).

Cette dispersion des résultats dans un essai qui est théoriquement très simple s'explique par la multiplicité des facteurs qui interviennent. Il y a des facteurs propres à la roche comme sa minéralogie, sa texture et sa structure qui induisent des effets d'échelles importants, son degré de saturation au moment de l'essai et des facteurs externes comme la forme géométrique de

l'éprouvette, le frottement entre l'éprouvette et les plateaux de la presse, la vitesse de déformation ou de chargement qui est imposée par la presse et la rigidité de cette dernière.
Passons en revue l'influence des facteurs externes précédemment cités sur la déformation et la rupture d'un échantillon de matériaux rocheux.

2.1.2 L'élancement

Il y a une dépendance entre la résistance à la compression mesurée et l'élancement d'une éprouvette. La résistance à la rupture décroît quand l'élancement augmente de 1 à 2. Elle est ensuite relativement constante pour des élancements supérieurs à 2. Cette observation, qui s'explique en partie par la distribution des contraintes à l'intérieur de l'éprouvette, participe à justifier que l'élancement des éprouvettes qui est imposé par les différentes normes est toujours compris entre 2 et 3.

2.1.3 La distribution des contraintes

La distribution des contraintes dans une éprouvette en compression simple n'est pas uniforme du fait que sa déformation ne se réalise pas librement. Les frottements qui existent au niveau du contact avec les plateaux de la presse, tendent à empêcher localement l'extension latérale qui est consécutive à son raccourcissement. En réalité l'éprouvette ne se trouve donc pas en compression simple.
Différents auteurs ont recherché la solution théorique de ce problème sur un cylindre élastique d'élancement 1 en faisant différentes hypothèses sur les contraintes et les déplacements tangentiels au niveau du plan de contact entre l'éprouvette et les plateaux de la presse.
D'une façon générale, les résultats montrent que sur ce plan, il existe sur les bords des contraintes de compression qui peuvent être deux fois plus élevées que la contrainte de compression moyenne qui est appliquée. Les contraintes de cisaillement qui sont engendrées y atteignent, elles aussi, leur maximum avec une valeur égale environ à la moitié de la contrainte de compression moyenne.
Dans le plan médian horizontal du cylindre la contrainte axiale de compression varie assez peu. Elle est légèrement supérieure à la contrainte moyenne de compression au centre et décroît vers la circonférence de l'éprouvette.
Enfin, quand l'élancement est supérieur à 1, des petites contraintes de traction radiales et circonférentielles se développent dans le plan médian.
Le frottement qui existe au contact des plateaux génère donc un état de contraintes triaxial dans une région ayant la forme d'un cône dont la pointe est orientée vers l'intérieur de l'éprouvette. Ce cône, du fait du confinement qui le génère, a une rigidité plus élevée que le reste de l'éprouvette dont seule la partie médiane se trouve être réellement en compression simple. La valeur du module de Young ainsi déterminée s'en trouve surestimée.
Les expérimentateurs ont donc recherché des méthodes pour diminuer les effets de bord. Les plus simples visent à diminuer directement le coefficient de frottement entre l'éprouvette et

les plateaux en introduisant par exemple une fine couche d'un matériau adéquat tel que le talc ou le téflon. Il est conseillé de mettre en adéquation les propriétés élastiques des plateaux de la presse et ceux de l'éprouvette de matériaux rocheux et aussi d'utiliser des plateaux de même diamètre que l'éprouvette.

2.1.4 La taille de l'éprouvette

Hoek et Brown (1980 *in* Hawkins, 1998) ont proposé une relation pour s'affranchir de tous les facteurs externes lors de la détermination de la résistance à la compression simple des matériaux rocheux.
Ils ont testé plusieurs types de matériaux rocheux à travers des éprouvettes de différents diamètres et ont présenté leurs résultats sous forme sans dimension. Pour un type de matériau rocheux donné, ils rapportent les résistances à la compression simple mesurées pour des éprouvettes de différents diamètres à la résistance à la compression d'une éprouvette de diamètre égal à 50 mm. La courbe se rapprochant le mieux des différents points expérimentaux a pour équation :

$$\sigma_{c50} = \frac{\sigma_c}{\left(\frac{50}{d}\right)^{0,18}}$$

où :

- σ_{c50} est la résistance à la compression simple calculée pour une éprouvette de 50 mm de diamètre,
- σ_c est la résistance à la compression simple mesurée sur une éprouvette de diamètre quelconque *d*.

Cette relation qui est largement utilisée en mécanique des roches est pourtant sujette à caution car elle a été établie essentiellement sur des roches endogènes. En répétant le même type de tests sur des roches sédimentaires, Hawkins (1998) trouve des résultats divergents et en déduit que pour un élancement donné, il n'y a pas de relation établie entre la taille du diamètre d'une éprouvette et sa résistance à la compression.
Il reste tout de même admis que, d'une façon générale, la résistance à la compression simple d'une roche diminue quand la taille de l'éprouvette augmente et cet effet d'échelle s'explique par le fait que la probabilité d'occurrence de défauts de la texture et de la structure augmente avec la taille de l'échantillon.
Il apparaît donc qu'il est très utile de multiplier les essais en les réalisant sur une série d'éprouvettes de diamètres de plus en plus grands afin de se rapprocher d'une valeur qui reste relativement constante d'un essai à l'autre et qui serait de ce fait vraiment représentative de la résistance à la compression simple du matériau rocheux.

2.1.5 La vitesse de chargement

De nombreux essais ont montré que la résistance à la compression simple des matériaux rocheux augmente avec la vitesse de chargement. Cette observation qui peut être faite sur tous les autres corps vient du fait qu'il existe une dépendance des propriétés par rapport à la durée et à la vitesse des sollicitations. Sur le plan macroscopique cette dépendance est interprétée à partir de la notion de viscosité.
Dans les conditions de l'essai en compression simple, on recherche en général la résistance sous un chargement statique, c'est à dire qu'on suppose que le temps ne joue aucun rôle. Il faut donc s'affranchir des effets de la viscosité. Pour cela, les valeurs de la vitesse de chargement imposées par les différentes normes sont en général toujours bien inférieures à 1 $MPa.s^{-1}$.

2.1.6 Les caractéristiques de la presse

De façon schématique, on peut considérer que le type de rupture en diabolo est dû au cisaillement qui se développe sur deux plans conjugués inclinés d'un angle en général inférieur à 45 degrés par rapport à la direction de la contrainte principale de compression. On peut voir dans ce type de rupture plus l'effet du cône de rigidité et donc du frottement qui se développe à l'interface des plateaux de la presse et des extrémités de l'éprouvette, que la manifestation d'un mode de rupture propre à un type donné de matériaux rocheux.
Dans le cas d'une rupture en cisaillement selon un seul plan, il est légitime de penser qu'elle peut être due à la rotation ou à la translation d'un plateau par rapport à l'autre. Dans cette configuration les résultantes des forces sur le plateau supérieur et sur le plateau inférieur ne sont plus portées par la même droite ce qui a pour effet de provoquer le cisaillement dans l'éprouvette.
Le mode de rupture en colonnettes semble surtout apparaître lorsque le frottement avec les plateaux de chargement est faible. Dans ce cas, il n'y a plus de confinement et il a été observé qu'il y a plus facilement propagation de fissures de traction initiées au niveau des défauts de la texture à la surface ou au milieu de l'échantillon (Holzhausen et Johnson, 1979).

Au-delà du pic de contrainte, l'utilisation de presses non asservies conduit à observer la rupture brutale de l'éprouvette qui est un artefact dû à la libération brutale de l'énergie élastique de déformation qui a été accumulée par la presse au cours de l'essai.
L'utilisation de machines modernes très raides et avec un asservissement très rapide permet d'amoindrir l'importance de ce phénomène et d'obtenir des courbes complètes, l'asservissement permettant de diminuer progressivement la contrainte appliquée à l'éprouvette.

2.2 Facteurs influençant les résultats de l'essai de compression triaxial

2.2.1 Présentation et analogie avec l'essai de compression simple

L'essai triaxial, qui est en fait un essai biaxial de révolution, est plus complexe et a des applications plus nombreuses que l'essai en compression simple. Il permet de soumettre une éprouvette de matériau rocheux à des sollicitations qui sont analogues à celles qui existent *a priori in-situ* et il est utilisé pour accéder aux relations phénoménologiques qui existent entre les contraintes appliquées à un échantillon, saturé ou non, et la déformation induite jusqu'à la rupture.
L'étude sous chargement *quasi* statique consiste à augmenter progressivement la contrainte axiale de compression appliquée sur une éprouvette cylindrique soumise à une contrainte radiale de confinement constante appliquée au moyen d'un fluide tout en mesurant les déformations longitudinale et latérale, à l'aide de jauges, dans la partie médiane de l'éprouvette pour s'affranchir des effets de bord. Ce système de mesure est en général couplé à un deuxième dispositif constitué d'un capteur de déplacement fixé sur le piston qui permet de mesurer la déformation longitudinale globale et de suppléer aux jauges qui sont susceptibles d'atteindre leurs limites avant la rupture de l'éprouvette.
Les conditions de drainage étant maîtrisées au cours de l'essai, on peut mesurer les variations de la pression interstitielle dans l'échantillon et obtenir alors des informations nécessaires à la construction des lois de comportement du matériau rocheux testé.
L'essai de compression triaxial est aussi utilisé pour étudier le comportement différé des matériaux rocheux.

La distribution des contraintes est assez semblable à celle qui existe dans une éprouvette soumise à une compression simple. Toutefois du fait du confinement qui est imposé et de l'égalité entre le diamètre des plateaux et celui de l'éprouvette, les concentrations sont moins fortes et il n'y a pas de contraintes de traction. Cela explique en partie que les résultats de cet essai sont plus homogènes que ceux de l'essai de compression simple. De même, la taille de l'éprouvette et son élancement peuvent influencer les résultats mais cette influence diminue rapidement avec l'augmentation de la contrainte de confinement.
Aux faibles niveaux de confinement, les modes de rupture observés sont du même type de ceux observés dans un essai de compression simple avec toutefois une très large prédominance de la rupture en cisaillement, la rupture en colonnettes étant rendue plus difficile par le confinement. Pour des confinements plus élevés, en fonction du type de matériaux rocheux, la rupture ductile peut apparaître.

2.2.2 Influence de la pression de confinement

Le premier enseignement donné par l'essai triaxial est qu'il existe une dépendance entre la résistance à la rupture d'une éprouvette de matériau rocheux et la pression de confinement à laquelle il est soumis. L'allure de la courbe contrainte-déformation varie pour des éprouvettes issues du même échantillon selon la pression de confinement à laquelle elles sont soumises au cours de l'essai.

Cette observation est liée à la contribution du frottement intergranulaire dans la résistance à la rupture des matériaux rocheux pour les valeurs élevées du déviateur des contraintes. Pour les valeurs plus faibles, la contribution de la cimentation du matériau rocheux, c'est-à-dire sa cohésion est encore primordiale. De plus une pression de confinement suffisamment élevée s'oppose à la propagation de fissures et donc à la rupture fragile de l'éprouvette de matériau rocheux car elle impose de fait une ouverture des fissures et une dilatance minimales.
La pression de confinement est donc un des facteurs qui influencent l'évolution du comportement d'un matériau rocheux vers un comportement ductile (Figure 2).

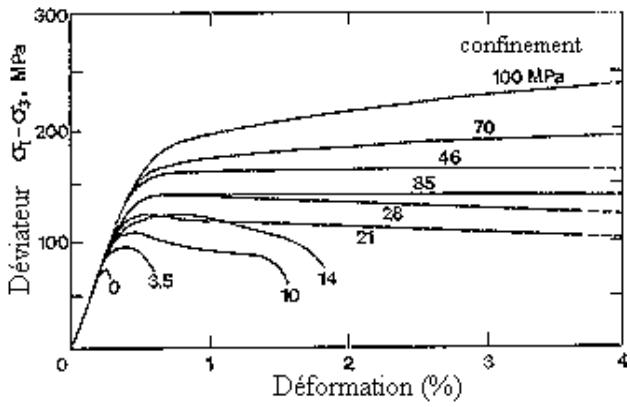


Figure 2 : Evolution d'un comportement élastique-fragile vers un comportement élastoplastique avec écrouissage positif en fonction de la contrainte de confinement du marbre de Wombeyan (Paterson, 1958, in Paterson, 1978)

En résumé, il apparaît que du fait même de la taille des éprouvettes de matériau rocheux utilisées pour les essais en compression simple et dans une moindre mesure pour les essais en compression triaxiale, les conditions aux limites influencent très fortement leur déformation et leur rupture et il convient de tenir compte de ces aspects dans l'interprétation des résultats et lors de leur extrapolation au massif rocheux *in situ*.

2.3 Introduction de la notion d'endommagement

En mécanique du solide, la théorie de l'endommagement permet de prévoir l'apparition d'une fissure macroscopique. Sur le plan théorique et de façon très sommaire, l'endommagement est défini par un paramètre D variant entre 0 et 1 (Lemaître et Chaboche, 1985).
Dans le cas le plus simple ce paramètre est un scalaire. La rupture intervient pour une valeur critique de D proche de 1. Ce paramètre est défini sur une section S quelconque d'un échantillon qui comporte une aire de vides $S°$ représentée par les microfissures. Sur une éprouvette en compression simple on écrit :

$$\sigma_{eff} = \frac{F}{S - S°} = \frac{\sigma}{1 - D} \quad \text{avec} \quad D = \frac{S°}{S}$$

où :

- σ_{eff} est la contrainte de compression effective,
- F est la force de compression appliquée sur l'éprouvette,
- σ est la contrainte moyenne appliquée sur l'éprouvette.

En élasticité linéaire, pour une déformation axiale ε, le module de Young E est diminué par l'endommagement D et vaut E_D :

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E_D} = \frac{\sigma_{eff}}{E}$$

d'où :

$$E_D = E(1 - D)$$

D évolue au cours de la déformation et cette relation montre que la détermination expérimentale de la variation du module d'élasticité permet d'évaluer cette évolution. Cela reste toutefois difficile et nécessite une très grande précision de la mesure du module d'élasticité.
Défini comme tel, le paramètre d'endommagement ne décrit que de façon très imparfaite l'endommagement à l'échelle de la texture car la distribution des vides constitués par les microfissures n'est pas isotrope à cette échelle.
Il est par conséquent compliqué d'utiliser cette approche pour modéliser de façon réaliste le comportement des matériaux rocheux. Il faut par exemple définir une grandeur tensorielle pour décrire l'endommagement anisotrope qui est induit au cours des essais triaxiaux (Chiarelli, 2000).

L'endommagement des matériaux rocheux sous l'effet d'actions mécaniques, hydrauliques, thermiques ou chimiques, induit une diminution de leurs propriétés mécaniques et une évolution de leurs caractéristiques pétrophysiques du fait de la microfissuration. La porosité puis la perméabilité augmentent alors que la vitesse de propagation des ondes longitudinales diminue (Paterson, 1978).

2.4 Rupture des matériaux rocheux

Les différents types de déformation et les différents types de rupture d'un échantillon de matériau rocheux correspondent à une accommodation microscopique différente selon les sollicitations auxquelles il est soumis.

Dans les conditions de température et de pression du même ordre que celles qui règnent près de la surface du globe terrestre, on distingue les mécanismes élémentaires de déformation suivants :

- la déformation cataclastique par fissuration intergranulaire et/ou par fissuration intragranulaire,
- la déformation plastique par glissement des plans cristallins les uns par rapport aux autres à l'intérieur des cristaux de minéraux,
- la déformation par dissolution-recristallisation sous contraintes.

Le premier mécanisme décrit une déformation fragile. A l'échelle de l'éprouvette de matériaux rocheux, elle se manifeste par une localisation le long de fissures macroscopiques en extension ou en cisaillement. Ce type de déformation induit généralement une variation positive du volume de l'éprouvette, la dilatance.
Les deux autres mécanismes décrivent des déformations ductiles. A l'échelle de l'éprouvette de matériau rocheux, elles se manifestent classiquement par une variation de forme de l'éprouvette cylindrique selon une forme en tonneau avec une variation peu importante du volume.

Il faut encore préciser que la déformation cataclastique peut être associée à une rupture ductile ou au fluage d'une éprouvette.

Comme on l'a noté précédemment, de nombreux facteurs influencent la déformation d'éprouvettes de matériaux rocheux. La minéralogie, la structure et la texture, les conditions de contraintes et de température, la présence d'un fluide, sa nature et son état et enfin la durée des sollicitations conditionnent la prépondérance d'un mécanisme de déformation par rapport aux deux autres.

2.4.1 La rupture fragile

2.4.1.1 Structure, texture et modes de propagation

Les microfissures constituées par les clivages des grains, les joints des phases, les plans du litage ou la foliation, la porosité de pores et la porosité de fissures préexistantes jouent un rôle prépondérant dans le comportement en compression d'un matériau rocheux.
Notons qu'une fissure est définie par de nombreux paramètres dont notamment la longueur, l'ouverture, l'orientation et le remplissage. Quand on considère un ensemble de fissures, il faut y rajouter la connectivité entre fissures, leur espacement et leur densité.

Dans le cas d'un matériau rocheux avec une structure isotrope, la déformation fragile est régie par l'interaction complexe qui a lieu au cours de la propagation de l'ensemble de toutes les microfissures.
Dans une éprouvette en compression, il est admis que l'initiation des fissures, résulte de contraintes de traction qui se développent localement au sein de la texture du fait de l'interaction des grains voisins qui présentent des différences de nature minéralogique et de propriétés mécaniques. Quand les grains appartiennent à la même espèce minérale, ces différences sont dues aux différences d'orientation cristalline.
D'autre part, même si l'éprouvette se trouve globalement en compression, il peut y avoir, comme on l'a souligné au début du chapitre, de petites contraintes de traction qui apparaissent dans certaines zones.

L'orientation d'une fissure par rapport au champ de contraintes détermine son mode de sollicitation et donc de propagation (Figure 3).

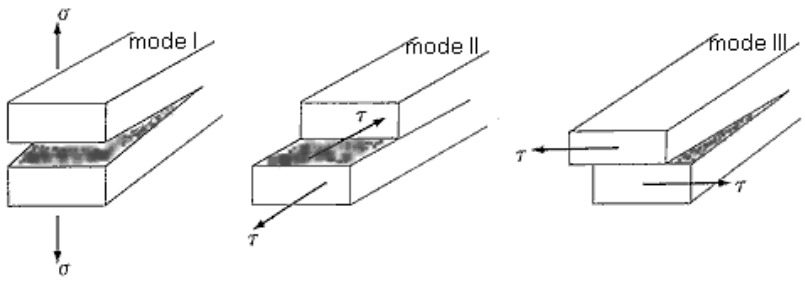


Figure 3 : Les 3 modes de propagation d'une fissure

Physiquement, c'est l'ouverture d'une fissure en mode I qui conduit le plus facilement à la rupture d'un échantillon. Cela s'explique du fait que ce mode de propagation n'induit pas de frottement entre les lèvres de la fissure qui se propage dans son propre plan de symétrie. C'est aussi le plus facile à contrôler dans des conditions expérimentales. Les essais de mécanique de

la rupture s'attachent donc surtout à caractériser les matériaux à travers leur rupture en mode I au cours d'essais de traction ou de flexion.
Dans le cas des essais de compression sur les matériaux rocheux, les modes II et III interviennent et deviennent prépondérants à l'approche de la rupture, ce qui complique considérablement les calculs pour prévoir la propagation des fissures.

La rupture fragile des matériaux rocheux est fortement influencée par l'anisotropie de leur structure. Elle est généralement planaire et elle est conférée par des caractères génétiques comme la stratification dans le cas de matériaux sédimentaires ou la foliation dans le cas de matériaux métamorphiques.
Dans le cas d'une rupture en mode I, on peut distinguer trois positions principales de la fissure par rapport aux directions principales de la structure du matériau rocheux (Figure 4). En terme d'énergie, la rupture dans le cas B est la plus difficile, la rupture dans le cas C est la plus facile, la rupture dans le cas A étant une situation intermédiaire (Whittaker *et al.*, 1992).
Ces observations s'expliquent très probablement par le fait que dans le cas C, la fissuration se fait selon un plan d'anisotropie qui présente généralement une résistance mécanique plus faible alors dans les cas A et B, il y a des dissipations d'énergie qui se font en dehors du plan d'avancée de la fissure à savoir dans les plans du litage.

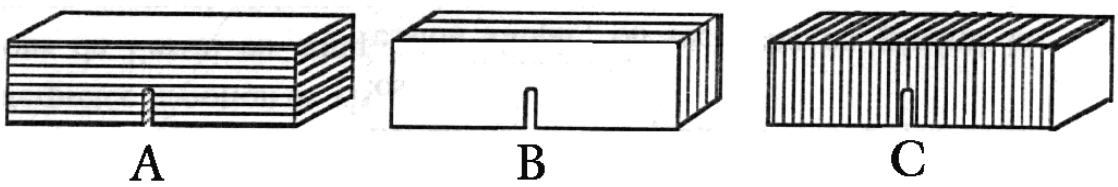


Figure 4 : Positions principales d'une fissure par rapport à la structure anisotrope d'un matériau rocheux (d'après Schmidt, 1976, in Whittaker et al., 1992)

Dans le cas de ruptures en modes II et III, la rupture est conditionnée par l'angle que fait la contrainte principale de compression avec la direction principale d'anisotropie.
Cette influence se traduit généralement par une résistance à la rupture plus élevée quand la direction de la contrainte principale de compression est parallèle ou perpendiculaire à la direction principale de l'anisotropie. La résistance à la rupture est minimale pour des angles de l'ordre de 35 à 45 degrés pour lesquels les plans d'anisotropie qui présentent généralement une résistance mécanique plus faible sont parallèles à la direction de propagation de la fissure (Blès et Feuga, 1981).

2.4.1.2 Théorie énergétique et approche locale de la rupture

Dans un solide les extrémités d'une discontinuité constituent des singularités où les contraintes, en élasticité, tendent vers l'infini. La mécanique de la rupture fragile initiée par

Griffith en 1920 est basée sur une approche thermodynamique. G est définit comme l'énergie d'extension de la fissure ou taux de restitution d'énergie élastique :

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

où :

- P est l'énergie potentielle totale stockée dans le système,
- ∂A l'incrément de surface correspondant à l'extension de la fissure.

On le relie au facteur d'intensité des contraintes K, qui décrit l'ensemble du champ de contraintes et de déformations autour d'une fissure :

$$G = \frac{K_I^{\,2}\left(1-\nu^2\right)}{E}$$

où :

- K_I est le facteur d'intensité des contraintes en mode I et en déformation plane
- E et ν sont les paramètres élastiques du matériau.

Et on montre que :

$$G_c = 2\gamma$$

où γ est l'énergie de surface qui est caractéristique du matériau. Théoriquement, la fissure ne se propage sous l'action des forces extérieures que si G, respectivement K_I, dépasse le seuil critique G_c, respectivement la ténacité K_{Ic}.

En fait, dans les matériaux rocheux, lors de l'avancée d'une fissure on observe qu'il se développe une zone microfissurée en tête dans laquelle il y a des frottements et des dissipations irréversibles d'énergie. La théorie de Griffith modifiée remplace donc γ par une énergie de surface de fracture Γ de l'ordre de quatre fois supérieure qui rajoute au terme de l'énergie de surface γ, un terme tenant compte des frottements dissipatifs.
La valeur du seuil critique G_c qui est mesurée serait donc essentiellement due aux frottements dissipatifs.
Cela peut expliquer que dans les matériaux rocheux on puisse observer la propagation d'une fissure avec de faibles vitesses et donc avec des frottements négligeables, en dessous du seuil critique G_c (Maugis, 1985 *in* Guéguen et Palciauskas, 1992).
La taille de la zone microfissurée en tête d'une fissure croît avec la taille des cristaux qui constituent le matériau rocheux et le facteur d'intensité des contraintes K_I diminue. Cela s'explique par le fait que l'énergie de surface intergranulaire est en générale bien plus faible que l'énergie de surface intragranulaire (Whittaker *et al.*, 1992).

La pression de confinement semble avoir une influence sur la tenacité.

Biret *et al.* (1989) ont fait des essais triaxiaux sur des éprouvettes cylindriques de calcaire avec une entaille dans le plan médian horizontal. Après la mise sous contraintes, la rupture en traction est obtenue en diminuant la contrainte axiale de compression et en conservant la contrainte de confinement.
Leurs résultats montrent que la tenacité croit de façon *quasi* linéaire avec la contrainte de confinement. Ils expliquent ce phénomène en faisant l'analogie avec la résistance à la rupture des matériaux rocheux qui est meilleure aux pressions de confinement plus élevées.

La théorie de Griffith définit un critère de stabilité d'une fissure en extension qui est indépendant de la taille du système choisi et qui s'applique à toutes les tailles de défauts. La plus grande contrainte de traction ou contrainte critique σ_{crit} qui peut être appliquée à un système contenant une fissure de longueur *2a* est :

$$\sigma_{crit} = \left(\frac{2E\gamma}{\pi a}\right)^{\frac{1}{2}}$$

Cette contrainte critique de traction est inversement proportionnelle à un paramètre extrinsèque du matériau qui est la longueur de la fissure.
Sur une éprouvette de matériau rocheux on peut considérer au moins deux échelles différentes, l'échelle macroscopique se rapportant à l'échantillon tout entier et l'échelle des grains et des joints des phases minérales constituant la texture. A une échelle donnée, selon ce critère, ce sont les défauts de plus grande taille qui conditionnent le comportement.

En fait, le rôle des défauts dans la rupture n'est pas seulement lié à leur taille. Leur activation sélective dépend de leur position par rapport au champ de contrainte global auquel l'éprouvette est soumise et de leur position par rapport aux champs de contraintes locaux qui se développent à l'intérieur de la texture. En compression, le comportement des échantillons de matériau rocheux est ainsi déterminé par l'existence d'un ensemble de microfissures et par l'interaction complexe qui a lieu entre elles au cours de leur propagation.

Hatzor et Palchik (1997) ont étudié l'initiation de la fissuration de dolomies monominérales du Crétacé. Ils ont réalisé une série de 32 essais triaxiaux et proposent de tenir compte de la contrainte déviatorique, de la porosité et de la taille des cristaux de la texture.
La porosité du matériau rocheux étudié varie dans un large intervalle allant de 2 à 21% et la taille des cristaux varie de quelques microns à plus de 200 microns.
Leurs résultats montrent que le seuil de fissuration pour les échantillons avec des gros cristaux et une porosité élevée, est atteint pour des déviateurs de contraintes plus faibles que pour les échantillons ayant une texture fine et une porosité faible.
Ils présentent aussi un modèle qui traduit l'observation que pour des textures très fines et des faibles porosités, la longueur à partir de laquelle une fissure devient instable est du même ordre que la taille des cristaux du matériau rocheux conformément au modèle de Griffith. Par

contre dans le cas de textures plus grossières, leur modèle traduit le fait que la longueur critique d'une fissure est bien supérieure à la taille des cristaux.

La fissuration n'a pas toujours un caractère brutal, elle peut être associée au fluage d'une éprouvette soumise à une contrainte mécanique constante inférieure à la résistance à la rupture.
Zhao et Roegiers (1995) ont étudié la propagation de fissures de fluage dans des cylindres d'argile compactée soumis à une contrainte uniaxiale constante. Leurs résultats montrent que l'ouverture des fissures se fait parallèlement à la direction de la contrainte de compression avec une vitesse constante sur des durées de l'ordre d'une heure. Par la suite, la croissance instable d'une fissure principale se fait sans variation significative de la déformation globale de l'éprouvette. Le facteur d'intensité des contraintes calculé juste avant la croissance instable est égal à la tenacité du matériau.

2.4.1.3 Actions de l'eau

De manière générale la résistance à la compression des matériaux rocheux diminue entre l'état sec et l'état saturé. Plusieurs mécanismes peuvent être mis en jeu.

Sur le plan mécanique, dans un matériau rocheux saturé, l'eau transmet des pressions interstitielles à travers la porosité connectée. Les contraintes se répartissent selon l'hypothèse de Terzaghi :

$$\sigma = \sigma' + u$$

où :

- σ et σ' sont respectivement les contraintes totale et effective, cette dernière étant la partie de σ reprise par le squelette solide,
- u est la pression interstitielle, c'est la partie de σ reprise par l'eau.

La théorie des milieux poreux saturés permet de montrer que cette hypothèse n'est vérifiée que pour des matériaux granulaires dont la partie solide est constituée par des grains incompressibles et pour lesquels il n'y a pas de porosité occluse (Coussy, 1990).
C'est en général le cas des sols alors que dans le cas des matériaux rocheux peu poreux cette hypothèse n'est plus toujours vérifiée.

Dans un essai triaxial, l'action de la pression interstitielle s'oppose à la contrainte de confinement. Son augmentation entraîne la réduction des contraintes effectives, ce qui favorise le comportement fragile de l'éprouvette. On retrouve facilement ce résultat avec le critère de Coulomb dans un plan de Mohr.

Dans les matériaux rocheux non saturés, le drainage se traduit par la pénétration de l'air dans la porosité. Il apparaît alors des pressions capillaires en relation avec la tension superficielle

de l'interface air-eau et la géométrie du réseau poreux. Du point de vue macroscopique, ces pressions capillaires se traduisent par la différence de pression entre l'air et l'eau interstitielle. L'action des pressions capillaires se traduit en général par l'augmentation de la cohésion et par suite par une meilleure résistance mécanique par rapport à l'état saturé.

D'autre part, il est admis que l'eau peut aussi contrôler les cinétiques d'ouverture des fissures du fait de phénomènes d'adsorption de molécules d'eau qui entraînent l'hydrolyse des liaisons covalentes en tête des fissures dans les minéraux silicatés. Ce remplacement des liaisons fortes par des liaisons faibles conduit à une altération de la texture, à une augmentation locale des contraintes et par suite à la rupture. L'expression générale de cette réaction d'hydrolyse est la suivante (Atkinson, 1979 *in* Hawkins et McConnell, 1992) :

$$[-Si-O-Si-]+[H-O-H]\rightarrow[-Si-O-H.H-O-Si-]$$

Ce concept contribue aussi à expliquer que l'ouverture d'une fissure est généralement irréversible car la destruction des liaisons chimiques est elle même irréversible du fait de l'oxydation ou de l'hydrolyse des surfaces de rupture.

Il faut rajouter à cette liste d'actions de l'eau, la diminution de l'énergie de surface liée à l'adsorption d'eau à la surface des discontinuités, la diminution de la friction qui s'en suit ainsi que la génération des pressions liées au piégeage de l'air à l'intérieur de la porosité (cf. § 3.3.4.1 et § 3.3.4.2).

Hawkins et McConnell (1992), à partir de l'étude d'échantillons de 35 types de grès allant de quartzites purs à des grauwackes, montrent que la teneur en eau influence fortement la déformation et la résistance à la compression simple.
Le module sécant et la résistance à la rupture sont plus faibles à l'état saturé qu'à l'état sec. La partie linéaire de la courbe d'écrouissage est aussi beaucoup plus petite à l'état saturé qu'à l'état sec. Cela traduit le fait que le phénomène de fermeture de la porosité est plus prononcé en conditions humides qu'en conditions sèches et que le développement de la microfissuration est plus précoce.
La diminution de la résistance à la rupture varie selon les types de matériaux rocheux de 78 à 8%, la moyenne sur l'ensemble de tous les essais étant de 32%.
Les surfaces de rupture se développent surtout dans les phases minérales qui constituent le ciment des matériaux rocheux. Ainsi, plus les grès se rapprochent d'un quartzite pur, constitué d'un ciment siliceux, moins ils sont sensibles à l'humidité et *a contrario,* plus la proportion de minéraux argileux dans le ciment est grande et plus ils y sont sensibles.
80 à 90% de la perte en résistance s'effectue avant 30 % de degré de saturation. Les points expérimentaux reliant la résistance à la compression simple à la teneur en eau se positionnent sur une fonction exponentielle négative de la forme :

$$\sigma_c = ae^{-bw} + c$$

où :

- σ_c est la résistance à la compression simple en MPa,
- w est la teneur en eau pondérale,
- a, b, c, sont de constantes qui dépendent du type de matériaux rocheux.

Le fait que l'essentiel de la perte de résistance s'effectue pour des degrés de saturation faibles montre qu'elle est déterminée par des phénomènes physico-chimiques en relation avec la texture et la minéralogie. Les auteurs considèrent, en particulier, que la réduction de l'énergie libre de surface peut expliquer cette perte.

Ballivy, Daoud et Saleh (1992) ont étudié l'influence de l'humidité relative sur la variation de la longueur d'éprouvettes cylindriques de calcaire et de granite.
A partir de l'état sec, ils mesurent une contraction croissante des éprouvettes jusqu'à 30% d'humidité relative où la contraction est maximale. Elle atteint alors 0,05% pour le calcaire et 0,02% pour le granite. Ensuite, il y a une dilatation des éprouvettes jusqu'à l'état saturé, le retour à la longueur initiale se faisant autour de 80% d'humidité relative.
Ils expliquent la contraction des éprouvettes mesurées aux faibles degrés d'humidité relative par les efforts de succion qui apparaissent et qui jouent un rôle de confinement. Au-delà de 30% d'humidité relative ces efforts diminuent au fur et à mesure que l'humidité relative augmente. Au-delà de 80% d'humidité relative, ils expliquent la dilatation des éprouvettes par l'ouverture des fissures suite à leur saturation en eau.
Les auteurs ont aussi cherché à déterminer l'influence de l'humidité relative sur le module d'élasticité et sur la résistance à la compression uniaxiale.
Ils mesurent une diminution des deux paramètres qui atteint 40% entre l'état sec et l'état complètement saturé.
Ils expliquent la diminution du module d'élasticité en tenant compte de la fermeture des fissures qui a lieu au début du chargement des éprouvettes. La friction qui est mobilisée à ce niveau à l'état sec est progressivement réduite quand le degré de saturation des échantillons de matériau rocheux augmente, d'où l'évolution vers un comportement moins rigide. Enfin les auteurs expliquent la diminution de la résistance à la compression par la diminution de l'énergie de surface du fait de l'adsorption progressive des particules d'eau à la surface des pores.

2.4.1.4 Actions de la température

Les matériaux rocheux comme le granite ou le marbre, dont le comportement est plutôt fragile, sont très sensibles aux effets de la dilatation. Même quand le champ de température est homogène et le refroidissement libre, la température a des conséquences analogues à celles des sollicitations mécaniques classiques.

L'hétérogénéité minérale, l'anisotropie de la structure et l'anisotropie thermique des cristaux constitutifs provoquent des inégalités de dilatations. Des contraintes intergranulaires dues aux conditions de déplacement relatif imposées aux limites des grains ou aux limites des cristaux se développent alors et engendrent, au-delà d'un certain seuil, des microfissures intergranulaires et intragranulaires. Cette microfissuration est irréversible et se traduit par une dilatation volumique permanente (Bérest et Vouille, 1988, Chayé d'Albissin et Sirieys, 1989).

Homand-Etienne (1989) sur la base d'essais sur des granites, des marbres, des calcaires et des grès montre le rôle important joué par la texture et par la fissuration initiale des échantillons.
Les échantillons de matériaux rocheux sont d'autant moins sensibles à l'augmentation de la température que leur porosité initiale, de pores et de fissures, est grande. La porosité initiale permet d'absorber les inégalités de dilatation et freine donc le développement de nouvelles fissures. De plus, l'auteur montre que pour des échantillons de matériau rocheux de la même famille, l'importance de la fissuration augmente avec la taille des cristaux.
Perami *et al.* (1992) soulignent aussi que la microfissuration initiale des granites les rend moins fragiles.

La température intervient encore en accélérant les réactions chimiques entre les minéraux et l'eau interstitielle conduisant à une diminution de la résistance du matériau rocheux au cours du temps (Whittaker *et al.*, 1992).

2.4.2 La rupture ductile

Le passage d'un comportement fragile à un comportement ductile, qui se fait dans des intervalles de pression et de température plus ou moins étalés, est appelé transition fragile-ductile.

Pour un type de matériaux rocheux, cette transition se fait en général pour des pressions d'autant plus élevées que la texture est plus fine (Paterson, 1978).

Seuls quelques matériaux rocheux sont susceptibles de présenter une phase de comportement plastique et une rupture ductile pour des contraintes de confinement qui sont du même ordre que celles qui ont cours dans les ouvrages *in-situ*. Pour des matériaux rocheux comme les évaporites, le sel gemme et le gypse, les roches argileuses tendres et les calcaires, la transition se fait à température ambiante et pour des pressions interstitielles faibles, pour des valeurs de la pression de confinement de l'ordre de 20 à 100 MPa.

En l'absence d'eau, sous des contraintes suffisamment élevées et loin de la température de fusion, la rupture ductile se traduit généralement par une forme en tonneau des éprouvettes de matériaux rocheux. Ce type de déformation résulte du développement d'un grand nombre de

bandes de cisaillement liées aux mouvements des dislocations aux joints des grains et aux joints des phases constitutives.
Les déformations plastiques et celles qui résultent du fluage par migration des dislocations ne peuvent que difficilement intervenir seules à l'échelle de l'échantillon tout entier du fait de l'hétérogénéité de la texture, qui implique une accommodation des déformations limitée entre grains ou entre cristaux voisins. L'hétérogénéité peut être d'origine minérale ou liée à des orientations cristallines différentes. L'accommodation se fait alors par des déformations fragiles c'est-à-dire de la fissuration.

En présence d'eau, l'apparition d'un comportement ductile sous des conditions de température et de contraintes modérées est facilitée. Cela est dû aux phénomènes physico-chimiques complexes liés à l'interaction entre les particules minérales et l'eau sous ses différents états ainsi qu'aux transferts de masse qui s'établissent entre eux. L'adsorption de molécules d'eau à la surface des discontinuités engendre une diminution de l'énergie de surface qui facilite par la suite les glissements aux joints. En présence d'eau libre, il y a, en plus, des glissements aux interfaces entre l'eau adsorbée et l'eau libre.

La déformation viscoplastique des cristaux peut encore être provoquée par le processus de dissolution-recristallisation sous contrainte qui se fait selon trois grandes étapes :

- dissolution aux points où les contraintes thermiques ou mécaniques sont élevées,
- transfert en solution par diffusion,
- recristallisation dans les zones de plus faibles contraintes.

Ce mécanisme qui conduit à des déformations importantes et à une variation de densité du matériau rocheux semble être à l'origine de la formation des stylolites dans les matériaux géologiques (Gratier, 1983 *in* Guéguen et Palciauskas 1992, Carrio-Schaffhauser *et al.*, 1990).

Dans le sel gemme l'ensemble des processus de déformation précédemment cités interviennent au cours de la déformation viscoplastique.
Sous des degrés hygrométriques élevés il y a adsorption et condensation au niveau des joints. Le film de saumure ainsi formé permet selon la morphologie et l'état des surfaces de ces joints, le glissement grain sur grain du fait de la lubrification ou bien le cisaillement avec déformation plastique au voisinage du joint. Il peut aussi y avoir un cisaillement suivi par la formation de microstylolites suite au processus de dissolution-recristallisation. Le film de saumure favorise encore le transfert des inclusions fluides d'un grain de halite à un autre sous l'effet d'un gradient thermique.
Ces phénomènes, activés par la température, engendrent une diminution importante de la viscosité qui est nettement visible sur les courbes de fluage (Bérest et Vouille, 1988, Le Cléac'h *et al.*, 1991, 1992, 1993, Ghazali, 1995).

Dans les matériaux rocheux argileux, les déformations viscoplastiques s'expliquent différemment. Elles mettent en jeu différents phénomènes complexes d'hydratation des minéraux argileux.

2.4.3 L'altération superficielle

L'altération superficielle des matériaux rocheux regroupe l'ensemble des modifications de leur état physique, de leur composition minéralogique et de leur composition chimique totale dans les conditions de température et de pression régnant à la surface de l'écorce terrestre ou à faible profondeur.
Ce processus qui touche tous les types de matériaux rocheux transforme la roche mère saine en roche altérée plus stable dans les nouvelles conditions où elle se trouve. L'importance et la vitesse de l'altération dépendent de la minéralogie du matériau rocheux sain, de sa structure et de sa texture, de l'environnement dans lequel il se trouve et de la durée pendant laquelle les sollicitations s'exercent. Certains phénomènes d'altération sont perceptibles à l'échelle humaine et doivent de ce fait être pris en compte par l'ingénieur alors que d'autres sont beaucoup plus lents et ne s'effectuent que sur des périodes de temps à l'échelle géologique.

D'une manière générale, les processus physiques agissent en premier lieu en provoquant la microfissuration des matériaux rocheux. On site principalement dans cette catégorie l'action mécanique des agents de l'érosion que sont l'eau et le vent, les variations de températures qui sont importantes dans certaines régions du globe, l'action du gel et l'action de la foudre.
Une fois microfissurés, les matériaux rocheux sont plus facilement sujets aux attaques chimiques et biochimiques. On cite certains minéraux comme la calcite qui est sensible aux acides humiques, le gypse et la halite qui sont très solubles dans l'eau, la pyrite et la marcasite qui sont très sensibles à l'oxydation. Dans les matériaux rocheux sédimentaires à granulométrie fine, ce dernier phénomène serait le plus important processus de leur décomposition (Taylor, 1988). On cite encore l'anhydrite et la montmorillonite qui sont sensibles à l'hydratation, les feldspaths qui sont sensibles à l'hydrolyse. Enfin, d'autres minéraux comme le quartz et la muscovite sont réputés être inaltérables.

En réalité, les différents processus interagissent très fortement et conduisent à une augmentation de la porosité et de la perméabilité, une diminution des qualités mécaniques du matériau rocheux et à l'apparition de nouvelles phases minérales. Ces dernières, si elles sont moins denses que les phases initialement en présence, peuvent partiellement combler la porosité qui, de même que la perméabilité, peut donc diminuer dans un second temps de l'altération (Geological Society Engineering Group Working Party Report, 1995).

Dans le génie civil, on définit l'altérabilité d'un matériau comme sa tendance à subir, à l'échelle de la durée de vie normale des ouvrages, de l'ordre de quelques décennies, des

modifications techniquement dangereuses de ses propriétés mécaniques et physiques sous l'influence de l'évolution de ses composants (Struillou, 1969).

Suzuki *et al.* (1995) ont fait des essais d'altération en immergeant 35 éprouvettes d'un granite à biotite, massif et homogène dans de l'eau à une température de 90°C pendant 2000 jours soit 5 ans et demi. Les éprouvettes sont cylindriques avec un diamètre de 50 mm et un élancement égal à 2.
Les auteurs mesurent une augmentation significative de la porosité et de la perméabilité et une diminution de la vitesse des ondes longitudinales après 1030 jours d'immersion. A partir d'une étude basée sur la théorie de la percolation, ils montrent que plus que l'augmentation de la porosité, c'est surtout l'apparition d'un réseau de fissures connectées qui explique l'augmentation très importante de la perméabilité.
L'analyse aux rayons X et par microscopie électronique montre que les plagioclases s'altèrent pour former des argiles, notamment de l'halloysite qui semble elle-même se transformer en smectites après 1030 jours d'immersion.
Rappelons que l'halloysite est un minéral argileux hydraté de la même famille que les kaolinites avec une épaisseur de feuillet élémentaire égale à 1 nm.
La microfissuration induite est d'une part due à l'effet thermique et d'autre part directement liée à cette altération des plagioclases.

Russell et Parker (1979) ont fait une étude de l'altération superficielle des argiles surconsolidées d'Oxford au sud de l'Angleterre.
Sur le plan stratigraphique, il paraît opportun de souligner que les assises géologiques que l'on rencontre au sud de l'Angleterre appartiennent à la période post-Carbonifère et sont semblables à celles qui constituent le Bassin Parisien (Pomerol, 1974).
Ce type de matériau argileux appartient actuellement à la catégorie des sols puisque sa résistance à la compression simple est seulement d'environ 100 kPa. Il a une structure anisotrope et est composé essentiellement de minéraux argileux - illite, interstratifiés, et kaolinite - et aussi de quartz, de calcite et de pyrite. Ces argiles ont subi une altération supergène tout au long du Quaternaire ce qui rend difficile l'interprétation de certaines corrélations.
Toutefois, les auteurs montrent que les facteurs les plus importants dans la perte de résistance de ces argiles semblent être la destruction de la texture des illites et de la calcite qui joue le rôle de ciment interparticulaire. Cette destruction est due à l'action des eaux d'infiltration et surtout à l'action de l'acide sulfurique formé par l'altération des pyrites. Les cations de calcium et de potassium qui sont libérés par les carbonates et les argiles sont captés par les sulfates, le gypse et la jarosite, en cours de formation.

Par cette étude générale des matériaux rocheux en compression et de leur altération, nous avons tenté de répondre à la question posée en introduction. Dans la suite, nous nous restreindrons aux roches argileuses.

3 ETUDE DES ARGILITES

3.1 Présentation du laboratoire souterrain de l'ANDRA

Il est important de trouver les moyens pour gérer à long terme les différents déchets radioactifs produits par l'industrie. Plusieurs pays ont cette préoccupation et poursuivent des recherches dans cette optique depuis plusieurs années (Habib, 1994, La Recherche, 1997, de Marsily, 1997, Fyfe, 1999, Langer, 1999). Une grande partie des informations reprises dans les paragraphes 3.1 et 3.2 ont fait l'objet d'une publication de l'Agence Nationale pour la gestion de Déchets Radioactifs (ANDRA, 1997).

3.1.1 Cadre législatif, situation géographique et buts

En France, l'étude des possibilités de stockage réversible de déchets radioactifs dans les formations géologiques profondes a été confiée à l'ANDRA par la loi du 30 décembre 1991. L'objectif est d'assurer la gestion des déchets de haute activité et à vie longue dans le respect de la protection de la nature, de l'environnement et de la santé en prenant en compte les droits des générations futures. En 2006 l'ANDRA devra répondre à la question de savoir si on est capable de concevoir un stockage réversible, sûr à très long terme et compatible avec la nature et les volumes des déchets produits, en apportant la preuve que :

- le site géologique qualifié est calme sur le plan tectonique, a une géologie simple avec des circulations d'eau souterraine très faibles ou nulles ;
- le concept de stockage est adapté à ce site et est susceptible d'être réalisé industriellement ;
- le stockage dans ce site répond à l'objectif fixé par la loi.

Il est évident que ce dernier élément de la réponse, qui conduit à envisager le comportement des différents systèmes sur des durées inusuelles pour l'ingénieur, de l'ordre de plusieurs dizaines de milliers d'années, en constitue la principale difficulté.

C'est dans ce cadre qu'une couche d'argiles du Bassin Parisien, vieille de 150 millions d'années, a été sélectionnée en 1992 sur un secteur situé au sud du département de la Meuse, dans la commune de Bure, à la lisière du département de la Haute-Marne (Figure 5 A), pour implanter un laboratoire souterrain d'études. Des travaux de reconnaissance géologique et des prélèvements d'échantillons intacts à l'aide de sondages carottés y ont été effectués et depuis le 13 août 1999 l'ANDRA est officiellement autorisée à y construire et à y exploiter un laboratoire souterrain. Il est prévu d'implanter les installations souterraines à une profondeur de 490 m qui est représentative de celle prévisible d'un stockage. Les travaux de fonçage du puits d'accès principal ont commencé au mois d'octobre 2000.

Il faut souligner que le laboratoire souterrain n'a pas pour but de recevoir des déchets nucléaires, il s'agit uniquement de permettre la réalisation d'observations et d'expériences *in-situ* nécessaires à la prolongation de la caractérisation du secteur et à la vérification de la faisabilité d'un éventuel stockage.

3.1.2 Le concept d'un stockage

Concevoir un stockage garantissant les objectifs de sûreté à long terme implique un ensemble d'options techniques permettant à la fois :

- de confiner les déchets à l'intérieur de "barrières de confinement" ;
- de placer les colis de déchets dans la couche argileuse (Figure 5 B) ;
- de pouvoir les retirer, si besoin est, de là le concept de la réversibilité.

La première barrière de confinement est artificielle. Elle consiste à noyer les déchets dans une matrice solide en verre ou en béton avant de les mettre dans des fûts spéciaux conçus à cet effet. La deuxième barrière est aussi artificielle. Elle consiste à isoler les colis ainsi constitués du massif rocheux par une barrière ouvragée constituée de matériaux très peu perméables comme des argiles. Ces mêmes matériaux serviraient à sceller les puits et les galeries d'accès entre la surface et le stockage.
Enfin, la troisième barrière est naturelle. Elle est constituée par un milieu géologique avec une capacité de confinement très élevée. Elle a un rôle prépondérant à jouer dans l'objectif de sûreté à long terme (Langer, 1999). Dans l'Est, il s'agit en l'occurrence des argilites du Callovo-Oxfordien qui sont très peu perméables.

La réversibilité du stockage signifie que l'on se réserve la possibilité de ressortir les colis qui auraient été stockés dans des galeries en profondeur dans le cas où les connaissances scientifiques et techniques futures offriraient des solutions alternatives pour la gestion à long terme des déchets nucléaires. Plusieurs niveaux de réversibilité peuvent être envisagés mais il semble que ce concept, soulève la question de la compatibilité entre ses propres exigences et les impératifs de sûreté (Ghoreychi, 1998).

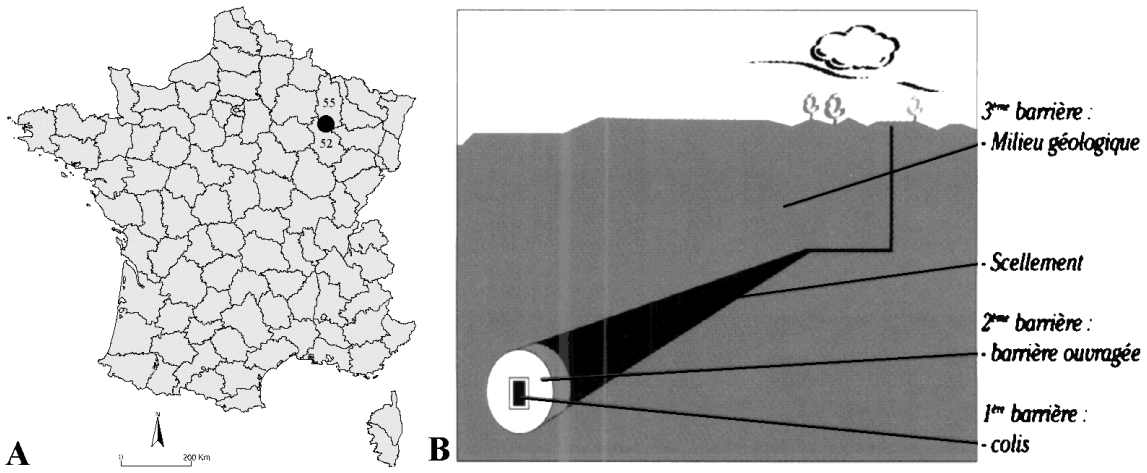


*Figure 5 : **A)** Situation du site de l'Est dans la Meuse (55), à la lisière de la Haute-Marne (52) **B)** Principe d'un concept de stockage (in ANDRA, 1997)*

3.2 Description de l'Est du Bassin Parisien

3.2.1 Le contexte géologique régional

La couche d'argilites d'âge Callovo-Oxfordien qui est située à une profondeur comprise entre 400 et 600 mètres au niveau du site sélectionné (Figure 6) fait partie d'une série de plusieurs couches sédimentaires du Jurassique. Ces couches présentent une structuration monoclinale simple avec un faible pendage de 1° à 1,5° vers l'ouest et le centre du Bassin Parisien. Le secteur des recherches de l'ANDRA est limité par (Figure 6 et 8) :

- au sud-est, le fossé de Gondrecourt-le-Château de direction nord-est/sud-ouest ;
- au sud-ouest, le fossé de la Marne orienté nord-nord-ouest et sud-sud-est. Il est prolongé vers le sud par la faille de Poisons qui lui est parallèle.
- Vers le nord, dans le département de la Meuse au-delà du sondage carotté MSE 101 et de Morley, la flexure d'Aulnois Saint-Amand, qui correspond à une légère inclinaison des couches, limite le secteur d'études autour du site du laboratoire de recherche souterrain.

Sur le site du laboratoire, qui se situe au droit du forage carotté EST 103 (Figure 7), le toit de la couche argileuse du Callovo-Oxfordien se situe à 422 mètres de profondeur. Cette couche d'origine marine, d'une épaisseur moyenne de 130 m, est caractérisée par sa grande continuité lithologique, et des déformations tectoniques limitées. Entre le fossé de Gondrecourt et le fossé de la Marne, qui limitent le secteur d'étude, elle semble être régulière et *quasi* plane.

A l'affleurement, on rencontre les calcaires du Barrois d'âge Tithonien, qui font environ 25 m d'épaisseur. Ils reposent sur les marnes du Kimméridgien qui font 100 m d'épaisseur. On rencontre ensuite au-dessus et au-dessous du Callovo-Oxfordien argileux, deux couches de calcaire, l'Oxfordien calcaire et le Dogger, respectivement de 300 et 250 m d'épaisseur.

3.2.2 Les contraintes in-situ

La valeur théorique de la contrainte verticale lithostatique attendue à 490 m de profondeur en prenant une densité moyenne des terrains de 2,45 est de 12 MPa.
D'autre part et de façon générale, le coefficient des terres au repos est de 0,5. Dans les faits, il peut être bien supérieur s'il existe des contraintes résiduelles d'origine tectonique (Nasri *et al.*, 1998). Dans l'Est, des diagraphies réalisées lors des opérations de carottage, montrent qu'il y a une ovalisation des trous de forage sur l'ensemble du site du fait d'une anisotropie régionale du champ de contraintes horizontales. L'orientation de la contrainte majeure étant N140°E à N155°E (Heitz, 1999).

3.2.3 Le contexte hydrogéologique régional

L'hydrogéologie régionale impose les conditions aux limites hydrauliques et géochimiques du Callovo-Oxfordien et permet de définir les zones de communication potentielles avec la biosphère.
Le site du laboratoire se trouve dans le bassin hydrographique de la Saulx, affluent de la Marne. Les installations de surface du laboratoire se situeront sur une partie des calcaires du Barrois avec de faibles ressources en eau du fait de leur faible épaisseur et de l'absence de karst. Les couches de calcaires de l'Oxfordien et du Dogger qui encadrent le Callovo-Oxfordien ont des perméabilités très faibles, de l'ordre de 10^{-8} à 10^{-9} ms^{-1}, qui sont à mettre en relation avec leur faible porosité liée à l'intense recristallisation qui les a affectées au cours de la diagenèse. Le Callovo-Oxfordien a une perméabilité de l'ordre de 10^{-12} à 10^{-14} ms^{-1} (Trouiller et Lebon, 1999, Lebon et Mouroux, 1999, Babot, 1999). Ces couches montrent de faibles gradients aussi bien latéralement que verticalement, de part et d'autre du Callovo-Oxfordien.

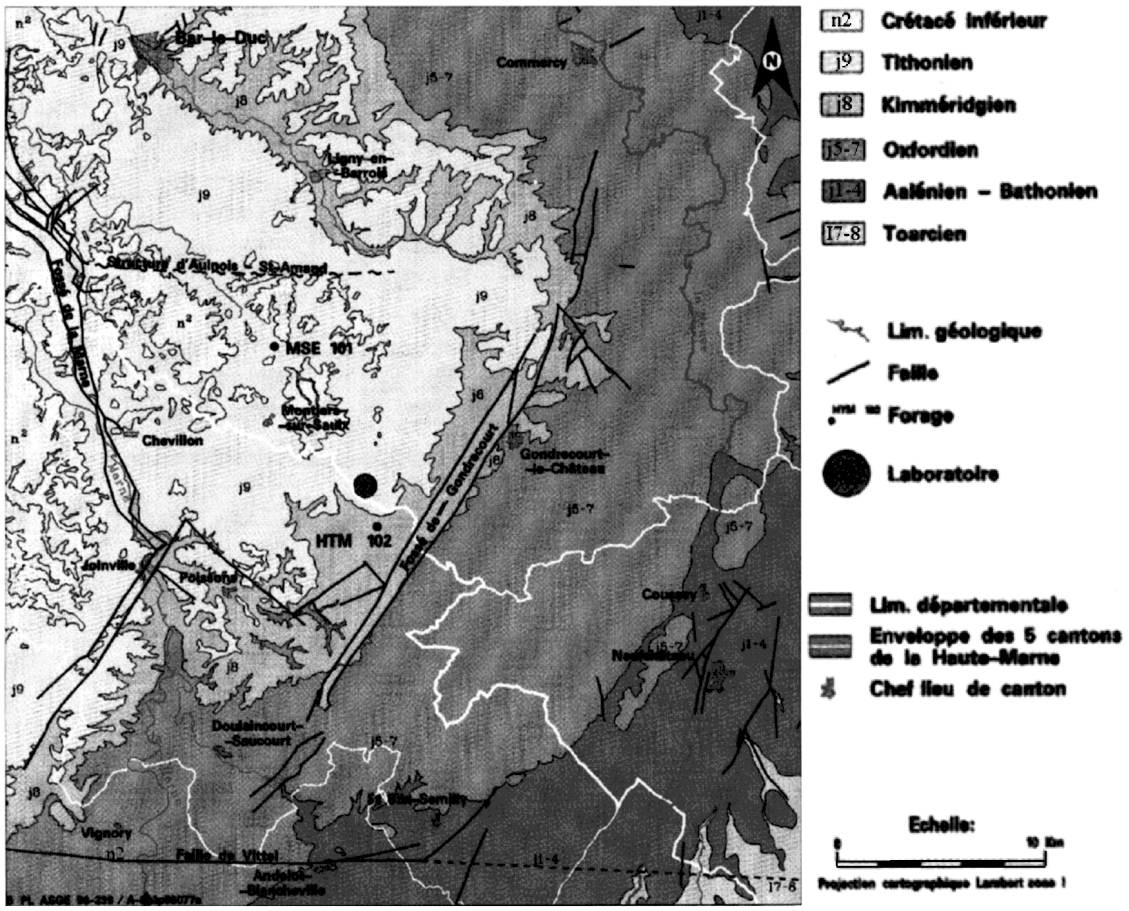


Figure 6 : Carte géologique du site de l'Est, situation des forages (MSE 101, HTM 102) et emplacement du laboratoire de recherche (in ANDRA, 1997)

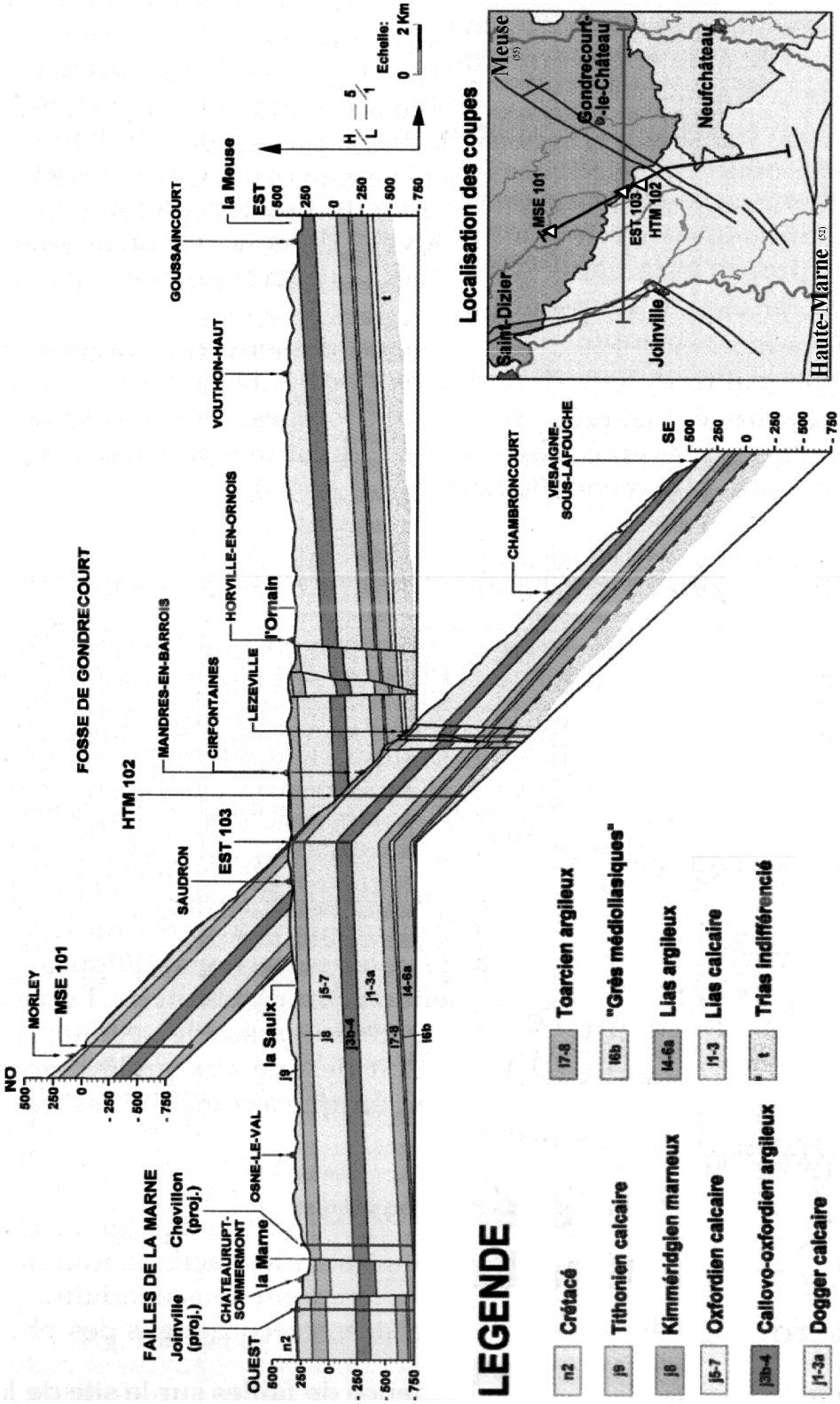


Figure 7 : Coupes géologiques Ouest - Est et Nord-Ouest - Sud-Est du site de l'Est, situation des sondages carottés MSE 101 (1994, 922 m), HTM 102 (1994, 1101 m) et EST 103 (décembre 1995, 526 m) réalisé au droit du site du laboratoire (in Trouiller et Lebon, 1999)

3.3 Pétrologie et comportement des argilites

3.3.1 Minéralogie et structure des argiles

Les minéraux argileux sont des silicates d'alumine hydratés qui appartiennent à la famille des phyllosilicates. Ils ont généralement une texture en feuillets et plus rarement une texture tubulaire ou fibreuse. Les argiles avec une texture en feuillet sont constituées de deux unités structurales de base :

- les tétraèdres $[SiO_4]^{4-}$ qui forment des couches tétraédriques *T*,
- les octaèdres $[AlO_6]^{3-}$ ou $[MgO_6]^{3-}$ dont certains oxygènes peuvent être remplacés par OH^- et qui forment des couches octaédriques *O*.

Le feuillet élémentaire d'argile est constitué selon le type de minéral par l'assemblage d'une ou deux couches tétraédriques et d'une ou deux couches octaédriques entre lesquelles se placent divers cations dont les plus courants sont K^+, Na^+ et Ca^{2+}. Les feuillets élémentaires s'empilent pour former la particule d'argile, définie comme le plus petit empilement typique que l'on peut observer. Du fait que les liaisons entre les feuillets sont affaiblies par les déficits de charges électriques positives qu'ils comprennent, ces particules ont des clivages faciles et sont de taille microscopique.

Selon la texture des feuillets élémentaires, on distingue différents groupes d'argiles dont les principaux sont (Figure 8) :

- les kaolinites, qui sont de type 1:1 ou *T-O* avec une distance interéticulaire (001) de 0,7 nm. Au microscope électronique elles se présentent sous forme de plaquettes hexagonales micrométriques.
- Les illites qui sont de types 2:1 ou *T-O-T* avec une distance interéticulaire (001) mesurant 1 nm. Elles sont apparentées à la muscovite mais contiennent moins de potassium. Les ions potassium bloqués à l'intérieur des lacunes de leur espace interfoliaire gênent le cisaillement dans le plan (001). Dans les feuillets d'illite, le magnésium et le fer se substituent parfois à l'aluminium pour former de la glauconite. Notons que la muscovite, qui est minéral commun des roches plutoniques acides et des roches métamorphiques, est très stable et se retrouve de ce fait couramment sous forme de minéral détritique dans les roches sédimentaires
- Les smectites qui sont de type *T-O-T* mais avec une distance interéticulaire (001) supérieure à 1 nm et variable du fait de l'adsorption de plusieurs couches d'eau et de cations dans l'espace interfoliaire. Le représentant le plus courant des smectites est la montmorillonite.

- Les chlorites avec distance interéticulaire (001) de 1,4 nm et les vermiculites sont de type *T-O-T* avec une couche supplémentaire de brucite $Mg(OH)_2$. Dans les vermiculites cette dernière couche est incomplète et associée à des molécules d'eau.
- Les interstratifiés qui sont formés par alternance plus ou moins régulière de feuillets de nature différente. Dans ce groupe les illites-smectites sont les plus courantes.

Dans les minéraux argileux les substitutions isomorphes de Si^{2+} et Al^{3+} par d'autres cations s'accompagnent du déplacement de la charge électrique des particules vers des charges négatives. Des déficits de charges positives proviennent aussi de l'interruption de la particule. Les arêtes sont alors chargées négativement car il n'y a pas d'autres tétraèdres ou octaèdres pour mettre en commun O^{2-}. Ce phénomène est d'autant plus marqué que les particules sont petites.

Suivant leur nature, la résistance au cisaillement des particules de minéraux argileux non hydratés varie de très faible, c'est le cas de la kaolinite, à moyenne, c'est le cas de l'illite. Leur surface spécifique très élevée et les déficits de charges des feuillets élémentaires sont à l'origine des propriétés physico-chimiques et mécaniques telles que l'affinité pour l'eau, l'adsorption et l'échange des cations, la perméabilité très faible, la cohésion, la plasticité, le gonflement.

3.3.2 Définitions des argilites

Les roches argileuses sont des roches sédimentaires ou résiduelles, contenant au moins 50% de minéraux argileux. D'après la classification granulométrique des roches détritiques de Wentworth, dans de telles roches, les argiles constituent la fraction à grains de taille inférieure à 3,9 µm.

On appelle argilites, (1) les roches argileuses sans litage net, le mot argile désignant alors les minéraux argileux ou (2) les roches argileuses peu stratifiées et indurées par compaction ou imprégnation légère de silice, le mot argile désignant alors les roches argileuses meubles (Foucault et Raoult, 1996).

Les notions de compaction et d'induration sont particulièrement importantes dans cette deuxième définition. De manière générale, plus la profondeur est importante et plus ces deux caractères sont affirmés, ce qui permet alors de faire une différence claire entre les argilites et les sols argileux (Horsrud *et al.*, 1998).
C'est donc la seconde définition qui est retenu par l'ANDRA pour désigner la formation sédimentaire du Callovo-Oxfordien de l'Est de la France même si, par ailleurs, elle contient un peu moins de 50% de minéraux argileux et que la structure des échantillons est litée.

Il faut toutefois garder à l'esprit que la résistance diagénétique des argilites est susceptible de fortement diminuer selon les conditions l'environnement dans lesquelles on place des échantillons. Leur comportement peut alors rapidement évoluer vers celui d'un sol.

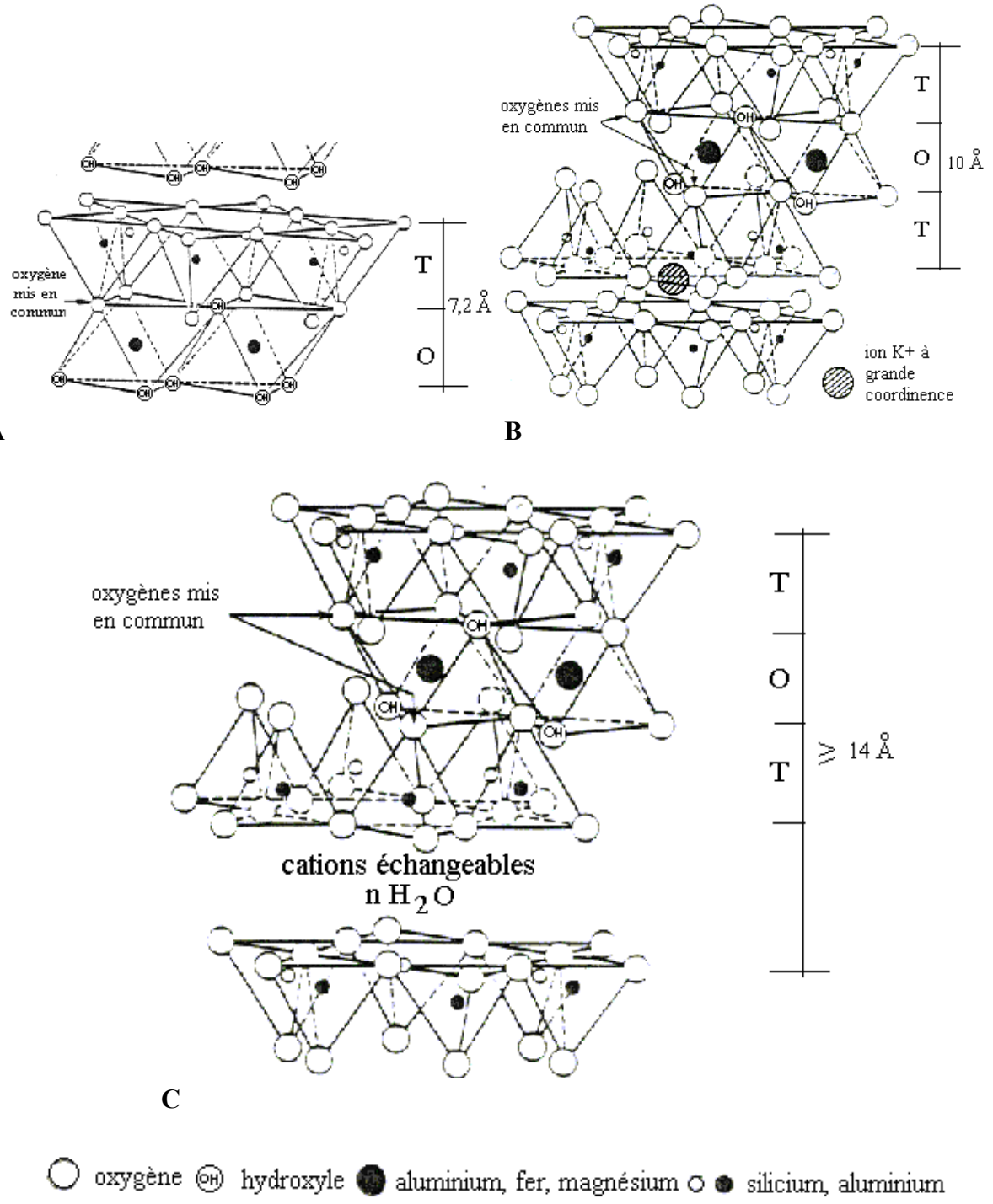


*Figure 8 : Structure d'un feuillet élémentaire d'argile **A)** kaolinite **B)** illite **C)** smectite (modifié d'après Kirsch, 1968)*

3.3.3 Principaux autres minéraux des roches argileuses

3.3.3.1 Les carbonates

Les carbonates regroupent de nombreux minéraux dont les principaux sont la calcite l'aragonite et la dolomite. Ce sont des minéraux très courants dans les roches sédimentaires et parfois présents dans les autres familles de roches.
La calcite *($CaCO_3$)* est un minéral ubiquiste qui cristallise généralement en rhomboèdres et en scalénoèdres et dont plus de 300 formes ont été décrites. Elle réagit facilement à l'attaque par des acides. La calcite peut aussi se présenter sous forme de petits cristaux de taille de 1 à 4 micromètres appelés micrite.
L'aragonite *($CaCO_3$)* est moins largement distribuée que la calcite. Elle cristallise dans le système orthorhombique. Les coquilles d'invertébrés en contiennent mais étant métastable à la température ordinaire, elle a donc tendance à se transformer en calcite au cours de la diagenèse.
La dolomite *[$(Ca,Mg)(CO_3)_2$]* cristallise dans le système rhomboédrique. Ces clivages sont un peu moins faciles que ceux de la calcite.

3.3.3.2 Le quartz

Le quartz est la forme cristalline la plus courante de la silice *(SiO_2)*. C'est un minéral fréquent des roches endogènes. Il appartient à la famille des tectosilicates, il cristallise dans le système hexagonal et ne présente pas de clivage. Le quartz est inaltérable et constitue de ce fait un minéral détritique très courant dans les roches sédimentaires.

3.3.3.3 Les feldspaths

Les feldspaths constituent un groupe qui inclue plus de 20 espèces minérales différentes. Ce sont des minéraux essentiels des roches magmatiques et métamorphiques. Ils appartiennent à la famille des tectosilicates et cristallisent dans le système monoclinique ou triclinique. Ils montrent plusieurs directions de clivage.
Les feldspaths sont assez altérables. Il existe plusieurs processus d'altération dont la kaolinisation qui conduit, par hydrolyse d'un feldspath alcalin, à la formation de kaolinite. Ce phénomène est toutefois très lent et ne semble se réaliser qu'à des échelles de temps géologiques. De ce fait, ils peuvent être aussi présents sous forme de minéraux détritiques dans les roches argileuses.

3.3.3.4 Les sulfures de fer

La pyrite et la marcasite (FeS_2) sont les seuls sulfures courants dans les argiles. Ce sont en général des minéraux d'origine diagénétique qui n'ont pas subi d'altération supergène ultérieure et apparaissent soit sous leur forme cristalline automorphe soit en remplacement d'éléments figurés dans les bioclastes.

La pyrite apparaît souvent en cubes à faces striées et est alors appelée pyrite triglyphe. Les autres habitus les plus fréquents sont l'octaèdre et le pentagonododécaèdre ou pyritoèdre qui est un solide à 12 faces de 5 côtés.
La pyrite peut encore se trouver sous forme framboïdale. Cette habitus particulier, ressemblant à une framboise et dont l'origine n'est pas encore bien connue, est courant dans les boues et les vases riches en matière organique. La pyrite framboïdale est particulièrement sensible à l'altération du fait des grandes surfaces de contact qu'elle présente.

Graham et Robertson (1995) ont fait une étude d'une argilite noire du Dévonien qui montre que la présence de pyrites framboïdales est liée à celle des macéraux et qu'elles ont une composition stœchiométrique. Notons que les macéraux sont des éléments microscopiques d'origine végétal qui existe dans les charbons et les argilites.
De façon générale, les pyrites se rencontrent dans tous les types de roches mais elles sont plus courantes dans les roches sédimentaires. Elles sont plus abondantes dans les argiles marines que continentales et sont les témoins d'un milieu fortement réducteur.

La marcasite cristallise dans le système orthorhombique. Elle s'exprime rarement sous forme de cristaux à faces nettes, elle est le plus souvent maclée. D'origine superficielle, elle se forme dans des conditions de basses températures et on la rencontre dans certains sédiments, dans les roches qui en résultent par induration ainsi que dans les veines métallifères.

3.3.3.5 Les oxydes et hydroxydes de fer

Les oxydes et les hydroxydes de fer sont des minéraux secondaires qui résultent de l'altération supergène de minéraux primaires tels que la pyrite ou la marcasite. Ce processus est un des principaux phénomènes de l'altération superficielle.
L'hématite ou oligiste (α-Fe_2O_3) a une symétrie rhomboédrique. Elle se forme dans des milieux alcalins enrichis en fer et dans des conditions hydrothermales. Dans les phénomènes d'altération superficielle, l'hématite se forme en milieu sec ou peu humide.
La goethite (α-$FeO(OH)$) et la lépidocrocite (γ-$FeO(OH)$) cristallisent dans le système orthorhombique. Ces hydroxydes sont des produits d'altération très courants dans les matériaux rocheux. Ils sont stables jusqu'à 100°C en eau douce et jusqu'à 70°C en eaux salines. Au microscope électronique à balayage, les cristaux de goethite sont tabulaires à

clivage parfait ou bien ont une texture aciculaire c'est-à-dire en forme d'aiguilles (Ford *et al.*, 1997).
La limonite *(FeO(OH), (1-3) H_2O)* ne représente pas un minéral précis mais est un mélange de plusieurs hydroxydes de fer sous forme cryptocristalline ou amorphe.

3.3.4 Comportement hydromécanique des argilites

Le comportement mécanique des matériaux rocheux argileux est largement influencé par celui des argiles qu'ils contiennent. Ce dernier est lui-même étroitement lié aux différents mécanismes physico-chimiques de l'interaction entre l'eau interstitielle et les particules argileuses que sont la capillarité, l'adsorption et l'osmose.
L'eau gravifique ou eau de percolation est caractérisée par le fait qu'il n'y a aucune liaison entre elle et les particules solides du matériau rocheux et qu'elle s'écoule donc librement sous l'effet de la gravité à la température ambiante. Quand elle est présente, elle ne constitue qu'une partie de l'eau interstitielle dans les matériaux rocheux argileux.

L'état énergétique de l'eau interstitielle peut être caractérisé par la notion de potentiel total. A l'échelle de l'échantillon au laboratoire, en conditions isothermes et en l'absence de gradients extérieurs, les termes liés à la charge hydraulique, à la pression pneumatique et à la gravité sont généralement nuls. Le potentiel total comprend alors deux termes principaux, le potentiel matriciel lié au phénomène de sorption c'est-à-dire à l'adsorption et à la capillarité et le potentiel osmotique lié à la présence de cations (Audiguier *et al.*, 1995, Daupley, 1997, Yong, 1999).

3.3.4.1 Adsorption

L'adsorption est un phénomène réversible caractérisé par la fixation d'un fluide à la surface d'un solide. La molécule d'eau qui constitue un dipôle électrique est orientée et est adsorbée à la surface des feuillets d'argile chargés du fait des forces de Van der Waals. Il s'agit en l'occurrence d'adsorption physique. L'eau adsorbée interagit aussi avec les cations présents à la surface des feuillets et l'énergie de surface de l'interface fluide-solide décroît.
La structure de l'eau se rapproche alors d'une structure cristalline près de la surface des grains. L'énergie d'une couche d'eau adsorbée et donc la pression de gonflement qu'elle est susceptible d'exercer dépendent de la nature des cations échangeables. Elle décroît à mesure que le nombre de couches déjà fixées augmente du fait que l'attraction moléculaire diminue quand on s'éloigne de la surface. La couche d'eau adsorbée devient alors diffuse.
L'eau adsorbée dans la "double couche" est aussi appelée eau liée. Sa densité et surtout sa viscosité sont plus élevées que celles de l'eau libre, elle ne peut se déplacer qu'en passant à l'état de vapeur. Sa quantité totale dépend de la surface spécifique des argiles et par suite de la taille des particules.

L'épaisseur de la double couche varie avec la température mais cette variation n'est pas clairement établit (Boucly-Norotte, 1991).

Dans un pore lamellaire d'une largeur de l'ordre de 10 molécules d'eau, il existe 2 à 4 couches d'eau liée. Dans les interstices de largeur inférieure à 7 molécules, il n'y a pas d'eau libre. Dans les matériaux rocheux argileux, 25 à 50% de l'eau interstitielle est de l'eau liée (Hueckel, 1992).

Des mesures permettent de déterminer un critère de cisaillement à l'échelle de la particule argileuse. Le seuil défini par ce critère est d'autant plus faible que le nombre de couches de molécules de fluide est grand. La vitesse de cisaillement n'a aucune influence sur la force de friction, le fluide se comporte alors comme un matériau granulaire plastique (Gee *et al.*, 1990, Homola *et al.*, 1989, Israelachvili *et al.*, 1988 *in* Hueckel, 1992).

Le gonflement des minéraux argileux peut être lié à l'adsorption de molécules d'eau dans les interstices interfoliaires ou dans les espaces interparticulaires. Le premier schéma est à l'origine du gonflement cristallin des smectites et des interstratifiés alors que le deuxième, correspond aux illites et à la kaolinite qui ont de ce fait une plasticité moins importante.

3.3.4.2 Capillarité

Le phénomène d'hydratation ou d'absorption par capillarité est responsable du drainage et de l'imbibition d'un matériau poreux en général.
La pression capillaire est due à la tension interfaciale qui se développe à l'interface entre l'eau et l'air et elle est inversement proportionnelle au rayon d'accès des pores. La température influe sur la tension interfaciale air-eau qui décroît de 20% entre 20 et 100°C. A 20°C sa valeur est de 0,076 $N.m^{-1}$. L'eau capillaire peut s'écouler sous l'effet d'un gradient hydraulique suffisant et avec l'eau libre, elle constitue donc généralement les débits mesurables lors des tests de perméabilité.

L'imbibition des matériaux rocheux argileux après une phase de drainage peut conduire au piégeage de l'air par l'eau à l'intérieur du réseau poreux. Ce mécanisme peut engendrer un phénomène de compression de l'air par les pressions capillaires, lequel pourrait être à l'origine de leur désagrégation (Taylor et Spears, 1970 *in* Van Eeckhout, 1976, Harper *et al.*, 1979).

3.3.4.3 Osmose

La concentration en cations dissous dans l'eau interstitielle est plus élevée à proximité immédiate de la surface des particules argileuses chargées négativement. Cette différence est à l'origine du mécanisme d'hydratation par osmose qui suppose que l'ensemble constitué par les particules argileuses et les cations se comporte comme une membrane semi-perméable

freinant la migration des cations compensateurs. La différence de concentration engendre donc la migration des molécules d'eau des pores larges vers les concentrations élevées, c'est-à-dire vers les particules argileuses, jusqu'à l'équilibre. Ce mécanisme se traduit par l'augmentation de la distance interparticulaire à l'origine du gonflement osmotique.

On met en évidence des relations non linéaires entre les pressions de gonflement et les déformations d'échantillons mis en contact avec des solutions de salinités différentes. Le phénomène d'hydratation par osmose permet d'expliquer le fait que quand la salinité des solutions augmente, le matériau argileux gonfle moins (Daupley, 1997, Wong, 1998).

En résumé, les déformations des matériaux rocheux argileux seraient donc largement liées aux phénomènes d'hydratation des minéraux argileux qui se traduisent par le gonflement et le retrait. L'hydratation des minéraux argileux rend aussi possible les glissements interparticulaires aux interfaces entre l'eau liée et l'eau libre et par suite le réarrangement des particules les unes par rapport aux autres.
Dans les roches argileuses, un état d'équilibre est lié à l'état énergétique de l'eau interstitielle et à la valeur de l'action de frettage imposée à l'échantillon. Une trop forte variation des conditions du milieu peut donc provoquer la désagrégation complète de la texture du matériau.

La prise en compte de l'ensemble des mécanismes d'hydratation conduit à proposer des modèles adaptés à la description du comportement macroscopique des matériaux rocheux argileux. Ils prennent en compte, en plus de l'hypothèse de Terzaghi et de la théorie des milieux poreux, la concentration chimique de l'eau interstitielle dans les pores et les espaces interfoliaires et les forces de répulsion électrochimiques entre les particules (Hueckel, 1992, 1992, Bailey *et al.*, 1995, Wong, 1999).

3.3.5 Consolidation thermique des matériaux argileux

On résume ci-dessous deux études effectuées sur des sols argileux. Mêmes si ces matériaux sont différents des argilites de l'Est par le fait qu'ils ne sont pas indurés et par suite nettement plus plastiques, il reste cependant possible de faire des parallèles au niveau des phénomènes fondamentaux mis en jeu lors de l'augmentation de la température.

Boucly-Norotte (1991) a fait une étude des effets thermiques sur le comportement de trois types de sols argileux à partir d'essais œdométriques sur des éprouvettes cylindriques d'un diamètre de 70 mm et d'une hauteur de 24 mm, qui montre qu'il y a une analogie entre sollicitation thermique et sollicitation mécanique.

A la pression de préconsolidation et au-delà, pour des températures allant jusqu'à 110°C, l'amplitude du tassement est bien supérieure à celle du fluage observé à température ambiante.

Sa valeur est d'autant plus élevée que la plasticité du sol, au sens les limites d'Atterberg, est élevée, que sa teneur en eau et son indice des vides sont élevés, que la durée de l'essai est longue, que l'incrément de température est important, et que la charge appliquée est également importante.

L'élévation de la température se traduit d'abord un gonflement suivi d'une dissipation des surpressions interstitielles qui dure quelques heures puis un tassement dû au fluage secondaire. La Figure 9 présente les résultats pour l'argile verte du Stampien inférieur prélevée à Limay dans le Val d'Oise.
C'est une argile très plastique constituée essentiellement d'illite et de smectite, les autres phases minérales étant la calcite et le quartz. Son indice de plasticité est de 84%, sa pression de préconsolidation de 340 kPa et son indice des vides initial de 87%. La perméabilité est de l'ordre de 10^{-12} m.s^{-1}.

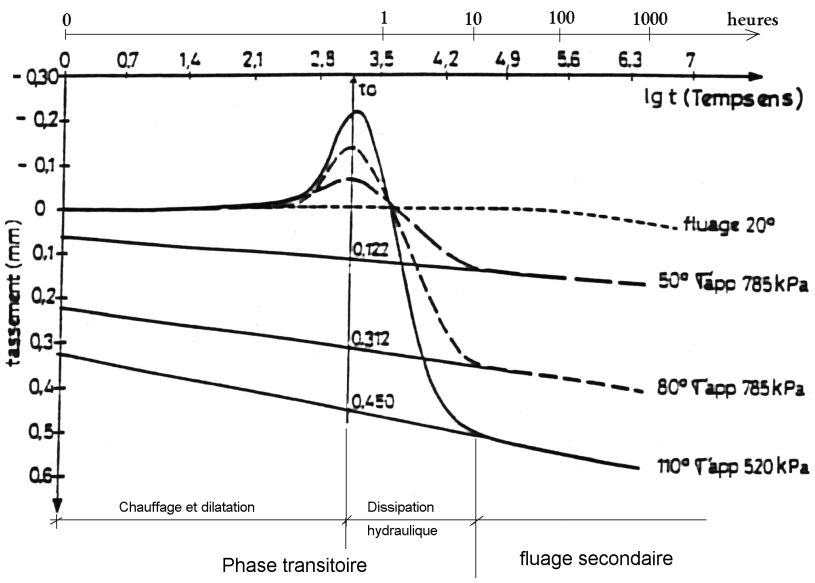


Figure 9 : Fluage œdométrique de l'argile de Limay (95) à différents paliers de température (in Boucly-Norotte, 1991)

Une montée directe entre 20°C et une température donnée T_f induit un tassement plus important qu'une montée progressive par paliers de 30°C jusqu'à la même température.

Delage *et al.* (2000) ont fait une étude de la consolidation thermique des argiles de Boom à partir d'essais triaxiaux sur des éprouvettes cylindriques d'un diamètre de 37,7 mm et d'une hauteur de 22,95 mm.

Cette argile qui provient du laboratoire souterrain de Mol en Belgique a un caractère plastique avec une limite de liquidité de l'ordre de 65% et un indice de plasticité de l'ordre de 50%. Elle est composée de 60% d'argiles et sa perméabilité est de l'ordre de 2 à 4.10^{-12} ms^{-1}.
Les test ont été conduits sous un rapport de surconsolidation égal à 2 et une contrainte volumique P' de 4 MPa. En dessous de 50°C l'effet thermique est assez peu marqué et se traduit par une dilatation des éprouvettes. Pour des températures plus élevées allant jusqu'à 95°C, les auteurs retrouvent des résultats qui se rapprochent de ceux de l'étude citée précédemment avec toutefois les précisions suivantes :

- la dilatation relative est d'autant plus faible que la température est élevée et la dissipation hydraulique se fait pour des temps de l'ordre de 21,5 heures.
- Il n'y pas de fluage secondaire

Il y a des effets antagonistes mais découplés de l'expansion thermique du squelette solide et de l'eau interstitielle d'une part et du drainage d'autre part. Comme celle de la contrainte mécanique, l'augmentation de la température entraîne une diminution de l'indice des vides qui se traduit par une diminution de la perméabilité. D'autre part, elle entraîne aussi l'augmentation de la perméabilité intrinsèque du fait de la diminution de la viscosité de l'eau. Toutefois du fait que seule l'eau libre participe aux mesures de perméabilité, cette influence est d'autant moins marquée que la proportion d'eau adsorbée dans l'eau interstitielle est plus grande.

Il est très probable que les divergences entre ces deux études sur la consolidation thermique des argiles s'expliquent en grande partie par la différence des indices de plasticité des matériaux et par la différence des états de contrainte choisis pour mener les essais.

3.3.6 Altération des pyrites dans les argilites

3.3.6.1 Processus électrochimiques et bactériens, équations générales

Les sulfures de fer, pyrite et marcasite, sont instables en conditions oxydantes et s'altèrent en phase aqueuse et en milieu ouvert à l'atmosphère. Des bactéries peuvent catalyser la réaction. A la température ambiante, il s'agit principalement du Thiobacillus ferrooxidans qui a la forme d'un bâtonnet ou d'un disque (Pye et Miller, 1990) de l'ordre de 1 à 1,5 µm de longueur. Ce sont des bactéries aérobies autotrophes et chimiolithotrophes, c'est-à-dire qu'elles tirent le carbone et l'énergie nécessaire à leur croissance de la fixation du CO_2 de l'air et de l'oxydation de substances minérales en l'occurrence le soufre et ses divers produits d'altération, polythionates ou polysulfates ($S_nO_6^{2-}$ avec n = 4, 6), thiosulfates ($S_2O_3^{2-}$), sulfites (SO_3^{2-}) et sulfates (SO_4^{2-}).

Ces bactéries acidophiles sont très répandues et elles sont actives pour des pH qui varient de 1 à 3 et inactives aux pH neutres (Miller et King, 1975). La corrélation de leur activité avec la température n'est pas clairement établie mais elle semble être importante pour des températures de l'ordre de 30 à 40° (Hawkins et Pinches, 1987). Leur action se trouve renforcée quand elles sont associées à d'autres types de bactéries telles les Thiobacillus thiooxidans (Rogers *et al.*, 1993, Sasaki *et al.*, 1998).

L'oxydation de la pyrite est un processus complexe qui peut être récapitulé par l'écriture d'une chaîne réactionnelle (Miller et King, 1975, Hawkins et Pinches, 1987, Taylor, 1988, Pye et Miller, 1990, Schüring *et al.*, 1997, Pejon *et al.*, 1997, Sasaki *et al.*, 1998, Xu *et al.*, 2000).

En présence d'oxygène libre et d'humidité, l'oxydation spontanée de la pyrite se traduit par la formation de sulfate ferreux et d'acide sulfurique, elle est décrite par la réaction chimique fortement exothermique suivante :

$$FeS_2 + \frac{7}{2}O_2 + H_2O \rightarrow Fe^{2+} + 2SO_4^{2-} + 2H^+ + 1{,}24.10^6\ Jmol^{-1} \qquad (1)$$

Dans le cas où l'oxygène libre est présent en abondance en phase aqueuse, l'oxydation de la pyrite peut directement se traduire par la formation d'hydroxydes ferriques et d'acide sulfurique selon la réaction chimique totale suivante :

$$FeS_2 + \frac{15}{4}O_2 + \frac{7}{2}H_2O \rightarrow Fe(OH)_3 + 4H^+ + 2SO_4^{2-}$$ (Schüring *et al.*, 1997) (2)

Dans l'équation (1), les ions ferreux Fe^{2+} sont oxydés pour former des sulfates ferriques sous l'effet catalytique de l'activité bactérienne selon la réaction :

$$Fe^{2+} + \frac{1}{2}O_2 + 2H^+ \rightarrow Fe^{3+} + H_2O \qquad (3)$$

Fe^{3+} en solution est un oxydant qui entre dans les deux réactions chimiques suivantes qui aboutissent à la formation de sulfate ferreux d'une part et de soufre d'autre part :

$$FeS_2 + 14Fe^{3+} + 8H_2O \rightarrow 15Fe^{2+} + 2SO_4^{2-} + 16H^+ \qquad (4)$$

$$FeS_2 + 2Fe^{3+} \rightarrow 3Fe^{2+} + 2S \qquad (5)$$

Ou bien encore l'ion Fe^{3+} peut s'hydrolyser pour former des hydroxydes ferriques et de l'acide sulfurique selon la réaction chimique suivante :

$$2Fe_2^{3+}(SO_4^{2-})_3 + 8H_2O \rightarrow 4FeOOH + 6H_2SO_4 \qquad (6)$$

De plus, en phase aqueuse, le soufre formé selon l'équation (5) s'oxyde en sulfate puis forme de l'acide sulfurique sous l'effet de l'activité bactérienne selon la réaction :

$$2S + 3O_2 + 2H_2O \rightarrow 4H^+ + 2SO_4^{2-} \qquad (7)$$

3.3.6.2 Conditions et cinétiques des réactions

Un environnement chaud, humide et oxygéné conduit au développement des bactéries et de l'oxydation. En plus de la cinétique imposée par les corps en présence et les réactions elles-mêmes, des effets liés aux mécanismes de transport à petite échelle interviennent *in-situ* (Xu *et al.*, 2000).

Dans les matériaux argileux, si on considère qu'il n'y a pas de transport convectif, c'est la diffusion à travers la porosité qui va contrôler le processus (Pye et Miller, 1990) et dans le cas de la saturation complète, le processus devient alors négligeable puisque sa cinétique est imposée par la vitesse de diffusion de l'oxygène dans l'eau interstitielle (Taylor, 1988, Schüring *et al*., 1997, Puura et al., 1999, Xu *et al*., 2000).
C'est pourquoi, dans les formations superficielles l'altération des pyrites se développe surtout en sub-surface, dans la zone non saturée au-dessus du niveau de la nappe.

Les constantes cinétiques de l'oxydation de la pyrite par l'oxygène sont de l'ordre de 1,1 à $5{,}3.10^{-10}$ $mol.m^{-2}.s^{-1}$ (moles de pyrite oxydées par mètre carré de surface réactive et par seconde) et celle de l'oxydation par le Fe^{3+} sont de l'ordre de $9{,}6.10^{-9}$ à $1{,}9.10^{-8}$ $mol.m^{-2}.s^{-1}$. Les réactions (4) et (5) sont donc plus rapides que la réaction (1).

Le processus pris dans son ensemble conduit à la formation d'un excès d'acide sulfurique et à une augmentation de l'acidité qui inhibe l'oxydation chimique mais favorise l'oxydation due à l'activité bactérienne.
Dans des conditions acides, pour des pH inférieurs à 2 ou 4 selon les auteurs, la vitesse d'oxydation de la pyrite par l'oxygène diminue fortement et c'est donc l'activité bactérienne qui contrôle l'ensemble de la réaction selon l'équation (3) (Sasaki *et al.*, 1998, Xu *et al.*, 2000).

3.3.6.3 Minéralogie dérivée de l'altération des pyrites

Dans les matériaux rocheux argileux l'altération des pyrites a une incidence sur la minéralogie et sur les propriétés mécaniques du matériau rocheux. L'acide sulfurique formé peut réagir

avec les espèces minéralogiques voisines et entraîner ainsi soit leur dissolution, soit la formation de nouveaux produits d'altération.
Ces transformations ont alors généralement pour conséquence de faire diminuer la résistance mécanique.

Les carbonates, qui sont presque toujours présents, sont facilement dissouts par l'acide sulfurique. L'attaque acide de la calcite conduit à la formation de gypse selon les réactions chimiques suivantes :

$$CaCO_3 + 2H^+ \rightarrow Ca^{2+} + H_2O + CO_2 \qquad (8)$$

$$Ca^{2+} + SO_4^{2-} + 2H_2O \rightarrow CaSO_4,2H_2O \qquad (9)$$

Notons que Guigou (1990) propose d'expliquer de façon similaire la formation d'epsomite, qui appartient comme le gypse à la famille des sulfates hydratés $(MgSO_4, 7H_2O)$, à partir de la dissolution des dolomites $[(Ca,Mg)(CO_3)_2]$.

En présence d'illite et/ou de feldspath potassique, l'altération de la pyrite conduit à la formation de jarosite $[KFe_3(OH)_6(SO_4)_2]$.
Pye et Miller (1990) ont montré que sous l'effet de l'attaque acide l'illite libèrent le K^+ qui sert de lien inter-couche de même que des ions Mg^{2+} et Fe^{2+} provenant des lacunes octaédriques. Cette réaction se fait en l'absence de carbonates.

Les smectites sont aussi susceptibles d'être attaquées (Hikita *et al.*, 1998).

Le gypse, la jarosite et la limonite sont les phases minérales les plus couramment identifiées dans les argilites altérées (Taylor, 1988).

3.4 Propriétés et comportement mécanique des argilites de l'Est

Le Tableau 1 regroupe les principales caractéristiques pétrophysiques et mécaniques des argilites de l'Est.
Comme beaucoup de matériaux rocheux contenant un certain pourcentage de minéraux argileux, les valeurs de la résistance à la compression des argilites de l'Est, conduisent à les classer dans la catégorie des roches tendres ou des roches modérément résistantes (Commission of engineering geological mapping of IAEG, 1979, ISRM, 1981 *in* Hawkins, 1998).

		Intervalles	Moyennes
Composition (%)	Argiles (Illites/smectites, Micas+Illites, Kaolinite, Chlorite)	40 – 45	
	Carbonates	30	
	Quartz	25	
	Feldspaths, Pyrite	0 – 5	
	Matières organiques	0,4 – 1	
Propriétés Physiques	Densité humide	2,32 - 2,61	2,42
	Teneur en eau (%)	2,8 - 8,7	6,7
	Porosité (%)	9 – 18	14
	Diamètre des pores (m)	$2 - 4.10^{-8}$	
Propriétés Mécaniques	Résistance à la compression simple (MPa)	12 – 49	26
	Résistance à la traction uniaxiale (MPa)	0,9 - 5,4	2,6
	Module d'Young (en décharge) (MPa)	$2,3 - 11.10^{3}$	$4,9.10^{3}$
	Coefficient de Poisson (décharge)	0,17 - 0,4	0,3
Propriétés Thermiques	Coefficient de dilatation (K^{-1})	$0,8 - 6,2.10^{-5}$	$1,7.10^{-5}$
	Conductivité ($W\ m^{-1}\ K^{-1}$)	1,35 - 1,65	1,47

Tableau 1 : Caractéristiques des argilites du Callovo-Oxfordien (ANDRA, 1997, Ghoreychi, 1999)

Heitz (1999) a fait une caractérisation mécanique des argilites de l'Est à partir d'essais triaxiaux d'écrouissage et de fluage en compression.
L'auteur souligne que la profondeur des prélèvements suppose l'application de contraintes mécaniques et de pressions de pore élevées dès lors que l'éprouvette est replacée dans un état de contraintes supposé régner dans les conditions *in-situ*. La durée nécessaire à la resaturation des éprouvettes et à l'homogénéisation de la pression de pore est de l'ordre de plusieurs semaines. Elle est assurée sous une contrainte totale isotrope supérieure à la pression du fluide qui est appliquée à cet effet.

L'auteur détermine, entre autres résultats, un intervalle de valeurs d'angle de frottement ϕ et de cohésion c caractéristiques (Figure 10).

L'induration confère une résistance structurale aux argilites. Il y a une très bonne corrélation entre la teneur en carbonate, la densité humide et la résistance à la compression simple des argilites.
L'essai de fluage réalisé n'a pas montré l'existence d'un seuil de contraintes déviatoriques d'initiation du fluage.

$$19° \leq \phi \leq 28° \qquad 2{,}4MPa \leq c \leq 4{,}5MPa$$

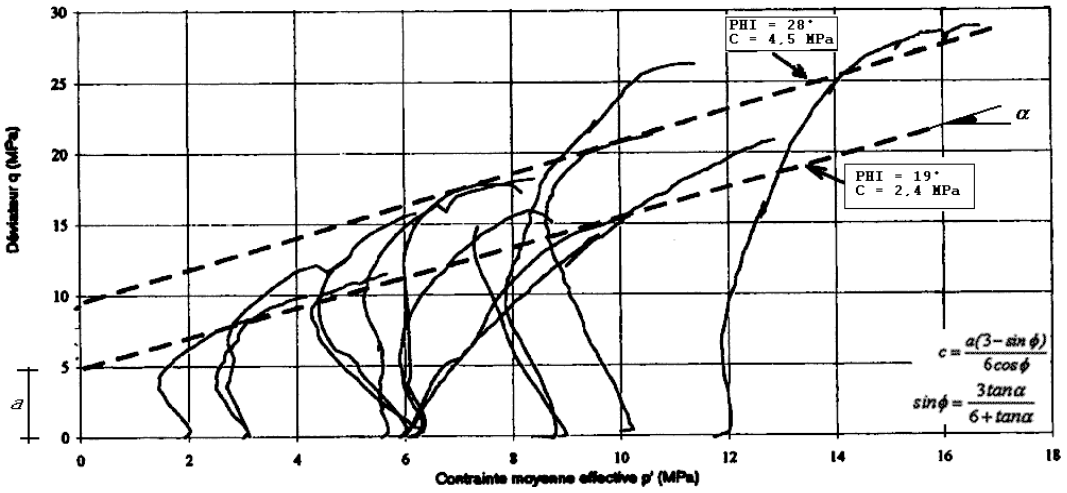


Figure 10 : Résultats d'essais triaxiaux en compression drainés et non drainés sur les argilites du Callovo-Oxfordien (in Heitz, 1999)

Nguyen Minh *et al.* (1999) ont cherché à étudier le comportement différé pour un tunnel à grande profondeur creusé dans les argilites de l'Est.
Les auteurs soulignent que pour des matériaux rocheux tels que les argilites de l'Est, la mise en fluage est problématique, du fait de la marge étroite du déviateur qu'on peut appliquer. En dessous de cette marge affectée de dispersion, probablement en relation avec la variabilité de la teneur en eau, le fluage est négligeable et au-dessus, la rupture est catastrophique.
Les essais sont réalisés avec une cellule triaxiale classique munie d'un système de chauffage assurant une température constante de 30°C, le trajet et les vitesses de chargement étant choisis pour se rapprocher des conditions auxquelles est soumise la roche au voisinage de la paroi depuis le creusement du tunnel (Figure 11 A).
Les éprouvettes testées ont un diamètre de 40 mm et un élancement de 2,5 et la durée des essais en extension monotone est d'une semaine.
Les résultats montrent que les argilites de l'Est sont sensibles à la vitesse d'extension (Figure 11 B). Pour une pression de confinement initiale de 25 MPa, il y a une perte relative de résistance de 15 % entre les essais réalisés aux vitesses d'extension de 9,5 $10^{-7}s^{-1}$ et de 9,5 $10^{-9}s^{-1}$ et il semble y avoir un seuil pour le déviateur de l'ordre de 8 à 10 MPa en dessous duquel il n'y a pas de perte de résistance. Ce seuil viscoplastique semble être confirmé par les essais

de relaxation dans lesquels sa valeur est autour de 18 à 20 MPa pour un confinement initial de 25 MPa. Les auteurs expliquent cette différence par la forte hétérogénéité de la teneur en eau.
Dans les essais d'écrouissage, la rupture est de type fragile et elle survient pour une valeur de l'extension de l'ordre de 1%. La fracture se fait dans le plan perpendiculaire à la direction de la plus petite contrainte et présente une surface "en forme de plume" typique des fractures d'extension observées à la paroi de certains tunnels creusés dans des roches argileuses.

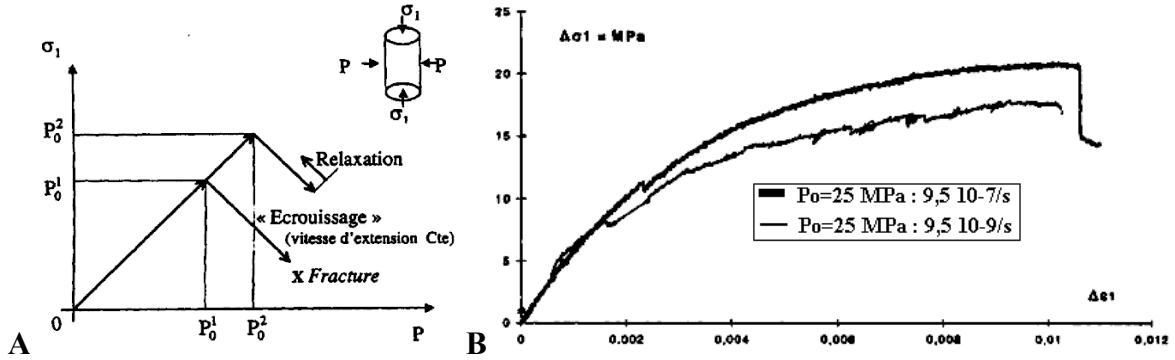


*Figure 11 : **A)** Trajet de chargement en écrouissage et en relaxation **B)** Courbes d'écrouissage pour deux vitesses d'extension différentes (in Nguyen Minh et al., 1999)*

Gasc-Barbier *et al.* (1999) ont étudié la sensibilité à l'eau et l'aptitude au gonflement présentées par les argilites de l'Est.
La comparaison des courbes d'écrouissage obtenues à partir d'essais triaxiaux réalisés sur des éprouvettes conservées dans leur état naturel et des éprouvettes immergées pendant 15 jours montre que les argilites de l'Est sont très sensibles à l'eau (Figure 12).

L'observation par microscopie confocale laser d'échantillons soumis à une humidification libre et à une dessiccation montre que les agrégats de grains, qui peuvent dépasser 200 µm, sont entourés d'un espace d'environ 1 µm et d'un réseau de fissures reliant ces espaces. L'observation au MEB montre qu'il existe une extension préférentielle dans un plan et une taille des pores de quelques dizaines de nm.

Ils concluent alors que c'est la taille importante des particules argileuses appelées cristallites et l'arrangement des grains de calcite d'environ 50 µm qui ne sont pas intimement liés à ces premières, entraînant de ce fait l'existence d'une porosité, qui expliquent le comportement mécanique, le gonflement et la fissuration observés lors de l'humidification et de la dessiccation (Figure 13).

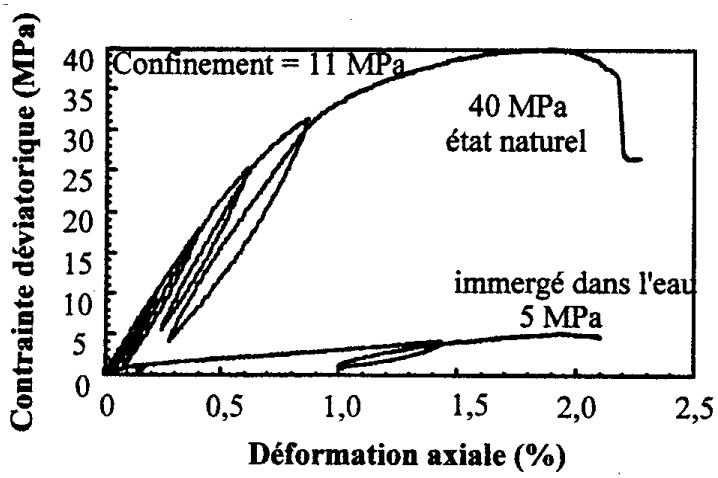


Figure 12 : Courbes d'écrouissage des argilites de l'Est (in Gasc-Barbier et al., 1999)

Figure 13 : Calcite dans l'espace intercristallites des argilites de l'Est. (in Gasc-Barbier et al., 1999)

Ghoreychi (1999) a fait une étude sur le comportement rhéologique et les couplages thermohydromécaniques dans les argilites de l'Est à partir d'essais triaxiaux en compression et en extension. L'auteur propose de considérer les propriétés macroscopiques des argilites de l'Est, dans la phase précédant l'endommagement, comme isotropes (Figure 14).

Il souligne parmi d'autres observations et conclusions que les argilites de l'Est peuvent être assimilées à un milieu poreux saturé. Les seuils d'endommagement et de rupture en extension sont plus faibles qu'en compression et les déformations viscoplastiques sont faibles comparées à celles des argiles plastiques. Seuls les déviateurs des contraintes et des déformations sont liés au comportement viscoplastique qui ne semble pas présenter de seuil et dépend de la température (Figure 15).

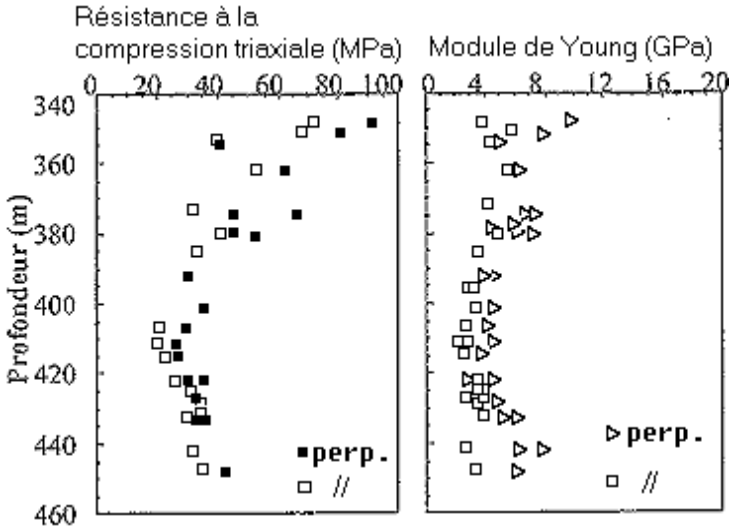


Figure 14 : Faible anisotropie mécanique des argilites de l'Est dans les directions parallèle et perpendiculaire à l'axe du sondage (in Ghoreychi, 1999)

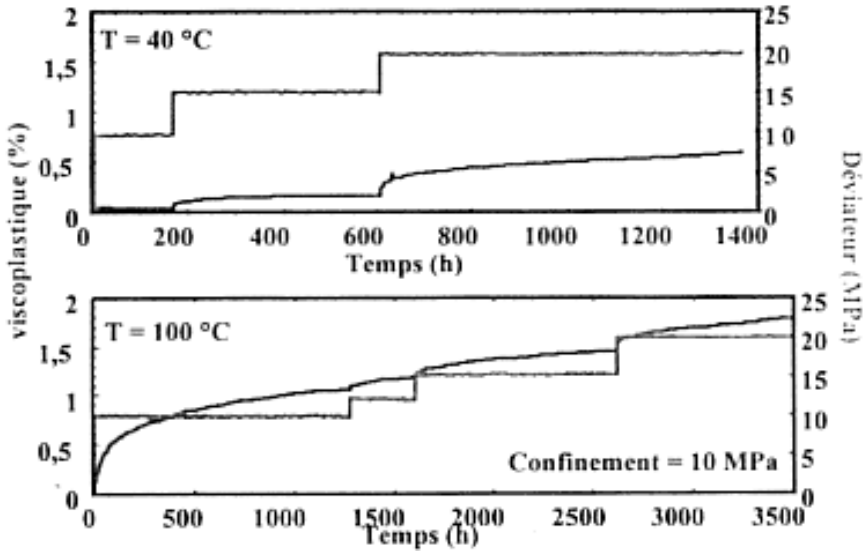


Figure 15 : Courbes de fluage des argilites de l'Est sous deux températures différentes (in Ghoreychi, 1999)

Cela conduit à proposer une loi de comportement viscoplastique du même type que celle utilisée pour le sel où la vitesse de fluage secondaire est reliée à la température selon une loi d'Arhénius, à une puissance de la contrainte déviatorique selon une loi de type Norton et à une puissance de la déformation viscoplastique.
L'accélération significative observée au-delà du seuil d'endommagement peut être traduite par une augmentation des exposants des facteurs de la loi.

Chiarelli (2000) a réalisé une importante étude expérimentale à partir d'essais triaxiaux et d'observations microscopiques de la texture des argilites de l'Est. L'auteur propose un modèle élastoplastique couplé à un endommagement anisotrope induit basé sur un jeu de 14 paramètres (Figure 16).

L'auteur souligne parmi d'autres observations et conclusions, que le matériau devient plus déformable et que l'endommagement est moins important avec la profondeur ce qui est attribué à la teneur plus importante en minéraux argileux.
Les essais triaxiaux réalisés avec trois gammes de teneur en eau différentes, 4 à 5%, 5 à 6%, et 7 à 8% montrent clairement son influence. Les propriétés élastiques sont plus faibles et les déformations plastiques déviatoriques plus fortes quand la teneur en eau augmente, ce qui peut s'expliquer par la rétraction ou le gonflement des minéraux argileux qui modifient la taille des pores et, par suite, génèrent ou annihilent les pressions capillaires.
La rupture présente un caractère de type fragile, c'est-à-dire lié à de la fissuration. Cette fissuration s'expliquerait par l'incompatibilité des déformations entre la matrice argileuse et les inclusions plus rigides constituées de calcite et de quartz.

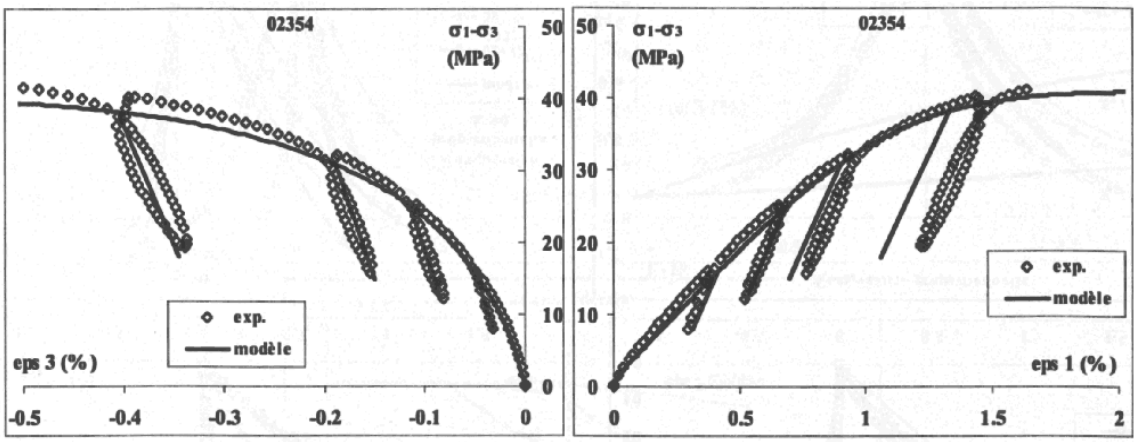


Figure 16 : Comparaison d'une simulation numérique et de résultats expérimentaux sur les argilites de l'Est en compression triaxiale sous un confinement de 10 MPa (in Chiarelli, 2000)

L'auteur estime qu'il est peu probable que le phénomène d'oxydation des pyrites influence le comportement mécanique des argilites de l'Est du fait de leur faible quantité et sur la base des résultats de Roubeuf *et al.* (2000).

En résumé de ce paragraphe 3.4, on constate que les différents auteurs cités convergent sur l'influence de l'eau sur le comportement des argilites de l'Est et sur l'idée que la texture de celles-ci joue un rôle important. Le caractère plastique limité est généralement souligné mais les auteurs divergent sur l'existence de seuils viscoplastiques. Enfin, il faut souligner que les

questions relatives au comportement à long terme des argilites de l'Est restent encore largement ouvertes.

4 CONCLUSION

Les études de la capacité du massif à jouer le rôle de barrière géologique dans l'optique d'un éventuel stockage réversible des déchets radioactifs font une place très importante aux efforts de modélisation de son comportement à long terme.

Ces modélisations sont généralement basées sur la théorie des milieux poreux et sont inscrites dans un cadre thermodynamique. La détermination des paramètres des lois de comportement nécessite un grand nombre d'essais. Les essais triaxiaux effectués en laboratoire apportent des informations très importantes mais couvrent forcément un domaine dont la validité reste limitée au regard des effets des échelles spatiale et temporelle à considérer.
Ainsi, en supposant que la formulation des lois de comportement soit identique, les temps de fluage ou de relaxation sont beaucoup plus grand pour l'ouvrage réel et finalement, les modèles développés au laboratoire ne peuvent que difficilement prédire de façon pertinente le comportement à très long terme du massif *in-situ*.

De même que pour les études géotechniques réalisées dans le génie civil (Bustamante et Le Roux, 1993), les relations entre le comportement mécanique, la texture et l'altérabilité des matériaux rocheux ne sont pas, ou trop peu, prises en compte. Elles restent de toute façon très difficiles à établir. D'où l'intérêt de développer d'autres types d'essais en laboratoire et d'entreprendre des études *in situ* étalées sur de longues durées.

CHAPITRE 2 : DESCRIPTION DE L'ETUDE EXPERIMENTALE

1 INTRODUCTION

L'essai en " microcellule CGI " (Figure 17) a été développé au Centre de Géologie de l'Ingénieur pour étudier l'évolution de la texture de roches salifères sous l'effet de sollicitations thermomécaniques et de l'humidité relative. Les caractéristiques des matériaux rocheux salifères se prêtent bien à ce type d'étude car les cristaux de halite sont de taille macroscopique et ils sont plus ou moins transparents, ce qui rend possible la réalisation d'observations intercristallines et intracristallines.
Dans ce chapitre, on effectuera une description détaillée de cet essai ainsi que de l'ensemble des autres moyens expérimentaux utilisés pour réaliser notre étude sur les argilites de l'Est.

2 LA MICROCELLULE ET SON ENVIRONNEMENT

2.1 Principe, intérêt et description

Ce dispositif expérimental est non conventionnel. Il permet de faire une observation visuelle des grandes faces d'un échantillon de matériaux rocheux de forme parallélépipédique au cours de sa déformation, à la différence des essais plus classiques réalisés en mécanique des roches, dans lesquels cette observation visuelle n'est généralement possible qu'*a posteriori,* après l'arrêt de l'essai.

La lame épaisse de matériau rocheux mesure 50 mm de longueur, 40 mm de largeur et 5 mm d'épaisseur. Elle est soumise à une compression uniaxiale s'exerçant sur ses petites faces. Les grandes faces sont frettées entre deux hublots en verre borosilicaté extra blanc (Borofloat) de 7,5 mm d'épaisseur, ce qui permet leur observation. Les faces intermédiaires sont libres.
La microcellule est placée dans une enceinte environnementale pour soumettre la lame épaisse de matériau rocheux à des sollicitations thermiques et hydriques contrôlées et on mesure son taux de déformation axiale (Figure 17).

En théorie, il s'agit d'un essai en déformation plane. Ce choix se justifie par le fait que l'hypothèse des déformations planes est couramment faite pour étudier le comportement des ouvrages. Cette hypothèse est pertinente pour les ouvrages linéaires dont une dimension est bien supérieure aux deux autres.

Dans une galerie ou dans un puits, loin des extrémités, on peut considérer que cette hypothèse est valable dans le plan perpendiculaire à l'axe de l'ouvrage.

Lors de la conception de la microcellule, ce sont les dimensions des échantillons disponibles, en l'occurrence des tronçons de carottes de forage, qui ont principalement conditionné le choix des dimensions de la microcellule. Ce choix a de plus été guidé par les différentes textures des roches étudiées, les possibilités du matériel d'illumination et d'observation et la nécessité d'avoir un dispositif aisément maniable.

Son utilisation a permis de mettre en évidence le rôle de la texture au cours de la déformation d'échantillons de sel gemme (Le Cléac'h *et al.*, 1991, 1992, Van Hasselt, 1991, Moutalib, 1992) ainsi que le rôle des inclusions fluides dans leur déformation (Chemin, 1991, Le Cléac'h *et al.*, 1993, Ghazali, 1995).

L'extrapolation de ces observations à l'échelle du massif permet de proposer différents mécanismes de déformation dans les zones d'endommagement et de rupture autour d'une galerie souterraine. Ces mécanismes de déformation sont eux mêmes liés à différentes formes de transfert des saumures. Dans le cas d'une galerie contenant une source de chaleur, constituée par un stockage de déchets radioactifs, ces transferts sont convergents vers l'intérieur de la galerie (Ghazali, 1995).

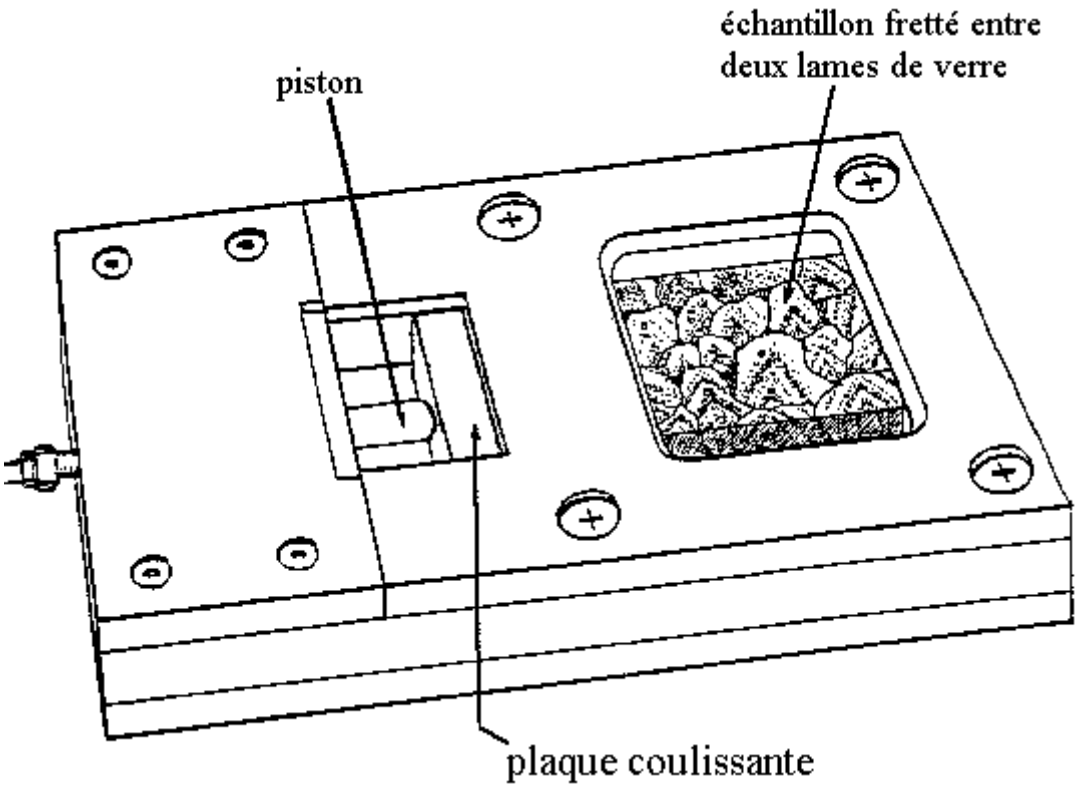
Le matériau qui constitue le bâti de la microcellule est de l'acier inoxydable austénitique selon la norme AFNOR Z2 CND 17-12 ou AISI 316 L. Ses propriétés thermoélastiques, module de Young, coefficient de Poisson et coefficient de dilatation linéaire valent respectivement :

- $E = 210$ GPa $\nu = 0{,}29$ $\alpha = 1{,}6.10^{-5}$ K^{-1}.

Et celles du verre Borofloat valent :

- $E = 63$ GPa $\nu = 0{,}2$ $\alpha = 3{,}25.10^{-6}$ K^{-1}.

Du fait des principes et des contraintes qui ont guidées sa conception, la microcellule CGI ne peut permettre de mesurer avec une précision suffisante des paramètres mécaniques pouvant entrer dans un modèle phénoménologique.



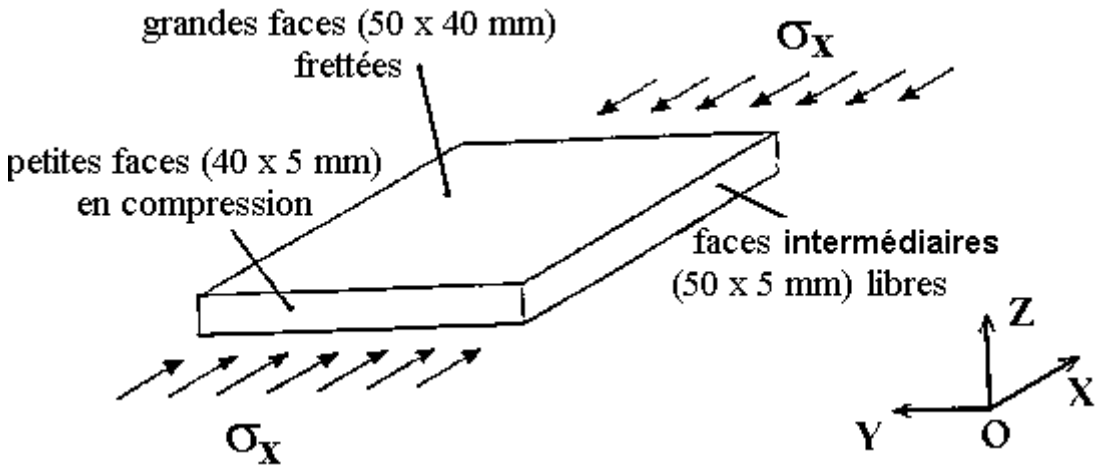


Figure 17 : La microcellule CGI et son principe

2.2 L'environnement de la microcellule CGI

2.2.1 Génération et contrôle de la pression

Le système de génération de pression est alimenté par le réseau d'air comprimé de l'Ecole des Mines.
Il comporte en série une vanne d'arrêt, un manodétenteur à fuite d'air qui permet de réguler la pression d'air de 0 à 0,4 MPa, un multiplicateur de pression air- huile (Enerpac B 6003, ou 3003) de facteur 60:1 ou 30:1, muni d'une vanne et d'un manomètre de contrôle, un vérin de section 3,33 cm^2 intégré à la microcellule.
La vanne du multiplicateur de pression permet de l'isoler pour le recharger périodiquement en huile et prévenir ainsi toute chute de pression due à d'éventuelles petites fuites en amont.

Le piston du vérin transmet l'effort de compression par l'intermédiaire d'une plaque métallique coulissante qui s'applique sur une des petites faces de la lame épaisse. La deuxième petite face se trouve en butée sur le bâti de la microcellule.

Ce système permet d'obtenir sur les petites faces de la lame une contrainte de compression pouvant varier de 0 à 40 MPa.
La formule suivante permet de connaître la contrainte sur l'échantillon à partir de la pression indiquée sur le manodétendeur :

$$\sigma_x(t) = nP_m(t)$$

où :

- $\sigma_x(t)$ est la contrainte axiale de compression en MPa,
- $P_m(t)$ est la pression indiqué au manodétenteur en bar (10^5 Pa)
- $n = 5$ pour le multiplicateur de pression de rapport 30:1 et $n = 10$ pour un rapport 60:1.

2.2.2 Génération et contrôle de la température et de l'humidité relative

La succion décrit la pression d'une eau interstitielle qui se trouve sous tension. Elle est fonction de l'humidité relative du milieu selon la loi de Kelvin.

Dans un matériau rocheux ou un sol argileux, en conditions isothermes et en l'absence de gradients extérieurs, cette loi s'exprime comme la somme des potentiels matriciel et osmotique (Audiguier, 1995, Daupley, 1997, Yong, 1999) :

$$s = \Psi_m + \Psi_\pi = -\frac{RT}{V_m}\ln(\tfrac{HR}{100})$$

où :

- s, ψ_m et ψ_π sont respectivement la succion, les potentiels matriciel et osmotique [Pa] ;
- T est la température absolue [K] ;
- $R = 8{,}3144\ J.mol^{-1}.K^{-1}$ est la constante des gaz parfaits ;
- HR est l'humidité relative en %, $0 \leq HR \leq 100$;
- V_m est le volume molaire de l'eau ;
- le signe négatif est mis par convention, la succion étant comptée positivement.

L'air agissant comme une membrane semi-perméable permettant uniquement le mouvement de molécules d'eau entre l'atmosphère et l'échantillon, en imposant le degré hygrométrique de l'atmosphère entourant un matériau à température constante, on lui impose un état hydrique décrit par une valeur de succion totale.

Pour un degré hygrométrique donné, la succion est d'autant plus élevée que la température est élevée. Une humidité relative égale à 100% correspond, à l'équilibre, à une succion nulle c'est-à-dire à un état proche de la saturation mais pas forcément saturé de l'échantillon. En effet, partant d'un état initialement saturé d'un échantillon de matériau poreux, l'augmentation de la pression capillaire, au-delà d'un certain seuil appelé pression d'entrée d'air, engendre une phase de drainage jusqu'à une valeur appelée teneur en eau résiduelle. Une décroissance de la pression capillaire induit une imbibition.
Les courbes d'imbibition et de drainage ne se correspondent pas et forment des boucles d'hystérésis. Pour un même degré de saturation, la pression capillaire d'imbibition est plus faible que la pression capillaire de drainage ce qui peut-être rapporté à deux rayons de pores différents ou à la différence de l'angle de mouillabilité au drainage et à l'imbibition.
L'imbibition ne conduit pas en général à un degré de saturation de 100% du fait de la perte de continuité du fluide non mouillant, en l'occurrence l'air, suite à son piégeage par le fluide mouillant, en l'occurrence l'eau, à l'intérieur du réseau poreux.
Ce mécanisme du piégeage de l'air lors de l'imbibition est lié à la géométrie du réseau poreux connecté, la forme et les rayons d'accès des pores (Billiotte, 1999).
Il est susceptible engendrer des pressions d'air qui pourraient être à l'origine de la désagrégation de matériaux rocheux tendres.

La microcellule n'étant pas étanche, le taux d'humidité relative au voisinage de la lame épaisse est le même que celui qui est imposé dans la chambre d'expérience de l'enceinte.
En dehors des périodes d'observation, on place la microcellule dans une enceinte environnementale (SECASI E 200 C125 FHR) où la température et l'humidité sont contrôlées. Cette enceinte permet d'avoir des degrés d'humidité relative de 10% à 100% avec une précision qui varie de 1% à 5% selon les plages d'utilisation. Les températures peuvent varier de 0° à 125 °C avec une précision de 1°C.

La chambre d'expérience peut accueillir plusieurs microcellules en même temps.

La température à l'intérieur de la chambre est maintenue constante par des résistances chauffantes alimentées par un régulateur commandé par une thermosonde sèche à résistance de platine.
Le taux d'humidité relative est contrôlé par un montage psychrométrique. Son augmentation s'effectue par une production de vapeur d'eau à l'intérieur de la chambre et sa diminution se fait par condensation sur l'évaporateur du groupe frigorifique ou par apport d'air extérieur.
Pour vérifier la température et le taux d'humidité relative dans la chambre, on utilise un thermohygromètre qui permet de mesurer un taux d'humidité relative de 2% à 98% avec une précision absolue de 2%.

Pour faire les observations au macroscope Wild, on retire rapidement la microcellule de l'étuve et on l'introduit dans une boîte de maintien de la température. Cette boîte est constituée par des plaques de laiton et de feutre minéral épais isolant et réalise les trois fonctions suivantes :

- l'isolation thermique de la microcellule,
- la compensation des déperditions thermiques par un système de chauffage intégré,
- le dégagement des hublots d'observation.

Le système de chauffage intégré de la boîte de maintien de la température est constitué par des résistances laminaires (Thermofoil de Auxitrol) collées sur les parois internes en contact avec le feutre isolant. Elles assurent grâce à un régulateur de température (M 63626 de Bioblock) relié à un thermocouple intégré à la microcellule, une très bonne compensation des déperditions thermiques.

2.2.3 Système d'observation et de prise de vue

2.2.3.1 Définition des échelles d'observation

On retiendra les définitions suivantes :

- l'échelle macroscopique est celle des lames épaisses entières que l'on appréhende à l'œil nu et sur les macrophotographies ;
- l'échelle mésoscopique est celle des détails de la texture que l'on appréhende par l'observation au macroscope Wild et sur les microphotographies correspondantes ;
- l'échelle microscopique est celle de la microtexture que l'on appréhende par l'observation au MEB et les microphotographies correspondantes.

2.2.3.2 Description du matériel

Au cours de l'essai en microcellule, à chacune des échelles macroscopique et mésoscopique, des prises de vues sont réalisées avec respectivement :

- un appareil photographique 24 x 36 (Minolta) équipé d'un objectif de prise de vue rapprochée qui permet d'avoir une vue globale de la lame épaisse sur des macrophotographies à l'échelle 0,5:1. Il est monté sur un statif (Kaiser RS1) avec une précision de réglage de la hauteur inférieure à 0,5 mm.
- un macroscope (Leica (Wild) M420) muni d'un système de microphotographie (Photoautomat Wild MPS46/52) qui offre l'avantage d'avoir des grossissements continus allant de 6,3:1 à 64:1 sur l'ensemble de l'image. L'éclairage se fait par réflexion en épiscopie oblique.

On utilise des films de diapositives pour lumière artificielle de sensibilité 160 ISO.
Au cours de ce travail, environ 200 macrophotographies et 450 microphotographies ont été réalisées.

2.2.4 La mesure des déplacements axiaux

L'évolution de la déformation axiale de l'échantillon est déterminée à partir de la mesure régulière du déplacement de la plaque coulissante de transmission de l'effort de compression avec un pied à coulisse en acier au 1/50e. On trace les courbes :

$$\varepsilon_x(\%) = f(t)$$

où :

- $\varepsilon_x(\%)$ est la déformation en %
- t le temps en jours.

2.2.5 Le traitement et l'analyse des images

2.2.5.1 Notions élémentaires

L'analyse automatique d'image consiste à extraire de manière qualitative et quantitative différentes informations contenues dans l'image à analyser. Basée sur des concepts mathématiques dont fait partie la morphologie mathématique, elle résulte d'une séquence de plusieurs étapes qui sont l'acquisition, le prétaitement, la segmentation et le seuilllage, le post-traitement et les mesures (Chermant, 1994).

Rappelons qu'une image numérique se présente sous la forme d'un ensemble de points appelés pixels.

Le prétraitement consiste à améliorer l'aspect visuel des images. Il est basé sur la transformation des histogrammes des couleurs pour pallier les défauts de prise de vue et sur le filtrage pour réduire le bruit qui peut provenir aussi bien du capteur, soit de l'appareil photographique, de la caméra, de la pellicule, que du digitaliseur.
Le bruit correspond en général à une variation aléatoire d'un pixel isolé par rapport à un pixel voisin alors que, de façon générale, une image possède une certaine redondance spatiale que l'on peut traduire par une fonction d'autocorrélation.
Il existe plusieurs types de filtrage, le plus simple étant le filtrage linéaire qui consiste à transformer un pixel par la combinaison linéaire des pixels voisins.

La segmentation consiste à simplifier les images. Elle est basée sur des opérations morphologiques comme la dilatation et l'érosion. Ces deux opérations contraires sont utilisées par cycles successifs dilatation-érosion et érosion-dilatation qui conduisent à perdre de l'information sur les petits détails.

Le seuillage consiste à transformer une image à niveaux de gris ou à quelques niveaux de couleurs en image binaire. En général, les ensembles à analyser prennent la valeur 1 et le fond la valeur 0.

Le post-traitement regroupe toutes les opérations réalisées sur l'image binaire pour la rendre directement exploitable par des mesures.

2.2.5.2 Application

Le but de l'analyse d'images est de suivre l'évolution de la déformation des lames épaisses en mettant en évidence les phases de déformation homogène, les phénomènes de localisation et la rupture.
Son principe est de comparer les positions de deux réseaux triangulaires de points dits caractéristiques représentant chacun l'échantillon à deux instants différents donnés au cours de sa déformation.

Le réseau de points caractéristiques est obtenu à partir d'un réseau triangulaire de points de repère inscrits en noir au feutre indélébile sur une des grandes faces de la lame épaisse de matériau rocheux, on la nomme " face 1 ". Il est important de porter attention à la forme des points qui doit être la plus arrondie possible.

L'acquisition des diapositives est réalisée à l'aide d'un numériseur (Hewlett Packard Photo Smart) et toutes les opérations de prétraitement, de segmentation, de seuillage et de post-

traitement des images numériques sont ensuite réalisées à l'aide des logiciels, Paint Shop Pro 5 (Jasc Software, 1998) et Visilog 5.2 (Noesis, 1998).
Les images post-traitées sont ensuite transférées vers un programme, écrit en langage C au CGI appelé "Déformation" (Jurbert, 1998), qui permet d'établir des cartes de déformation des lames épaisses aux différents stades de l'essai.

Après l'acquisition, il s'agit d'extraire le réseau des points caractéristiques en éliminant le fond et en réduisant chaque point de repère à un seul pixel en utilisant la fonction "érodé ultime" de Visilog (Lay et Bisson, 1990).

Les dimensions des images post-traitées sont de 512 x 512 pixels et elles sont codées sur 8 bits, c'est-à-dire en 256 niveaux de gris. Les points caractéristiques ont la valeur 255 soit blanc et le fond, la valeur 0 soit noir. Les images post-traitées seront appelées images caractéristiques. A partir d'une paire ou d'une série d'images caractéristiques successives (Figure 18), le programme "Déformation" permet d'obtenir :

- une carte des amplitudes des déplacements,
- une carte des arguments des déplacements,
- une carte des gradients des déplacements,
- une grille déformée.

Les cartes du gradient des déplacements et des modules des déplacements sont codées en 256 niveaux de gris.
Sur la carte des modules des déplacements et des gradients des déplacements, le niveau 0 correspond à un déplacement nul, respectivement à un gradient nul, le niveau 255 correspond au déplacement maximal, respectivement au gradient maximal.
La carte des arguments des déplacements est codée en 16 millions de couleurs, le rouge étant affecté à un argument de 0, le violet à un argument de $\pi/2$, le bleu à un argument de π et le jaune à un argument $3\pi/2$.

Il faut noter que cette méthode est assez lourde à mettre en œuvre. Elle nécessite beaucoup de temps et il faut plus d'une quarantaine d'opérations par image pour arriver au résultat final.

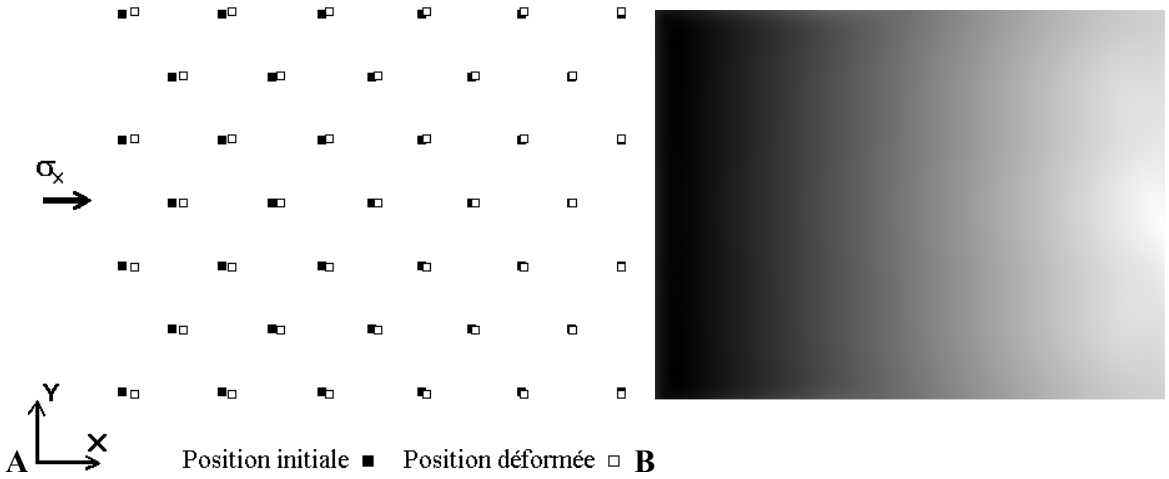


Figure 18 : Test de la procédure d'analyse d'images, déformation homogène d'une lame épaisse. ***A)*** *Superposition d'images caractéristiques des états initial et déformé* ***B)*** *Négatif de la carte des modules des déplacements.*

2.3 Modélisation numérique de l'essai

Afin de pouvoir interpréter les observations faites au cours des essais il est nécessaire de connaître la répartition du champ de contrainte dans l'échantillon testé. Cette répartition est influencée par les conditions aux limites et au vu du faible élancement de la lame épaisse, il paraît utile de s'y intéresser. Le but de la modélisation mécanique est donc d'étudier les concentrations de contraintes en fonction des conditions aux limites d'une lame épaisse et la déformation induite.

2.3.1 Equations idéalisées

On considère le cas idéal où la déformation imposée par la microcellule à la lame épaisse est effectivement une déformation plane et homogène dans le plan *OXY* (Figure 17). Dans le repère principal *OXYZ*, le déplacement selon l'axe *OZ* est nul, $\varepsilon_z = 0$ et la matrice des déformations s'écrit :

$$[\varepsilon] = \begin{pmatrix} \varepsilon_x & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_y & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

Pour un matériau homogène, isotrope et élastique linéaire, de module d'Young *E* et de coefficient de Poisson *ν,* en négligeant les forces de volume, les frottements et les

accélérations, les faces moyennes de la lame épaisse étant libres, on a $\sigma_y = 0$ et $\sigma_z = \nu\sigma_x$. La matrice des contraintes s'écrit :

$$[\sigma] = \begin{pmatrix} \sigma_x & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_z \end{pmatrix}$$

Ces contraintes sont des contraintes principales. Les équations d'équilibre s'écrivent :

$$\frac{\partial \sigma_x}{\partial x} = 0$$

Et les déformations s'écrivent :

$$\varepsilon_x = \frac{(1-\nu^2)}{E}\sigma_x \qquad \varepsilon_y = -\frac{\nu}{E}\sigma_x$$

Ces équations décrivent le chargement uniforme étudié plus loin (Figure 20, Figure 21).

2.3.2 Commentaires sur les conditions de l'essai réel

En faisant abstraction de la structure et de la texture du matériau rocheux et en faisant l'hypothèse que la lame épaisse possède exactement la forme géométrique voulue, il reste certains facteurs externes qui sont susceptibles d'influencer sa déformation.

D'un point de vue théorique, dans une déformation plane, le déplacement selon l'axe *OZ* doit être égal à une constante *C*. Dans le cas de la microcellule cette constante est supposée être nulle, *C = 0.*

Sur un le plan pratique, Labuz *et al.* (1996) proposent un modèle détaillé de l'interaction mécanique d'un échantillon de matériau rocheux élastique de paramètres *(E, ν)* et d'une structure sensée lui imposer une déformation plane. Conformément à ce que l'on attend, ce modèle montre que l'on se rapproche d'autant plus d'une déformation plane que le module de Young *E* du matériau rocheux testé est négligeable devant le module E^s de la structure. Ce dernier a une définition particulière. Il dépend du matériau qui constitue la structure à travers sa rigidité K^s mais aussi de la surface de contact *A* entre celle-là et l'échantillon de matériau rocheux et de l'épaisseur *e* de ce dernier :

$$E^s = \frac{K^s e}{2A}$$

Les auteurs définissent un paramètre appelé *PPS* (Percent Plane Strain) qui vaut 100% dans le cas idéal d'une déformation plane et qu'ils considèrent comme acceptable pour une valeur de 90% :

$$PPS = \left(1 - \frac{R}{R^{souple}}\right) \times 100\%$$

Dans le cas d'une structure semblable à la microcellule :

$$R = \frac{\varepsilon_z}{\varepsilon_x} = \frac{\nu}{1 + \frac{(1-\nu^2)E^s}{E}}$$

et

$$R^{souple} = \nu$$

- Pour une structure suffisamment rigide : $R \to R^r$ avec $R^r = 0$
- Pour une structure trop souple, $R \to R^{souple}$.

Pour une lame épaisse de matériau rocheux avec un coefficient de poisson $\nu = 0{,}3$, un $PPS = 90\%$ suppose que ε_z n'est plus égal à zéro mais à 3% de la déformation axiale ε_x.

Cette analyse reste toutefois difficile à appliquer à la microcellule CGI car pour déterminer le *PPS*, il faut déterminer K^s à partir de la mesure précise des déplacements des hublots de verre suivant la direction *OZ* pour une contrainte axiale donnée ou alors déterminer avec précision les déformations suivant les directions *OX* et *OZ*.

Les frottements qui existent aux limites de la lame épaisse, d'une part au niveau de ses petites faces en contact avec la plaque coulissante et la butée et, d'autre part, au niveau des grandes faces en contact avec les hublots de verre qui jouent le rôle du frettage, peuvent être à l'origine d'une déformation inhomogène.
Le Cléac'h (1991) a montré lors d'une étude par photoélastométrie réalisée sur une lame de plexiglas que le champ de contrainte n'est pas uniforme dans toute la lame épaisse. De plus, l'observation des clichés à l'échelle 0,5:1 des lames épaisses de sel gemme (Van Hasselt, 1991, Ghazali, 1995) montre que les modes de déformation se rapprochent des déformations du type en tonneau que l'on observe en général au cours d'essais triaxiaux sur des matériaux ductiles. Ce type de déformation est dû aux propriétés des plages cristallines qui constituent la texture du sel gemme mais aussi à la présence de contraintes de frottement engendrées au contact de la plaque coulissante et de la lame épaisse et au contact de la lame épaisse et de la butée, qui s'opposent à sa libre déformation.

On étudiera la répartition du champ de contraintes dans une lame épaisse et la déformation induite en faisant abstraction du frottement dû aux hublots de verre. Ce frottement est par ailleurs réduit par le polissage de la lame épaisse.

2.3.3 Présentation du programme FLAC

On utilise le logiciel FLAC 3.30 (Fast Lagrangian Analysis of Continua, Itasca Consulting Group Inc., 1995).
Ce logiciel qui a l'avantage d'être largement validé (Billaux et Cundall, 1993) sert à étudier les problèmes liés au dimensionnement des ouvrages et des structures en géotechnique. Il fait l'hypothèse des déformations planes et utilise une méthode de calcul explicite aux différences finies. De ce fait, un nombre de pas de calcul plus ou moins important est nécessaire pour arriver à l'équilibre pour un problème statique. Au cours de chaque pas de calcul, le phénomène analysé se propage à travers les zones du maillage et l'équilibre est considéré comme atteint quand la plus grande force non équilibrée aux nœuds du maillage tend vers zéro.
FLAC intègre les lois de comportement les plus utilisées en géomécanique et possède de grandes possibilités de sorties graphiques des résultats. Il possède un langage de programmation appelé FISH qui permet d'écrire des fonctions en vue d'étendre les modèles existants, de faire l'historique et un contrôle de l'évolution de grandeurs choisies en fonction des pas du calcul lors d'une simulation.

2.3.3.1 Modèle élastique

Les équations du modèle élastique linéaire et isotrope en déformations planes sont écrites selon la loi de Hooke généralisée pour $\varepsilon_z = 0$:

$$\sigma_x = a_1\varepsilon_x + a_2\varepsilon_y \qquad \sigma_y = a_2\varepsilon_x + a_1\varepsilon_y \qquad \sigma_z = a_2(\varepsilon_x + \varepsilon_y) \qquad \tau_{xy} = \tau_{yx} = 2G\gamma_{xy}$$

avec :

$$a_1 = K + \frac{4}{3}G \quad \text{et} \quad a_2 = K - \frac{2}{3}G$$

où le module d'incompressibilité K et le module de cisaillement G sont liés au module de Young et au coefficient de poisson par les relations suivantes :

$$K = \frac{E}{3(1-2\nu)} \qquad G = \frac{E}{2(1-\nu)}$$

2.3.3.2 Modèle élastoplastique radoucissant

Le modèle élastoplastique avec critère de Coulomb est le modèle le plus couramment utilisé pour décrire la rupture en cisaillement des matériaux rocheux en compression soumis à de petites contraintes de confinement. Ce critère réduit la courbe intrinsèque d'un matériau rocheux dans un plan de Mohr à une droite d'équation générale :

$$\tau = c + \sigma \tan\phi$$

où :

- c est une constante appelée cohésion de la roche,
- ϕ est l'angle de frottement interne par analogie avec la mécanique des sols,
- τ et σ sont les contraintes tangentielle et normale sur le plan de rupture.

En faisant l'hypothèse d'un milieu continu, isotrope et non dilatant, on retrouve immédiatement en appliquant la "méthode du pôle" que le plan de rupture est incliné par rapport à la direction de la compression axiale d'un angle α tel que :

$$\alpha = \frac{\pi}{4} - \frac{\phi}{2}$$

Pour les contraintes de confinement plus élevées, la droite de Coulomb surévalue largement la résistance à la rupture des matériaux rocheux, car l'angle de frottement n'est pas constant. Il diminue progressivement quand la contrainte de confinement augmente.
Le critère de Coulomb associé à l'enveloppe des cercles de Mohr en traction est appelé critère de Mohr-Coulomb.

Compression

Dans FLAC, en compression, la surface de charge du modèle de Mohr-Coulomb s'écrit dans le repère (σ_1 , σ_3) :

$$f^s = \sigma_1 - \sigma_3 \frac{1+\sin\phi}{1-\sin\phi} + 2c\sqrt{\frac{1+\sin\phi}{1-\sin\phi}}$$

où :

- σ_1 et σ_3 sont les contraintes principales majeure et mineure,
- par convention, la compression étant comptée négativement, $\sigma_1 < \sigma_3$.

L'état de contraintes tel que $f^s > 0$ est impossible. Pour $f^s < 0$ le matériau est élastique et pour $f^s = 0$ le matériau entre en plasticité.

Les déformations s'écrivent alors :

$$\Delta\varepsilon_i = \Delta\varepsilon_i^e + \Delta\varepsilon_i^p \qquad i = 1,3$$

où $\Delta\varepsilon_i$, $\Delta\varepsilon_i^e$, $\Delta\varepsilon_i^p$, sont les incréments de déformation totale, élastique et plastique.

Le potentiel plastique qui permet de donner l'intensité et la direction des déformations plastiques s'écrit :

$$g^s = \sigma_1 - \sigma_3 \frac{1+\sin\psi}{1-\sin\psi}$$

où ψ est l'angle de dilatation. Cet angle est une fonction du taux de déformation volumique et du taux de distorsion en phase plastique. Il traduit le fait que dans les matériaux rocheux il y a une augmentation de volume liée l'ouverture de microfissures et de fissures au cours de la déformation (Hobbs *et al.*, 1990).

La loi d'écoulement plastique est non associée, elle s'écrit :

$$\Delta\varepsilon_i^p = \lambda^s \frac{\partial g^s}{\partial \sigma_i} \qquad i = 1,3$$

où $\lambda^s \geq 0$ est le multiplicateur plastique en cisaillement. On note que cette loi d'écoulement est associée seulement quand $\psi = \phi$.

Traction

En traction, la surface de charge s'écrit dans le repère des contraintes principales (σ_1, σ_3) :

$$f^t = \sigma^t - \sigma_3$$

où σ^t est la résistance à la traction. Par défaut cette valeur est prise comme étant égale à la valeur maximale :

$$\sigma^t_{\max} = \frac{c}{\tan\phi}$$

Le potentiel plastique s'écrit :

$$g^t = -\sigma_3$$

Et la loi d'écoulement plastique est associée, elle s'écrit :

$$\Delta\varepsilon_i^p = \lambda^t \frac{\partial g^t}{\partial \sigma_i} \qquad i = 1,3$$

où $\lambda^t \geq 0$ est le multiplicateur plastique en traction.

Radoucissement

Pour tenir compte du radoucissement, FLAC permet de faire évoluer les paramètres du critère de Mohr-Coulomb après la rupture en définissant des lois d'évolution sous la forme de fonctions affines par morceaux de la déformation plastique.

2.3.3.3 Interfaces

Dans le logiciel FLAC l'interface de deux matériaux en contact est caractérisée par des raideurs normale *Kn* et tangentielle *Ks* et par un critère de rupture de type Mohr-Coulomb de paramètres c_i, ϕ_i, et T_i. Les raideurs ont une définition particulière puisqu'elles s'expriment sous forme d'un module par unité de longueur et elles doivent respecter certaines conditions par rapport aux dimensions du maillage pour assurer la convergence numérique rapide du modèle. Tous les paramètres des interfaces ne sont pas nécessairement définis pour une simulation et par défaut leur valeur est égale à zéro.

2.3.4 Déformation en milieu élastique

2.3.4.1 Elaboration du modèle

Géométrie

Le modèle 2D (Figure 19) est constitué de trois rectangles. Deux rectangles constitués de 32 zones représentent respectivement la plaque coulissante qui transmet l'effort de compression et la butée. Le troisième rectangle constitué de 5120 zones carrées de 0,62 x 0,62 mm représente la lame épaisse de matériau rocheux.

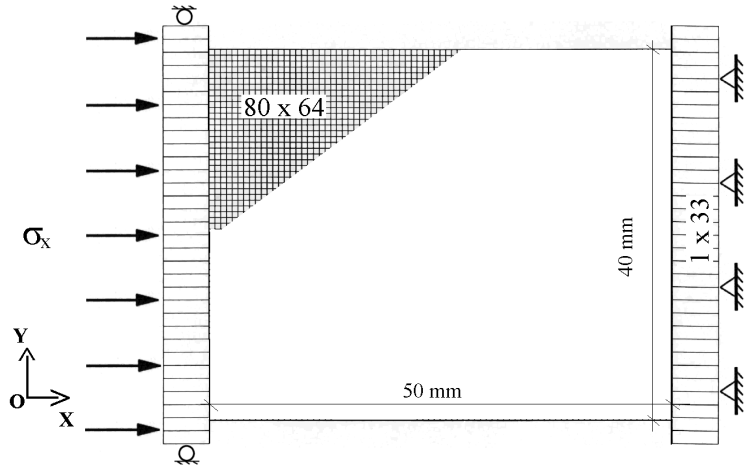


Figure 19 : Modélisation de l'essai en microcellule, maillage, conditions aux limites et chargement

Propriétés mécaniques et chargement

Les propriétés élastiques prises pour la microcellule sont : $E = 210\ GPa,\ \ \nu = 0{,}29$.
Et celles de la lame épaisse sont les suivantes : $E = 4\ GPa,\ \ \nu = 0{,}3$.

La gravité n'est pas prise en compte. Elle ne joue aucun rôle du fait de la taille réduite de la lame épaisse. Les seuls efforts extérieurs se réduisent donc à la contrainte σ_x transmise par la plaque coulissante et à la réaction de la butée : $\sigma_x = 12\ MPa$

Conditions aux limites

Les déplacements de la butée sont empêchés suivant les axes *OX* et *OY* et les déplacements de la plaque coulissante sont empêchés suivant l'axe *OY*.

Paramètres des interfaces du premier cas : le chargement uniforme

Les paramètres des deux interfaces entre la lame épaisse, la plaque coulissante et la butée sont choisis de façon que l'interpénétration des éléments lors de la déformation soit impossible et que le glissement tangentiel soit libre. Cela correspond au chargement uniforme (Figure 20 c). Pour cela on prend une valeur nulle pour la raideur tangentielle *Ks* et on choisit une rigidité normale aux interfaces suffisamment élevée :

$$Kn = 4.10^5\ GPa.m^{-1}$$

Paramètres des interfaces du deuxième cas : le confinement parfait

Les déplacements tangentiels aux interfaces de la lame épaisse avec la plaque coulissante et la butée sont empêchés. Cela correspond au confinement parfait (Figure 20 a).
Les interfaces sont collées et ont les paramètres suivants :

$$Kn = Ks = 4.10^5\ GPa.m^{-1}$$

Paramètres des interfaces du troisième cas : le contact direct

Les paramètres des interfaces sont tels que les conditions de déplacement sont intermédiaires entre les deux cas précédents. Les déplacements tangentiels sur les interfaces sont deux fois plus petits que sur le plan médian de la lame épaisse. Cela correspond au contact direct (Figure 20 b) :

$$Kn = 4.10^5\ GPa.m^{-1} \qquad Ks = 2{,}3.10^5\ GPa.m^{-1}$$

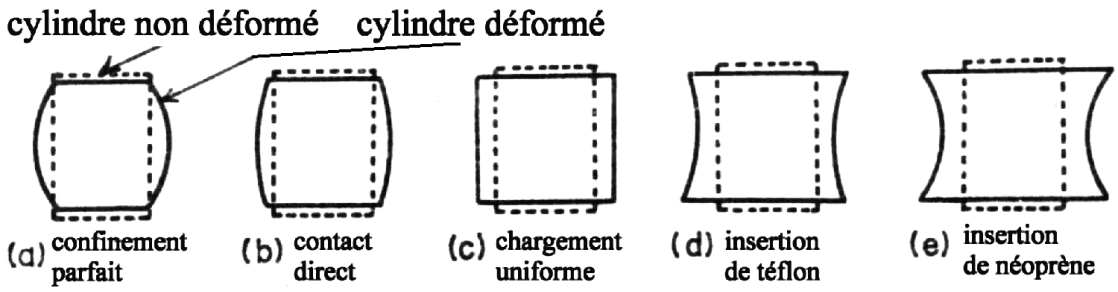


Figure 20 : Conditions de contact piston-échantillon et déformations induites sur des éprouvettes cylindriques en compression simple (Peng, 1970, in Holzhausen et Johnson, 1979)

2.3.4.2 Contrôle et interprétation des résultats

Pour contrôler et interpréter les résultats des simulations, on définit plusieurs fonctions FISH qui donnent les historiques de la déformation axiale, des contraintes volumiques et déviatoriques moyennes, des déformations latérales le long des interfaces et selon le plan médian et la vitesse d'avancée de la plaque coulissante, la vitesse étant définie comme la variation de la distance X par rapport aux pas de calcul n_i :

$$V = \frac{\partial X}{\partial n_i}$$

Les résultats de cette dernière fonction sont particulièrement utiles pour vérifier la convergence du modèle vers l'état d'équilibre ou bien son entrée en plasticité. Ils sont utilisés conjointement à la fonction intégrée dans FLAC donnant la plus grande valeur de la force non équilibrée.

2.3.4.3 Résultats en milieu élastique

Premier cas : le chargement uniforme

La déformation est *quasi* homogène. Le déviateur des contraintes est distribué de façon *quasi* uniforme dans toute la lame épaisse et est égal à la contrainte de compression appliquée. Il n'y a pas de déviation des contraintes et pas de concentration de contraintes.
A l'équilibre la déformation axiale est de 0,272% et l'extension latérale de 0,115%.
Notons que les résultats des solutions analytiques exactes sont 0,273% pour la déformation axiales et 0,09% pour la l'extension latérale.
La Figure 21 donne l'allure de la déformation et des déplacements dans la lame épaisse.

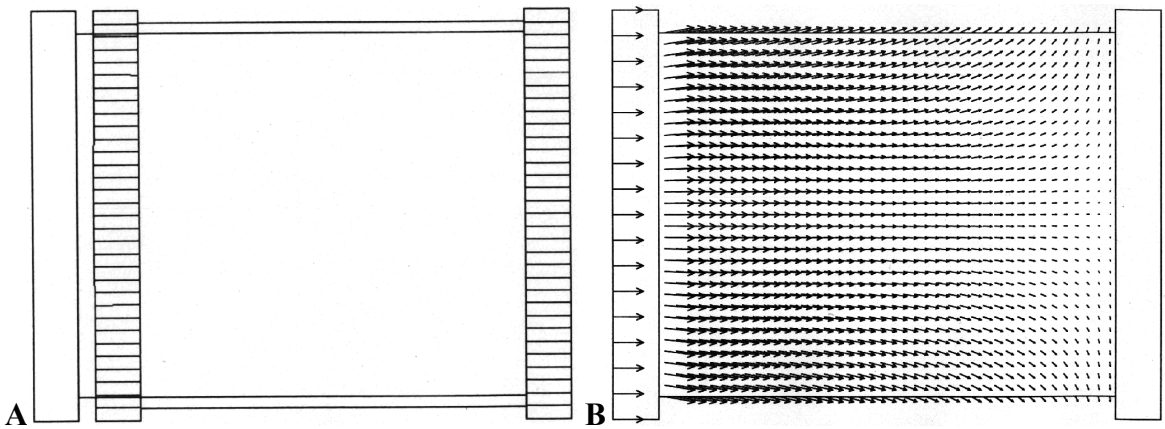


*Figure 21 : Résultats correspondant au chargement uniforme **A)** Superposition de la position initiale et de la position déformée exagérée 50 fois **B)** Allure des déplacements*

En fait, quand on regarde plus précisément les valeurs des déformations latérales données par des fonctions FISH (Tableau 2), il apparaît que la déformation n'est pas vraiment homogène. Les déformations latérales sont plus importantes au contact du piston et de la butée que le long du plan médian de la lame épaisse, ce qui se rapprocherait donc du cas (d) de la Figure 20. Ces différences restant toutefois inférieures à 0,003%, on considère que la déformation est homogène.

	Déformations latérales ε_y(%)
Interface plaque-échantillon	0,118
Interface butée-échantillon	0,117
plan médian de l'éprouvette	0,115

Tableau 2 : Déformations latérales d'une la lame épaisse calculées dans le cas du chargement uniforme.

Deuxième cas : le confinement parfait

La déformation est du type en tonneau. Il se développe des concentrations et des déviations des contraintes dans les coins de la lame épaisse.
La Figure 22 donne l'allure de la déformation de la lame épaisse, l'orientation et l'intensité des contraintes principales, la distribution des contraintes déviatoriques et leur valeur en pourcentage qui varient entre plus de 133% et 50 % par rapport au déviateur qui est appliqué ainsi que la carte des zones en traction.

Les contraintes déviatoriques les plus élevées se situent dans les coins de la lame épaisse. La contrainte principale majeure y vaut 144% de la contrainte axiale appliquée. Les contraintes déviatoriques les plus faibles sont situées au centre des interfaces de contact entre la plaque coulissante, l'échantillon et la butée. Là, la contrainte principale majeure vaut 92% de la contrainte axiale appliquée. Au centre de la lame épaisse la contrainte principale majeure vaut 104% de la contrainte axiale appliquée.
Au centre de la lame épaisse, les contraintes principales mineures sont en traction. Elles restent faibles, de l'ordre de 25 kPa.

A l'équilibre, la déformation axiale est de 0,262% et l'extension latérale dans la partie médiane de la lame épaisse 0,116%.
On constate que la déformation axiale est plus faible que dans le cas du chargement uniforme.

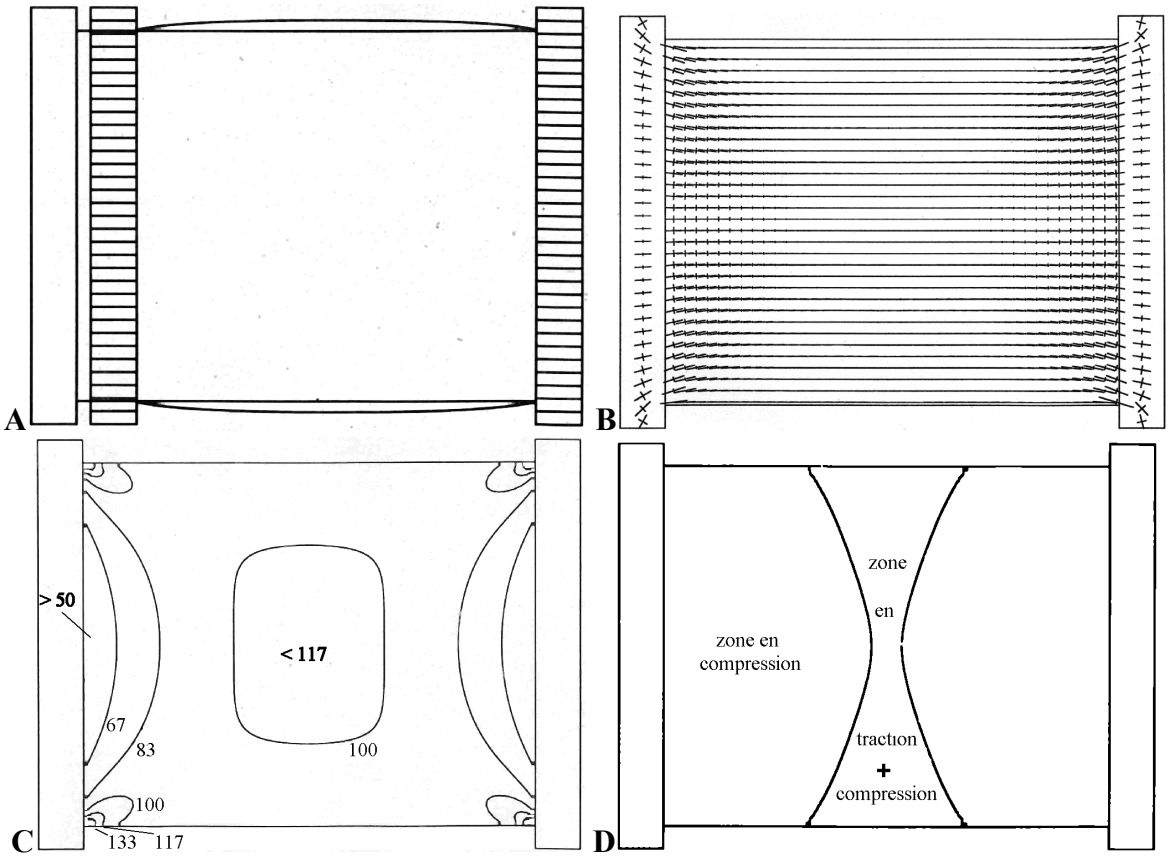


*Figure 22 : Résultats correspondant au confinement parfait **A)** Superposition des positions initiale et déformée exagérée 50 fois **B)** Orientations et intensités relatives des contraintes principales **C)** Distribution des contraintes déviatoriques **D)** Limites des zones en compression et en traction*

Troisième cas : le contact direct

La déformation est du type en tonneau. Il se développe aussi des concentrations et des déviations de contraintes dans les coins de la lame épaisse mais elles sont moins importantes que précédemment.

La Figure 23 donne l'allure de la déformation de la lame épaisse et la distribution des contraintes déviatoriques avec leur valeur en pourcentage qui varient entre plus 117% et 67% par rapport au déviateur qui est appliqué. Les contraintes les plus élevées se situent dans les coins de la lame épaisse.

A l'équilibre, l'extension latérale dans la partie médiane de la lame épaisse est de 0,116% et les extensions latérales aux interfaces sont de 0,058%. La déformation axiale est de 0,267%, ce qui est une valeur intermédiaire par rapport aux deux autres valeurs correspondantes du chargement uniforme et du confinement parfait.

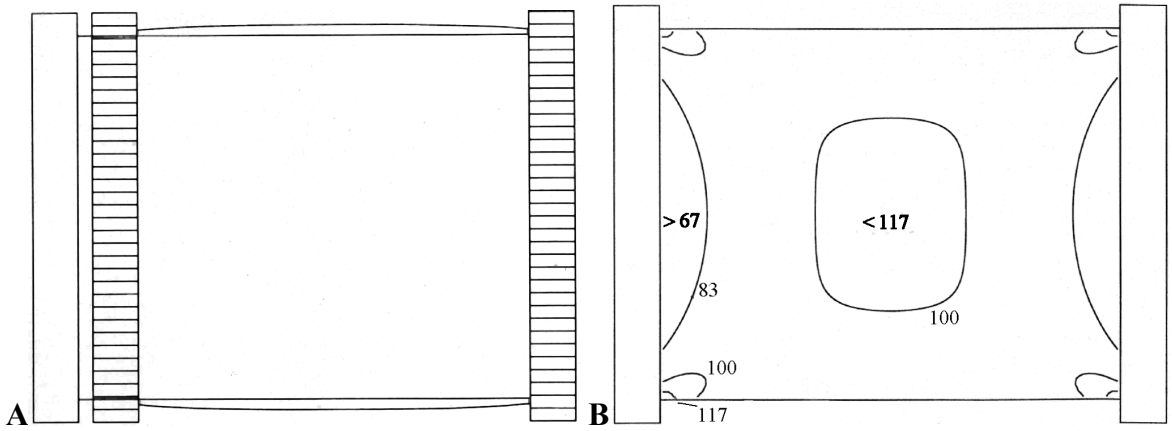


*Figure 23 : Résultats correspondant au contact direct **A)** Superposition des positions initiale et déformée exagérée 50 fois **B)** Distribution des contraintes déviatoriques*

2.3.5 Déformation d'un milieu élastoplastique

2.3.5.1 Elaboration du modèle

La géométrie du modèle, les propriétés mécaniques élastiques, les conditions aux limites et le principe du contrôle et de l'interprétation des résultats sont les mêmes que précédemment. On considère une lame épaisse élastoplastique avec un critère de rupture de Mohr-Coulomb avec les paramètres suivants :

$$c = 4{,}5\ MPa \quad \phi = 25\ degrés \quad \sigma^t = 2\ MPa \quad \psi = 5\ degrés$$

De plus, on se donne une fonction très simple pour prendre en compte le radoucissement d'un seul paramètre, en l'occurrence la cohésion. Elle diminue de 22%, passant de 4,5 à 3,5 MPa entre 0,55% et 0,90% de la déformation axiale.
Les paramètres des interfaces choisis sont ceux correspondant au contact direct et au chargement uniforme.

Dans un premier temps on "consolide" le modèle sous une contrainte $\sigma_x = 8\ MPa$ puis dans un second temps, après l'équilibre du système, on porte la contrainte axiale σ_x à *15 MPa.*

2.3.5.2 Résultats en milieu élastoplastique radoucissant

Pour les conditions du contact direct, la lame épaisse se déforme en plasticité pour une valeur de la contrainte axiale de 14,2 MPa (Figure 24).
La déformation s'effectue en cisaillement selon deux bandes conjuguées qui séparent des blocs élastiques. L'initiation de ces bandes de cisaillement se fait à partir des coins de la lame épaisse. Elles sont inclinées d'un angle par rapport à la direction *OX* qui dépend de l'angle de frottement interne ϕ et de l'angle de dilatance ψ. Cet angle est inférieur 45° (Desrues et Chambon, 1986, Labuz *et al.*, 1996).

La rupture se traduit encore, pour les conditions du chargement uniforme, par des bandes de cisaillement conjuguées. Ces bandes apparaissent toutefois plus loin sur la courbe d'écrouissage.

La déformation plastique s'accompagne d'une augmentation de volume de la lame épaisse. Toutefois cette observation n'est que qualitative et la valeur de l'augmentation de volume calculée par une fonction FISH n'a pas de signification physique puisqu'elle dépend de la largeur des bandes de cisaillement qui elle-même dépend du maillage.
Dans FLAC, il n'existe pas de modèle capable de quantifier la largeur d'une bande de cisaillement. Pour cela il faut tenir compte de l'existence d'une longueur interne comme c'est le cas dans les milieux de Cosserat (Fakhimi et Fairhurst, 1994, Sulem, 1999).

Il faut noter que contrairement à une idée répandue, la rupture associée à la localisation des déformations ne se traduit pas forcément sur la courbe d'écrouissage par un pic de contraintes suivi par un radoucissement. Dans FLAC la définition d'une loi d'écoulement plastique non associée permet en partie de rendre compte de cette caractéristique des matériaux rocheux (Desrues et Chambon, 1986, Hobbs *et al,* 1990).

La rupture se traduit donc encore par la localisation des déformations selon deux bandes de cisaillement quand on utilise, toutes conditions égales par ailleurs, un modèle élastoplastique parfait et des paramètres aux interfaces correspondant au contact direct.
Toutefois ce phénomène de localisation disparaît dans le cas du chargement uniforme où la plasticité se propage à travers l'échantillon tout entier selon une multitude de petites bandes de cisaillement.

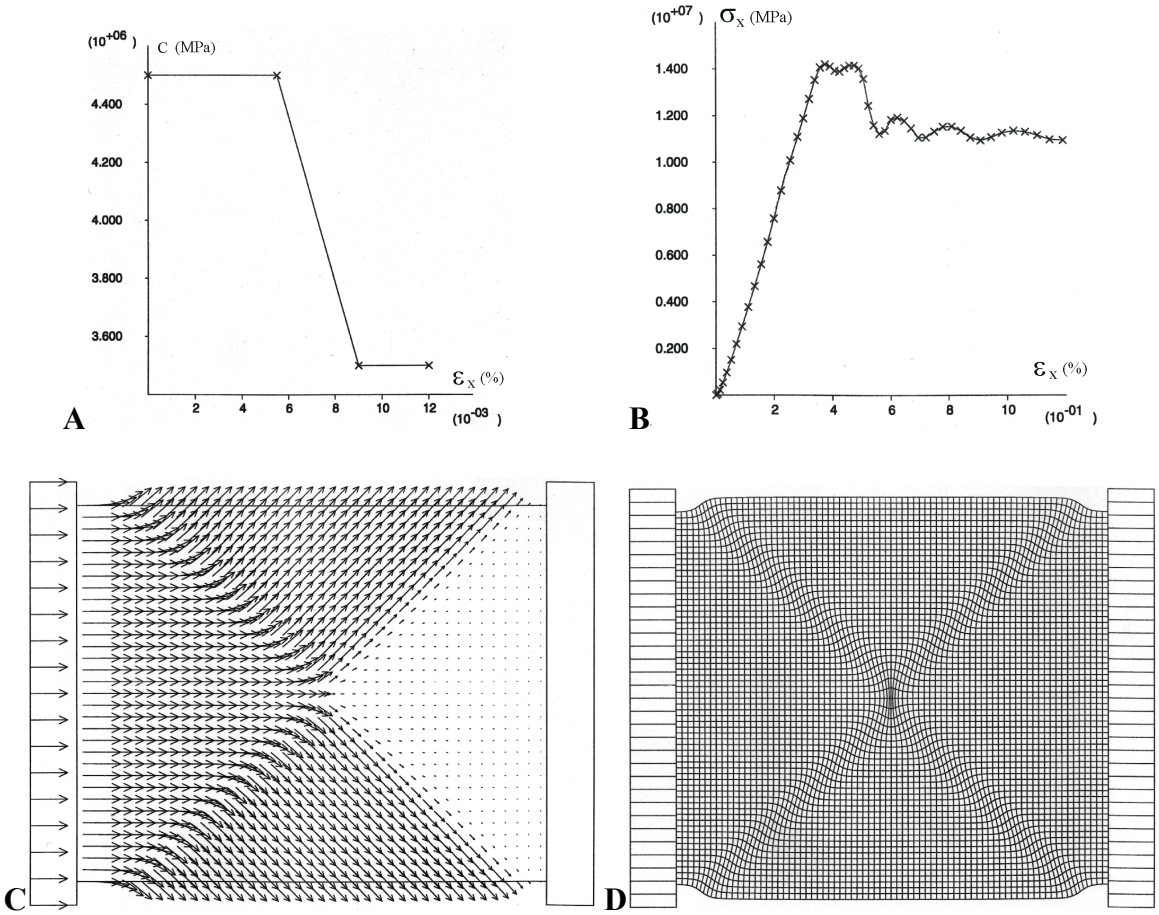


*Figure 24 : Résultats correspondant au contact direct **A)** Loi arbitraire d'évolution de la cohésion **B)** Courbe d'écrouissage **C)** Allure des déplacements en plasticité **D)** Déformation de la grille exagérée 3,5 fois*

En résumé, la modélisation numérique de l'essai en microcellule CGI montre l'influence des conditions aux limites de la lame épaisse sur la distribution du champ de contraintes qui peut présenter des concentrations et des déviations importantes. Cela conditionne les modes de déformation et de rupture qui sont par ailleurs liés aux propriétés du matériau.

Dans la pratique, pour limiter les concentrations de contraintes, il faut s'assurer que les petites faces des lames épaisses sont aussi peu rugueuses que possible. Pour cela, il faut les polir.

Au cours de l'essai, il faut privilégier les observations de la texture au centre des lames épaisses où le champ de contraintes est plus homogène. Dans l'hypothèse d'une déformation fragile, il est probable que des microfissures en extension apparaissent au centre de la lame tandis que des microfissures en cisaillement apparaîtront dans les coins. Dans l'hypothèse d'une déformation ductile, il est probable que l'on observe au centre des lames épaisses un aplatissement de la forme des grains et dans les coins, un aplatissement et une rotation des grains.

3 LES AUTRES MOYENS EXPERIMENTAUX

3.1 Le MEB et la sonde EDS

3.1.1 Le principe

Le microscope électronique à balayage (MEB) permet d'obtenir une image d'un échantillon à partir des électrons secondaires et rétrodiffusés qu'il émet suite à l'interaction avec un faisceau incident d'électrons monocinétiques auquel on applique un balayage.
Les électrons secondaires sont de faible énergie et issus de la surface de l'échantillon. Les électrons rétrodiffusés ont une énergie voisine de celle des électrons incidents et sont issus d'une partie plus profonde de l'échantillon.
Les principales caractéristiques du MEB, qui sont aussi ses principaux avantages, sont une bonne résolution, de l'ordre du centième de micromètre, des grandissements possibles qui vont de 45 à 100 000 fois et la possibilité d'observer des échantillons massifs, de taille centimétrique avec une grande profondeur de champ qui restitue une impression de vision tridimensionnelle.
En fait l'image est formée par les électrons secondaires issus de la couche conductrice dont est préalablement recouvert l'échantillon et par les électrons rétrodiffusés. Les premiers révèlent les détails du relief et les autres apportent du contraste dû à la composition chimique de l'échantillon.

Le MEB permet donc d'observer des détails de la texture et de faire une description qualitative de la porosité. Toutefois, il faut encore pouvoir faire la différence avec les éventuels artefacts dus au prélèvement et à la préparation des échantillons observés.

Ses champs d'application se trouvent considérablement élargis quand on l'associe à un spectromètre à dispersion d'énergie (EDS). Cette association constitue alors un système de microanalyse assez complet.
Le fonctionnement de la sonde EDS est basé sur la spectrométrie des rayons X caractéristiques émis par un échantillon sous l'effet d'un faisceau incident d'électrons.

L'EDS permet de faire une microanalyse élémentaire à partir d'un spectre d'énergie produit par un échantillon et donc, par extension, d'aider à l'identification des minéraux en présence.

3.1.2 La préparation des échantillons

Les échantillons qui sont observés au MEB et à la sonde EDS ont un volume d'environ 1 cm^3. Avant de les observer, il faut procéder à leur dessiccation par lyophilisation. Cette méthode permet de mieux préserver la texture en évitant les phénomènes de rétraction qui sont susceptibles de se produire lors du séchage à l'air ou à l'étuve du fait de l'apparition d'efforts capillaires (Delage et Pellerin, 1984).
La lyophilisation consiste à évacuer l'eau d'un matériau rocheux en passant de l'état liquide à l'état gazeux par l'intermédiaire de l'état solide. Elle est réalisée avec un lyophilisateur (Compact Flexi-dry) selon une procédure en deux étapes :

- trempe du matériau rocheux dans du fréon liquide maintenu à sa température de congélation par de l'azote liquide ;
- sublimation de la glace sous vide, la vapeur d'eau étant cristallisée dans un piège intermédiaire.

Les matériaux rocheux étant isolants, pour pouvoir les observer, il faut ensuite rendre leur surface conductrice en la métallisant. Cette opération qui consiste à déposer une pellicule d'une trentaine d'Angström d'épaisseur d'un alliage d'or-palladium par évaporation dans le vide revêt en fait un double rôle. D'une part elle permet l'écoulement des charges dues au faisceau incident d'électrons permettant ainsi la formation d'une image de bonne qualité et d'autre part, les éléments lourds qui constituent l'alliage conducteur offrent une meilleure résolution que les éléments légers qui entrent, le plus souvent, dans la composition minérale de l'échantillon rocheux qui est observé.

3.2 La diffractométrie des rayons X

3.2.1 Le principe

La diffractométrie des rayons X est basée sur la loi de Bragg. Un faisceau incident de rayons X de longueur d'onde λ, tombant sur un système réticulaire d'espacement d sous un angle θ, est diffracté sous un angle 2θ si la condition de Bragg est satisfaite :

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

Dans cette relation n est un nombre entier appelé l'ordre de la diffraction.
Une des applications de ce principe est réalisée à travers la méthode des poudres qui fournit une liste de couples de distance réticulaire d_m et d'intensité correspondante I_m qui sont caractéristiques d'une espèce minérale.
Le diffractomètre utilisé a une source de rayon X à anticathode de cuivre émettant un rayonnement filtré $Cu\text{-}K_\alpha$ de longueur d'onde $\lambda = 1{,}5405$ Å.

Le dépouillement des spectres de rayon X est fait manuellement au moyen du fichier du JCPDS (Joint Committe on Powder Diffraction Standard) selon la méthode des trois raies. Il est largement facilité par le fait qu'on a préalablement une idée sur la nature des minéraux susceptibles d'être présents. On s'attache cependant à faire un dépouillement complet en indexant tous les pics de diffraction.

3.2.2 La préparation des échantillons

Les échantillons étudiés sont séchés à l'étuve, puis ils sont broyés finement en poudre avec un mortier. La poudre est ensuite agglomérée par pressage sur une lame avec une surface légèrement rugueuse qui désoriente les grains et assure ainsi une répartition spatiale statistique des plans.

3.3 Le volumètre à mercure et le pycnomètre à hélium

3.3.1 Principes

Le principe du volumètre à mercure repose sur la mesure de la poussée d'Archimède s'exerçant sur un échantillon immergé dans le mercure qui est un liquide non mouillant.
Le pycnomètre à hélium (Accu Pyc 1330 de Micromeritics) repose sur le principe de la mesure de la variation isotherme de la pression d'un gaz parfait, en l'occurrence l'hélium, dans un volume calibré.

Leur utilisation conjointe avec, en plus, une balance de précision et une étuve, permet d'avoir accès aux caractéristiques pétrophysiques macroscopiques du matériau rocheux suivantes :

$$w = \frac{M_H - M_S}{M_S}$$

$$\rho_h = \frac{M_H}{V} \qquad \rho_s = \frac{M_S}{V_S} \qquad \rho_d = \frac{M_S}{V} = \frac{\rho_h}{1+w}$$

$$n = \frac{V_v}{V} = 1 - \frac{\rho_d}{\rho_s} \qquad S_r = \frac{V_w}{V_v} = \frac{\rho_h - (1-n)\rho_s}{n\rho_w}$$

où :

- w est la teneur en eau pondérale ;
- ρ_h, ρ_s, ρ_d sont respectivement les masses volumiques humide, du squelette solide et sèche ;
- M_H et M_S sont respectivement les masses humide et sèche ;
- V, V_S, V_v et V_w sont respectivement le volume total, du squelette solide, des vides et de l'eau ;
- n est la porosité totale ;
- S_r est le degré de saturation.

Les cinq premières formules ci-dessus sont indépendantes de S_r. Par contre leurs différents paramètres permettent théoriquement de le déterminer, avec la sixième formule, connaissant la masse volumique ρ_w de l'eau interstitielle.

3.3.2 Les préparations des échantillons

Les mesures au volumètre à mercure sont effectuées sur des échantillons à "l'état naturel" et permettent de déterminer le volume total V.
Les mesures au pycnomètre à hélium sont effectuées sur des échantillons desséchés à l'étuve à 105°C pendant plus de 24 heures. Elles permettent de déterminer le volume du squelette solide V_S.
La valeur de la porosité déduite des deux mesures précédentes est appelée porosité à l'hélium et est considérée comme étant représentative de la valeur de la porosité totale.

Il faut noter que dans les matériaux rocheux argileux, la température de 105°C conduit au départ de toute l'eau libre et d'une partie seulement de l'eau liée. Son choix se justifie surtout par le fait qu'elle est normalisée et par suite qu'elle permet de faire des comparaisons avec les résultats obtenus par d'autres laboratoires.

3.4 Les autres essais d'identification

La détermination de la teneur en carbonate est faite par calcimétrie selon la méthode de Dietrich-Frühing.
La porosimétrie au mercure et au BET ont été effectués selon les protocoles expérimentaux classiques.
Le porosimètre utilisé permet d'imposer une pression de mercure allant jusqu'à 200 MPa et les échantillons caractérisés sont préalablement lyophilisés.
Pour l'analyse au BET, les échantillons sont sous forme de morceaux ou sous forme de poudre. Ils sont dégazés pendant 18 heures à 80°C.

Il convient de préciser ici que tous les essais et les manipulations ont été entièrement réalisés par Karine Suzanne (1999) et moi au CGI.

4 LE PROTOCOLE EXPERIMENTAL

4.1 La préparation des lames épaisses

La préparation des lames épaisses est une suite d'opérations très délicates. Dans le cas des argilites cette difficulté est due aux deux raisons suivantes :

- leur très grande sensibilité à l'eau,
- leur tendance à se déliter du fait de leur faible résistance à la traction perpendiculairement au plan du litage.

Le processus le plus fréquent et le plus pratique dans le domaine du tronçonnage matérielographique est le tronçonnage sous eau. Il permet d'obtenir rapidement des surfaces *quasi* planes. L'eau joue un double rôle, la lubrification au contact de l'outil et de l'échantillon et le refroidissement.
Dans le cas des argilites, vu leur très grande sensibilité à l'eau, il n'est pas possible d'en utiliser lors de toutes les opérations de tronçonnage. En l'absence d'eau, le risque est donc d'endommager les échantillons par arrachement de grains et de provoquer leur échauffement excessif. Cela pourrait induire une variation importante de leur teneur en eau et de leur texture du fait de la création de microfissures de retrait, ce qui introduiraient un biais dans les observations futures.

Du fait de la tendance des argilites à se déliter, la majorité des lames épaisses ont été taillées dans le plan du litage.

La méthode retenue (Figure 25) consiste à découper d'abord dans le tronçon de carotte un petit cylindre d'environ 5 à 7 cm centimètres de hauteur, avec une grande scie mécanique. Le petit cylindre est ensuite découpé avec une tronçonneuse universelle de précision (Accutom de Struers) munie d'une meule diamantée de 0,8 mm d'épaisseur afin d'obtenir les lames épaisses.
Pour conserver le mieux possible la teneur en eau et la texture des argilites, il faut procéder rapidement et éviter l'échauffement de l'échantillon pendant les opérations de tronçonnage. Il faut pour cela trouver le meilleur compromis entre les paramètres suivants :

- la qualité de la coupe dont les paramètres sont la planéité et régularité de la surface ;
- le temps de coupe ;
- la vitesse de rotation de la meule ;
- la vitesse d'avancée du plateau supportant l'échantillon.

Les essais ont montré que ce compromis était atteint pour une vitesse de rotation de la meule maximale et une vitesse d'avancée du plateau supportant l'échantillon suffisamment lente de l'ordre de 0,05 $mm.s^{-1}$.

Une fois la lame épaisse taillée, elle reçoit un polissage de surface.
Dans les matériaux rocheux, l'aptitude au polissage dépend de la dureté de chaque minéral en présence, du contraste de dureté entre les divers minéraux en présence, de leurs proportions relatives, de la présence de discontinuités et de la granulométrie.
L'aptitude au polissage est d'autant plus grande que la dureté et le contraste de dureté des minéraux en présence sont faibles, que la texture est fine et qu'il y a peu de discontinuités (Poizat et Schroeder, 1994).

Les argilites de l'Est peuvent être assez facilement polies car elles sont constituées d'au moins 70% d'argiles et de carbonates, qui ont des duretés au plus égal à 4 sur l'échelle de Mohs, et ont une texture fine.
Les minéraux durs sont représentés par le quartz, les feldspaths et la pyrite qui sont respectivement de dureté 7, 6 et légèrement inférieure à 7 sur l'échelle de Mohs. Du point de vue de leurs proportions respectives, seul le quartz est présent en quantité relativement élevée, environ 25%. Toutefois, sa granulométrie étant fine, les éventuels déchaussements de grains de ce minéral n'ont pas semblés affecter la planéité et l'absence de rugosité des surfaces polies.

Cette opération est réalisée grâce à une polisseuse mécanique (Labopol-5 de Struers) utilisant une série de supports de polissage au carbure de silicium avec des grains de plus en plus fins.

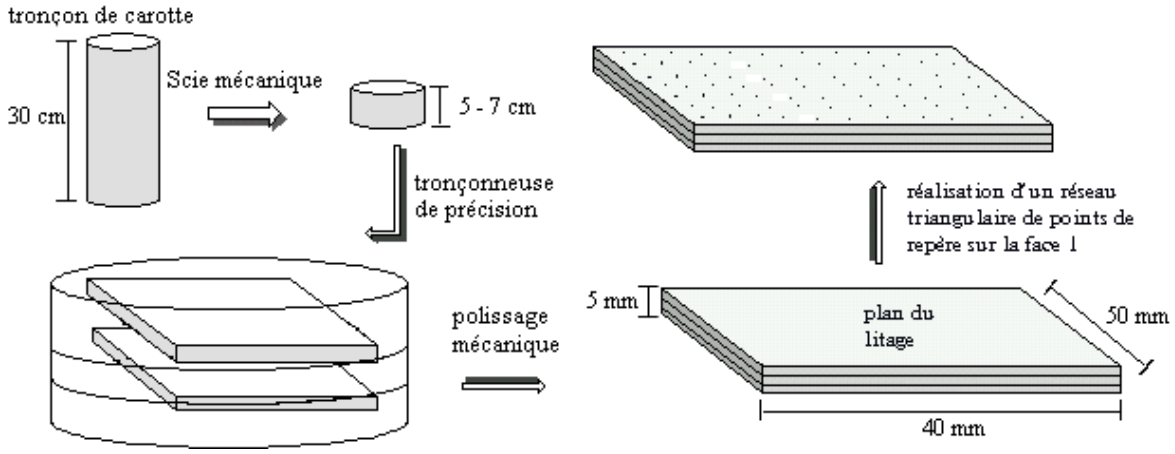


Figure 25 : Principe de confection des lames épaisses

Le polissage de la surface joue un double rôle. Il permet d'observer en détail la texture du matériau et de faire les photographies aux différentes échelles en réduisant les effets liés à la faible profondeur de champ des matériels optiques utilisés. De ce point de vue, l'état des surfaces polies est au départ des essais satisfaisant.
Il permet aussi de réduire, dans une certaine mesure, les frottements entre l'échantillon et les hublots de verre au cours de la déformation. Il faut donc qu'il soit particulièrement soigné.

On vérifie ensuite que les faces de la lame épaisse sont rigoureusement parallèles ou perpendiculaires entre elles et possèdent bien les dimensions voulues. On marque sur une des grandes faces de la lame épaisse, alors appelée face 1, le réseau triangulaire de points de repère destiné à être utilisé pour l'analyse d'image. On prend ensuite les macrophotographies et les microphotographies qui servent à en décrire l'état initial.

La lame est enfin placée dans la microcellule dont les vis sont serrées progressivement pour permettre une répartition homogène de la pression de confinement sur ses grandes faces.

4.2 Le déroulement général des essais

Après la caractérisation du matériau à l'état initial et la confection des lames épaisses, les essais en microcellule sont réalisés. A l'échelle macroscopique, on étudie leurs évolutions globales et les courbes de fluage. A l'échelle mésoscopique, on étudie l'évolution de certains éléments de la texture. Cette étude se base sur l'observation visuelle régulière et la prise de macrophotographies et de microphotographies. A l'échelle microscopique, c'est-à-dire au MEB, on étudie l'évolution de la texture, en particulier sous l'effet de l'altération, après l'arrêt de l'essai dans la microcellule.

Les observations nécessitent le retrait de la microcellule de l'étuve qui n'est pas placée dans la boîte de maintien de la température lors des prises de vue des macrophotographies et lors de la mesure de la déformation axiale. Au cours de cette opération relativement rapide, les déperditions thermiques sont assez bien compensées par la chaleur issue de l'éclairage et on vérifie que la variation de température autour de l'échantillon reste faible, de l'ordre de 1°C. De même, on fait l'hypothèse que l'état hydrique de la lame épaisse ne varie pas sensiblement sur ces courtes périodes de temps.

Pour la durée de l'observation au macroscope Wild, qui est de l'ordre de 1 heure, la microcellule est transférée dans la boîte de maintien de la température. La température reste ainsi constante et on fait encore l'hypothèse qu'il n'y a pas de variation sensible de l'état hydrique. Cela se justifie par le fait que, dans les argilites, les phénomènes de transfert hydrique sont lents et qu'une bonne partie de l'eau est liée.

Nous avons réalisé tous les essais sous une humidité relative en principe fixée à 100% afin de se rapprocher de l'état saturé qui correspond à l'état naturel des argilites de l'Est.

Les réglages de l'éclairage, les grossissements utilisés et la position des champs d'observation restent identiques d'une observation à l'autre. Cela confère aux observations une reproductibilité indispensable au caractère qualitatif et quantitatif de l'étude.

Avant tout incrémentation de la contrainte de compression, on mesure la déformation axiale et on observe la lame au macroscope Wild pour évaluer son état. On fait aussi les prises de vues générales et de détails de la texture avec des films de diapositives pour lumière artificielle et de sensibilité 160 ISO.
La mesure du déplacement de la plaque coulissante de transmission de la contrainte de compression axiale est relevée au minimum une fois par jour.

Les observations et analyses réalisées après la rupture portent sur des morceaux de la lame épaisse et consistent à rechercher l'apparition de textures secondaires et à déterminer la porosité en comparant avec l'état initial.

4.3 Les limites du dispositif expérimental

Comme tout dispositif expérimental, la microcellule CGI possède certaines limites qui sont essentiellement dues à sa versatilité qui permet de réaliser un essai mécanique et une observation visuelle simultanée.

4.3.1 Le nombre d'essais

Vu l'ensemble des manipulations nécessaires pour faire un essai, il est difficile d'en conduire plus de deux de front. De plus, chacun des essais dure plusieurs dizaines de jours, cela explique le nombre limité d'essais ayant pu être réalisés au cours de cette thèse.

4.3.2 La nature des contraintes

Malgré la modélisation effectuée au paragraphe 2.4, on possède peu d'informations précises sur la nature des contraintes qui se développent dans une lame épaisse au cours d'un essai.
Dans les essais triaxiaux cette information est déduite de la mesure des pressions interstitielles aux extrémités du cylindre de matériau rocheux.
Dans la microcellule, le plus court chemin de drainage est égal à 2,5 mm et le plus long est égal à 20 mm. On peut supposer que ces dimensions réduites assurent les conditions pour que la dissipation d'un gradient de pression interstitielle résultant d'un faible incrément de contrainte se fasse pour des durées de l'ordre de quelques heures. Dans la suite on considèrera que le choix des lois incrémentales appropriées permet de réaliser des essais drainés. Dans ce type d'essai il n'y a pas de pression de pore et les contraintes totales sont égales aux contraintes effectives.

4.3.3 L'incertitude sur la déformation axiale

Lors des précédentes études réalisées sur le sel gemme, le système de mesure des déplacements axiaux était constitué par deux réglets, l'un fixe solidaire de la microcellule et l'autre solidaire de la plaque coulissante de transmission de l'effort de compression. La précision de la mesure qui était de ±0,1 mm était alors suffisante du fait de la grande ductilité des échantillons. Les déformations axiales mesurées pouvaient en effet être supérieures à 20%.

On a cherché à améliorer le système de mesure. A l'image de la méthode utilisée dans les essais triaxiaux, l'idée d'utiliser des jauges d'extensométrie a été avancée. Cette idée a toutefois été rapidement abandonnée pour une première raison évidente liée au principe même de l'essai qui est d'observer la surface des lames épaisses au cours de leur déformation. Les autres raisons sont liées aux dimensions réduites des lames épaisses et au problème de leur frettage.
L'idée d'adapter un capteur électrique n'a pas non plus été retenue du fait que lors de l'essai, la microcellule est très souvent déplacée entre l'enceinte environnementale, le statif de macrophotographie et le macroscope Wild. De ce fait, il est *quasi* impossible de conserver le capteur dans sa position initiale. De plus il aurait fallu des capteurs capables de fonctionner sous des températures et degrés hygrométriques élevés.

Finalement, il a donc été décidé de mesurer l'avancée de la plaque coulissante, qui transmet l'effort de compression axial, en utilisant un pied à coulisse (norme XP E 11-091).
Ce système de mesure simple a l'inconvénient d'avoir une incertitude plus élevée. Cette incertitude sur la mesure de la déformation axiale dépend de la précision du pied à coulisse et de la valeur de la plus grande dimension des lames épaisses.

La mesure du déplacement se fait en prenant appui sur le bâti de la microcellule. On considère la déformation de la microcellule et celle de la plaque comme nulles car le matériau constitutif est de l'acier inoxydable austénitique avec un module d'élasticité égale à 210 GPa. Cette valeur paraît suffisamment grande devant les modules d'élasticité des matériaux rocheux testés.
On considère que la précision de la mesure est égale à celle de l'instrument de mesure qui est ±0,02 mm. On s'en assure en la répétant systématiquement trois fois et on note :

- l la longueur de la lame épaisse à l'état initial ;
- l_0 l'abscisse de la plaque avant le début de la mise sous contrainte de la lame épaisse ;
- l_i l'abscisse de la plaque le jour i.

$$\Delta l = l_i - l_0$$

L'incertitude absolue sur cette différence étant : $\Delta(\Delta l) = \pm 0{,}04$ mm
La déformation de la lame épaisse le jour i s'écrit :

$$\varepsilon(\%) = \frac{\Delta l}{l} \times 100$$

La différence d'ordre de grandeur entre Δl et l étant supérieure à trois, on néglige donc l'influence de l'erreur sur la longueur initiale de la lame épaisse l sur sa déformation. On considère toujours que $l = 50$ mm.
L'incertitude absolue sur la détermination de la déformation axiale s'écrit alors :

$$\Delta\varepsilon(\%) = \frac{\Delta(\Delta l)}{l} \times 100 = 0{,}08\%$$

Au regard de cette valeur, on déduit qu'il est très difficile de mesurer des déplacements sur les lames épaisses d'argilites, supposées avoir un comportement élastique linéaire, pour des contraintes inférieures à 5 MPa. De même, il est illusoire de faire une interprétation de la déformation en terme de vitesse. Seule une interprétation en terme de niveaux de déformation pour des contraintes suffisamment élevées reste pertinente.
D'autre part, la microcellule n'étant pas asservie, on est réduit à faire correspondre arbitrairement le point de rupture des lames épaisses à 1% de la déformation axiale. Le

raccourcissement final mesuré après la rupture est, en général, bien supérieur à 2% mais il est, en partie, dû aux mouvements relatifs des morceaux des lames épaisses rompues.

4.3.4 L'imposition de l'humidité relative

Tous les essais sont réalisés sous un degré hygrométrique élevé. Dans l'idéal il est fixé à 100% pour maintenir le plus possible un état saturé et réaliser les essais avec des succions faibles voire nulles, ce qui correspond à l'état naturel du matériau *in-situ*. Vu la taille réduite des lames épaisses, on peut penser qu'au bout d'un temps assez réduit, de l'ordre d'une dizaine de jours, la désaturation liée à la préparation des lames épaisses est compensée et que le degré de saturation est alors proche de 100%.

Dans les faits, il reste que le degré hygrométrique a difficilement été maintenu à 100% pour trois raisons principales :

- Au-dessus de 90% on se rapproche de la limite supérieure des conditions de fonctionnement normale de l'enceinte environnementale ;
- le fonctionnement du montage psychrométrique de l'enceinte environnementale est directement affecté par l'entartrage progressif de la mèche de la sonde humide qui a lieu au cours du temps lors de la marche de l'enceinte ;
- la fermeture de la porte de l'enceinte est légèrement gênée par les tuyaux d'alimentation hydraulique des microcellules, ce qui génère des fuites d'air humide.

4.3.5 La qualité des photographies

La qualité des diapositives à l'échelle des lames épaisses et à l'échelle de leur texture est largement tributaire de celle du polissage. Ce dernier qui est initialement satisfaisant se dégrade pendant l'essai du fait de l'hydratation des particules d'argile à la surface des échantillons et de la formation de produits d'altération.

4.3.6 La sensibilité de l'analyse d'images

Il est nécessaire de bien connaître la sensibilité d'un ensemble de paramètres pour évaluer la qualité de l'analyse d'images. Il s'agit en particulier :

- des paramètres de réglage de l'appareil photographique et de la mise au point ;
- des paramètres de l'acquisition numérique.

Un test a consisté à faire une série de 13 diapositives sur une plage de papier millimétré, l'appareil photographique, la qualité du film diapositif, l'éclairage, la vitesse d'obturation et l'ouverture du diaphragme étant identiques aux conditions des essais.

Le test du numériseur a été réalisé pour évaluer les erreurs qui sont susceptibles de se produire au moment de l'acquisition des diapositives. Il a consisté à numériser trois fois chacune des 13 diapositives, les 39 acquisitions ayant été faites en conservant identiques tous les réglages du numériseur.

Après la numérisation, les moyennes des longueurs et des largeurs correspondants aux trois séries des 13 images sont égales à un pixel près. Il y a, cependant, des différences sur les valeurs maximales des longueurs et des largeurs ainsi que sur les écarts-types. Ces derniers peuvent varier du simple au double d'une série à l'autre.
Au regard du besoin de précision de notre application, ces différences ne sont pas négligeables. Toutefois l'examen attentif des images numériques montre que ces erreurs sont pour l'essentiel dues au recadrage automatique au moment de l'acquisition et il est possible de les éliminer, en grande partie, en faisant un recadrage manuel précis de chaque image.

La série de 13 diapositives a été réalisée en introduisant volontairement un déréglage des conditions optimales de prise de vue pour certaines pour simuler une mauvaise manipulation. 5 prises de vue sont ainsi faites avec les paramètres de mise au point correctement ajustés et les 8 autres avec une erreur de réglage volontaire, les autres paramètres restant correctement ajustés.
Les déréglages ont été effectués en imposant une erreur sur la hauteur de prise de vue, une erreur sur la parallaxe et une erreur sur le grossissement. De plus on a testé l'influence de la présence du hublot en verre servant de fenêtre d'observation des grandes faces ainsi qu'au frettage des lames épaisses.

Après l'acquisition des diapositives et un recadrage manuel précis sur une plage du papier millimétré représentant une longueur réelle de 5 cm et une largeur réelle de 4 cm, il ressort que :

- les erreurs grossières, celles que nous avons volontairement introduites, peuvent fortement compromettre la qualité du résultat ;
- la comparaison des dimensions en pixels des images obtenues à partir des différentes prises de vue avec une mise au point correcte montre que des différences persistent.

Il s'avère donc que même si par une manipulation aussi soigneuse que possible, on réduit les incertitudes, on ne peut prétendre les éliminer totalement. Elles restent au maximum égal à 0,5% de la longueur initiale des lames épaisses. Concrètement, cette valeur signifie que pour mettre en évidence une variation de longueur par cette méthode, il faut que celle-ci soit au moins supérieure à 0,25 mm pour une longueur initiale des lames épaisses de 50 mm. Cela signifie aussi que l'on ne pourra obtenir aucune information sur la déformation latérale des lames épaisses.

La sensibilité de cette méthode d'étude par analyse d'image est donc assez faible. Au regard des propriétés du matériau rocheux qu'on étudie et de la taille des lames épaisses, il semble bien qu'il sera impossible de mettre en évidence des déformations élastiques ou même, l'amorce des phénomènes de localisation.

Cette sensibilité pourrait toutefois être largement améliorée en augmentant la taille des images caractéristiques qui est de 512 x 512 pixels à 1024 x 1024 pixels mais il en résulterait un alourdissement conséquent de sa mise en œuvre et de l'analyse d'images.

5 CONCLUSION

L'observation visuelle de la texture et de la structure d'un échantillon de matériau rocheux au cours d'un essai mécanique est une approche originale mise en œuvre dans l'essai en microcellule CGI.

Cette approche s'était avérée concluante dans les études effectuées au CGI sur le comportement d'échantillons de roches salifères soumis à diverses sollicitations thermohydromécaniques.

L'utilisation de ce dispositif pour d'autres types de matériaux rocheux est possible et peut se faire conjointement avec d'autres moyens expérimentaux.
Toutefois, compte tenu des limites propres à la microcellule CGI et aux méthodes d'observations et d'analyse d'images utilisées, il faut retenir que les essais ne peuvent permettre de mesurer des paramètres mécaniques pouvant entrer dans un modèle phénoménologique.

CHAPITRE 3 : DEFORMATION MACROSCOPIQUE DES LAMES EPAISSES D'ARGILITES DE L'EST

1 INTRODUCTION

Le but de ce chapitre est de présenter la mise en œuvre et la première partie des résultats de l'étude expérimentale effectuée.
Après la présentation et la caractérisation des échantillons nous présenterons les résultats à l'échelle macroscopique d'une dizaine d'essais regroupés en quatre groupes distincts selon les conditions de chargement.

2 PRESENTATION ET CARACTERISATION DES ECHANTILLONS

2.1 Présentation échantillons

L'ANDRA a fourni au CGI deux tronçons de carottes provenant du forage EST 103 réalisé en décembre 1995 au droit du site retenu pour l'implantation du laboratoire de recherche. Ce sondage carotté a été foré sur une longueur de 526 m et à son niveau, le toit de la formation argileuse du Callovo-Oxfordien se situe à la profondeur de 422 m.
Un des tronçons a été prélevé à 23 m sous le toit de cette formation, soit à 445 mètres de profondeur, et l'autre à 58 m du toit, soit au milieu de la formation, à 480 mètres de profondeur (Tableau 3).

Ces tronçons mesurant 300 mm de longueur et 80 mm de diamètre sont conditionnés dans des cellules de type " T1 "où ils sont remis sous contraintes. Les contraintes axiale et radiale sont respectivement appliquées par l'intermédiaire d'une vis de contrainte et par un moulage du tronçon de carotte par du ciment expansif à l'intérieur d'un tube en PVC.
Ce système permet d'assurer un faible confinement de 0,03 MPa, une faible contrainte axiale de 0,7 MPa et une bonne conservation de leur teneur en eau.

Forage	Num. éch.	Date	Code	Numéro cellule	Cote du toit (m)	Cote du mur (m)	Appellation retenue
EST	404	14-12-95	GTE	T1 247	444,74	445,04	Ech. *du toit*
103	1024	17-12-95	GTA	T1 267	480,65	480,95	Ech. *du milieu*

Tableau 3 : Références, origines et appellation des échantillons de carottes

Après leur ouverture les tronçons sont conservés à l'intérieur de leur manchon en plastique d'origine sous une cloche et à l'abri de la chaleur. On assure ainsi de faibles déperditions d'eau. Au toucher les deux échantillons de carottes semblent légèrement humides.

2.2 Appellation des échantillons

Dans toute la suite du document, on appellera échantillon ***"du toit"*** l'échantillon N° 404 et échantillon***"du milieu"*** l'échantillon N° 1024.

Cette appellation fait référence aux niveaux des prélèvements des tronçons de carotte dans la formation argileuse du Callovo-Oxfordien. Elle est particulièrement imprécise dans le cas de l'échantillons N° 404 mais elle a l'avantage d'être commode.

2.3 Caractérisation pétrophysique des échantillons à l'état initial

2.3.1 Densités et teneurs en eau

		Echantillon *du toit*		Echantillon *du milieu*	
Densité humide	ρ_h/ρ_w	2,38	(± 0,01)	2,37	(± 0,01)
Teneur en eau pondérale	[%]	5,4	(± 0,7)	7,2	(± 0,2)
Densité sèche (calculée)	ρ_d/ρ_w	2,26		2,21	
Densité du squelette solide	ρ_s/ρ_w	2,69	(± 0,09)	2,70	(± 0,09)

Tableau 4 : Résultats des essais d'identification à l'ouverture des carottes

Ces caractéristiques (Tableau 4) montrent une certaine homogénéité des masses volumiques humide et du squelette solide entre les deux tronçons de carotte. Elles sont en accord avec les valeurs déjà publiées pour les argilites de l'Est sur des échantillons issus d'autres forages de l'ANDRA.

La teneur en eau pondérale et par suite la densité sèche varient sensiblement entre les deux tronçons de carotte. Cette variation va dans le sens de précédents résultats ayant montré une augmentation de la teneur en eau jusqu'à une profondeur au toit de 70 m à partir de laquelle la tendance s'inverse (Chiarelli, 2000).
Cela est très probablement à rapporter à la teneur en minéraux argileux et à leur affinité pour l'eau.

En utilisant les valeurs de la porosité à l'hélium (Tableau 5) et en supposant que la densité de l'eau interstitielle est égale à 1, on trouve que le degré de saturation de l'échantillon *du toit* est de 75% et celui de l'échantillon *du milieu* de 85%. D'après ce calcul, il apparaît que les échantillons ne seraient pas saturés alors que dans leur état naturel, les argilites de l'Est sont généralement considérées comme étant saturées ou très proches de la saturation (Gasc-Barbier, 1999).
Si on fait abstraction de la méthode de mesure de la porosité, on est amené à conclure qu'il y a eu des déperditions d'eau interstitielle peut-être dues à la durée du stockage des tronçons de carotte avant leur ouverture ou bien alors il faudrait considérer que la densité de l'eau interstitielle est supérieur à 1.

2.3.2 Minéralogie

L'étude de la minéralogie a été effectuée par diffractométrie des rayons X sur des échantillons de roche totale, par des observations au macroscope Wild, par des observations et des analyses au MEB et à la sonde EDS et par calcimétrie selon la méthode de Dietrich-Frühing.
Toutes les analyses et les observations ont été réalisées sur plusieurs échantillons *du toit* et *du milieu* prélevés à différents niveaux des tronçons de carottes.

2.3.2.1 Les minéraux argileux

On identifie une phase argileuse représentée par des illites et de la muscovite ($d_{001} \approx 10$ Å) dans les échantillons *du toit*.
Dans les échantillons *du milieu*, la phase argileuse est représentée par des smectites identifiées par la présence d'une raie étalée entre 6 et 7 degrés ($d_{001} \approx 14$ Å), des illites et de la muscovite ($d_{001} \approx 10$ Å), des chlorites ($d_{002} \approx 7{,}10$ Å) et/ou de la kaolinite ($d_{001} \approx 7{,}10$ Å) (Figure 26).

Sans pour autant faire une analyse quantitative mais en se basant sur le fait que le rapport d'intensité des raies des constituants dépend des rapports de leur concentration, la comparaison des diffractogrammes permet de déduire que les échantillons *du toit* sont moins argileux. Tous les pics se rapportant à la phase argileuse sont relativement plus grands dans les échantillons *du milieu*.

L'observation des lames épaisses au macroscope Wild permet de suspecter la présence de glauconite. Notons qu'il s'agit là d'un minéral argileux d'origine marine qui se trouve généralement sous forme de grains millimétriques où il est associé aux smectites.

D'autres études plus fines de la phase argileuse ont montré qu'elle comprend des interstratifiés sous la forme d'illite-smectite riches en smectites. (Trouiller et Lebon, 1999, Chiarelli, 2000)

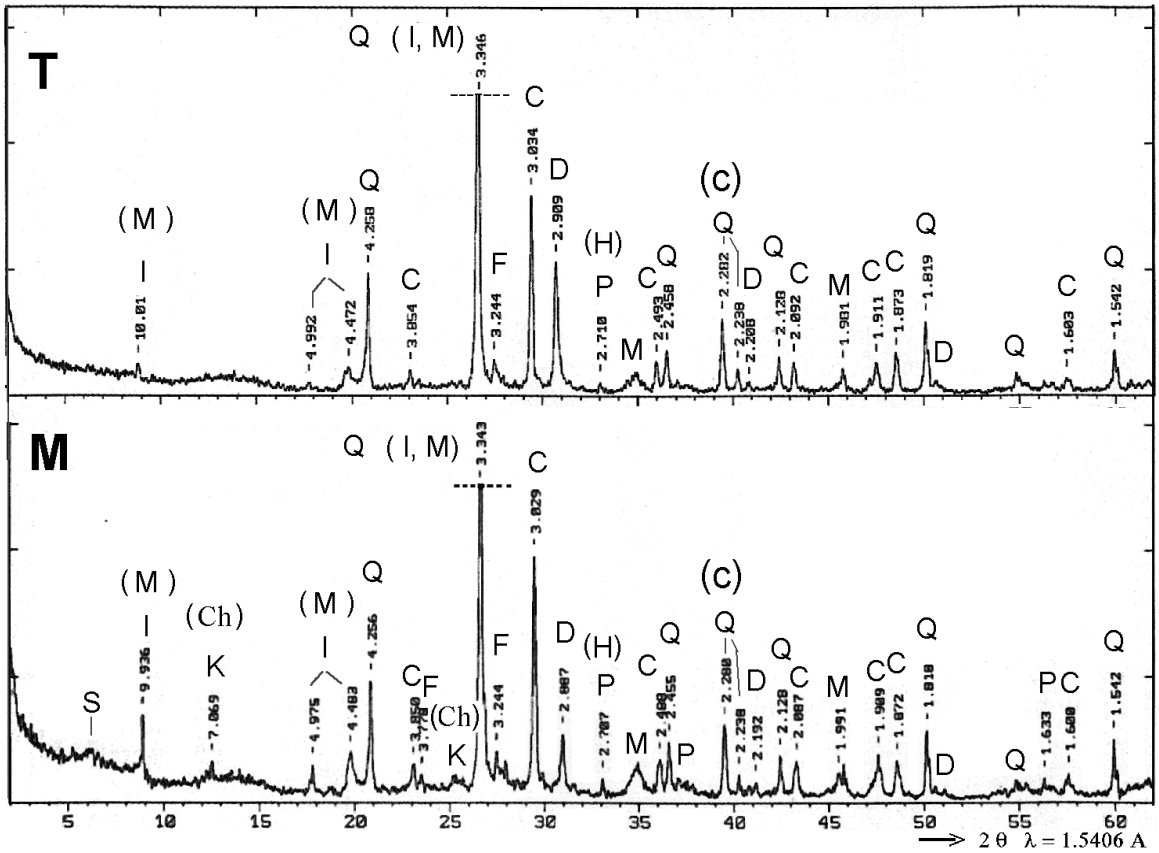


*Figure 26 : Diffractogrammes d'échantillons d'argilites du toit **T** et du milieu **M** S : smectite, I : illite ; M : muscovite ; K : kaolinite ; Ch : chlorite ; Q : quartz ; C : calcite ; D : dolomite ; F: feldspath ; P : pyrite, H : hématite ; (x) pics superposés*

2.3.2.2 Les minéraux non argileux

Les diffractogrammes des rayons X montrent que la phase non argileuse est constituée de quartz, de calcite, de dolomite, de feldspaths, de pyrite et peut-être de traces d'hématite (Figure 26).

La teneur en quartz diminue légèrement avec la profondeur, ce qui est conforme à ce que l'on attend du point de vue de la sédimentologie puisque la teneur en argile augmente.

Le test à l'acide à froid est positif sur les deux échantillons et les diffractogrammes des rayons X montrent qu'il y a nettement plus de dolomite dans ceux *du toit*.
La calcimétrie selon la méthode de Dietrich-Frühing montre qu'il n'y pas de tendance nette quant à la variation de la teneur en carbonates entre les deux échantillons. La teneur pondérale en carbonate mesurée est de 22,5% au toit de la formation et 22,8% au milieu de la formation.

La pyrite est identifiée par ses trois principaux pics ($d_m \approx 1{,}63$ Å, 2,71 Å, 2,43 Å) sur les échantillons *du milieu* et il apparaît qu'il y en a relativement moins dans les échantillons *du toit*.
La quantité globale présente dans les argilites du Callovo-Oxfordien de l'Est de la France n'a jamais été précisément déterminée mais elle est estimée à une valeur de l'ordre de 1% (Trouiller et Lebon, 1999). On en fait une estimation quantitative simple et rapide en comparant les macrophotographies et les microphotographies des lames épaisses à une charte visuelle (Figure 27). Cette observation est bien sûr biaisée car elle dépend de la texture de la pyrite. Elle ne prend en compte que les plages cristallines qui sont visibles à l'échelle d'observation.

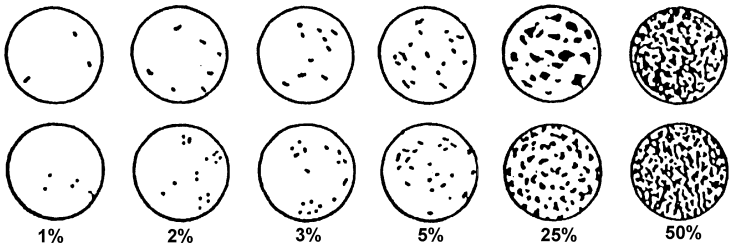


Figure 27 : Charte visuelle de quantification d'une phase dans un matériau biphasé (partiellement repris d'après Baccelle et Bosellini, 1965, in Flugel, 1982)

Selon cette méthode simple, les échantillons *du toit* semblent contenir moins de 1% de pyrite et ceux *du milieu* semblent en contenir entre 1 et 2%.

La présence d'hématite est bien moins certaine que celle de la pyrite. Sur les diffractogrammes de rayons X, on ne peut que suspecter sa présence à partir d'un seul pic ($d_m \approx 2{,}69$ Å) ce qui pourrait expliquer que le deuxième pic de la pyrite ($d_m \approx 2{,}71$ Å) a une intensité relativement élevée et est très légèrement déplacé vers les grands angles.

L'observation au MEB et à la sonde EDS a en plus montré des traces de quelques minéraux lourds. Du rutile d'origine détritique a notamment été identifié (Figure 32 E, F).

2.3.3 Structure

Le forage carotté étant vertical, on en déduit, au vu de la géologie du site présentée au chapitre précédent, qu'il est *quasi* perpendiculaire au pendage des strates et donc au litage des argilites.
Après l'ouverture des carottes, le confinement n'est plus assuré et il est normal que l'on observe un léger développement de fissures de décompression ou de relaxation selon le litage.

En particulier, il faut noter qu'à l'ouverture, le tronçon de carotte *du milieu* s'est divisé en trois cylindres d'environ 10 cm de longueur chacun. Cette différence de résistance à la traction selon le litage traduit une certaine différence de structure entre les deux échantillons.

2.3.4 Texture

2.3.4.1 Caractérisation de la porosité

Les valeurs des porosités à l'hélium et au mercure sont données dans le Tableau 5. La porosité à l'hélium est calculée à partir des résultats du Tableau 4.

La distribution des pores telles qu'on peut l'appréhender à partir de la porosimétrie au mercure est semblable pour les échantillons *du toit* et *du milieu*. Les rayons d'accès mis en évidence par la méthode des dérivées sont pour l'essentiel centrés autour de 0,025 µm et dans une moindre mesure autour de 0,1 µm.

L'essai BET montre aussi des résultats qui sont homogènes pour tous les échantillons *du toit* et pour tous les échantillons *du milieu*.
Les isothermes d'adsorption sont caractéristiques d'un matériau possédant une microporosité lamellaire et la constante BET indique que les pores accessibles sont surtout liées aux minéraux argileux.

Dans les deux échantillons la microporosité est caractérisée par un rayon d'accès moyen de 0,0017 µm mais contrairement à l'analyse de la porosité au mercure et conformément aux résultats de la porosité à l'hélium, l'analyse au BET montre des différences significatives entre les volumes poreux accessibles des deux échantillons. Il est de 40 $mm^3.g^{-1}$ dans l'échantillon *du milieu* contre 30 $mm^3.g^{-1}$ dans l'échantillon *du toit*. Pour un rayon d'accès des pores inférieur 0,001 µm, il est de 3 $mm^3.g^{-1}$ dans l'échantillon *du milieu* contre 1 $mm^3.g^{-1}$ dans l'échantillon *du toit*.

La surface spécifique BET des échantillons *du milieu*, de l'ordre de 30 $m^2.g^{-1}$ est nettement plus grande que celle des échantillons *du toit*, qui est de l'ordre de 19 $m^2.g^{-1}$, ce qui confirme à nouveau que les premiers sont plus argileux que les seconds.

Ces résultats permettent de faire une lecture plus pertinente du Tableau 5. Les différences entre les échantillons *du milieu* et les échantillons *du toit* s'expliquent essentiellement par une microporosité plus importante dans les premiers que les seconds. Cette microporosité est à mettre en relation avec la teneur en minéraux argileux et probablement avec la recristallisation des carbonates.

La comparaison de ces résultats avec ceux obtenus sur les argilites de Tournemire datées du Toarcien semble montrer que ces dernières ont subi une compaction plus importante que les argilites de l'Est (Suzanne, 1999).

		Echantillon *du toit*		Echantillon *du milieu*	
Porosité à l'hélium	$n(\%)$	15,98		18,15	
Porosité au mercure	$n_{Hg}(\%)$	12	(±1)	12	(±1)
Rayons d'accès principal	(µm)	0,025		0,025	
n_{Hg}/n	(%)	75		66	
Surface spécifique BET	($m^2.g^{-1}$)	19	(±1)	31,5	(±0,5)

Tableau 5 : Caractéristiques porosimétriques

2.3.4.2 Vocabulaire : grain, agrégat, glomérule, matrice, fissure, fracture

Dans l'ensemble du texte le terme de grain a été ou sera employé pour désigner selon le contexte, un élément monominéral ayant une seule orientation cristalline ou bien un élément de petite taille faisant partie de la roche.

Dans les roches sédimentaires, un agrégat désigne une masse formée par la coalescence de grains ou de particules. Le terme de glomérule sera pris comme synonyme de petit agrégat.

Dans une roche présentant des éléments de grande taille, la matrice désigne la partie qui englobe ces derniers et qui peut-être composée d'éléments plus petits ou d'une masse indifférenciée.

Dans toute la suite du document, les termes de fissure, de microfissure ou de fissure de retrait désigneront une surface de séparation d'étendue limitée ne traversant pas tout le volume considéré, en l'occurrence la lame épaisse.

Le terme de fracture désignera une surface de séparation sans adhésion très étendue et partageant le volume considérée, en l'occurrence la lame épaisse, en plusieurs morceaux.

2.3.4.3 Observation à l'œil nu

Le Tableau 6 précise les l'origine et la cote des lames épaisses taillées puis observées à l'œil nu et au macroscope Wild.

Toit	Cotes (m)	*Milieu*	Cotes (m)
L1, L2	444,74 → 444,79	L3', L3'' L3	480,72 → 480,76
L4	444,79 → 444,85	L5	480,76 → 480,81
L6	444,85 → 444,90	L7	480,81 → 480,87
L8	444,90 → 445	L9	480,87 → 480,92

Tableau 6 : Cotes des lames épaisses taillées

L'observation à l'œil nu dans le plan du litage montre que la texture des échantillons *du toit* est d'aspect plutôt isotrope et que sur le plan de la granulométrie, ils apparaissent plus silteux que ceux *du milieu*. On distingue parfois la présence d'agrégats millimétriques de carbonate.
Dans le plan du litage, la texture des échantillons *du milieu* n'est pas isotrope. Elle est caractérisée par la présence courante de glomérules de carbonate et de pyrite sous forme d'amas qui sont parfois assez importants, 1 à plus de 5 mm de plus grande longueur. Elles sont reconnaissables lors de la préparation des lames épaisses par le léger reflet métallique qu'elles rendent à la lumière ou par leur couleur légèrement ocre qui tranche sur le gris des minéraux de la matrice argileuse. Après le polissage des lames épaisses, ces glomérules peuvent devenir très brillants.

La coloration ocre observable autour de certains glomérules pyritisés montre qu'ils sont un peu altérés. Cela pourrait indiquer la présence de voies de circulation d'eau préférentielles dans les argilites (Bouchet et Rassineux, 1998).

2.3.4.4 Observation au macroscope Wild

Au plus fort grossissement du macroscope Wild qui est de 64, on distingue une texture constituée par des clastes moulés dans une matrice argileuse et la différence de granulométrie des échantillons *du toit* et *du milieu* se confirme. Les premiers apparaissent nettement plus silteux que les seconds (Figure 28).
Du fait de la granulométrie très fine, ces clastes sont très rarement reconnaissables à cette échelle et par cette technique d'observation. Il est parfois possible d'isoler des carbonates lorsqu'ils sont représentés par des tests de taille pouvant être supérieure au dixième de millimètre, en particulier sur les échantillons *du toit* (Figure 28 A, B).

Dans les échantillons *du toit* et *du milieu*, on remarque des inclusions isolées de couleur verte pouvant correspondre à la glauconie.

A cette échelle d'observation, des glomérules pyritisés sont aussi visibles sur les échantillons *du toit*. Certains d'entre eux présentent une certaine altération (Figure 28 C). On observe aussi des grains de pyrite disséminés dans la matrice argileuse.

Sur toutes les lames épaisses taillées dans le plan du litage, la porosité n'est pas exprimée à cette échelle d'observation. Par contre on observe très clairement sur la lame épaisse taillée dans la direction de l'axe de la carotte dans l'argilite *du toit* une porosité de fissure qui empreinte les plans du litage (Figure 28 E).

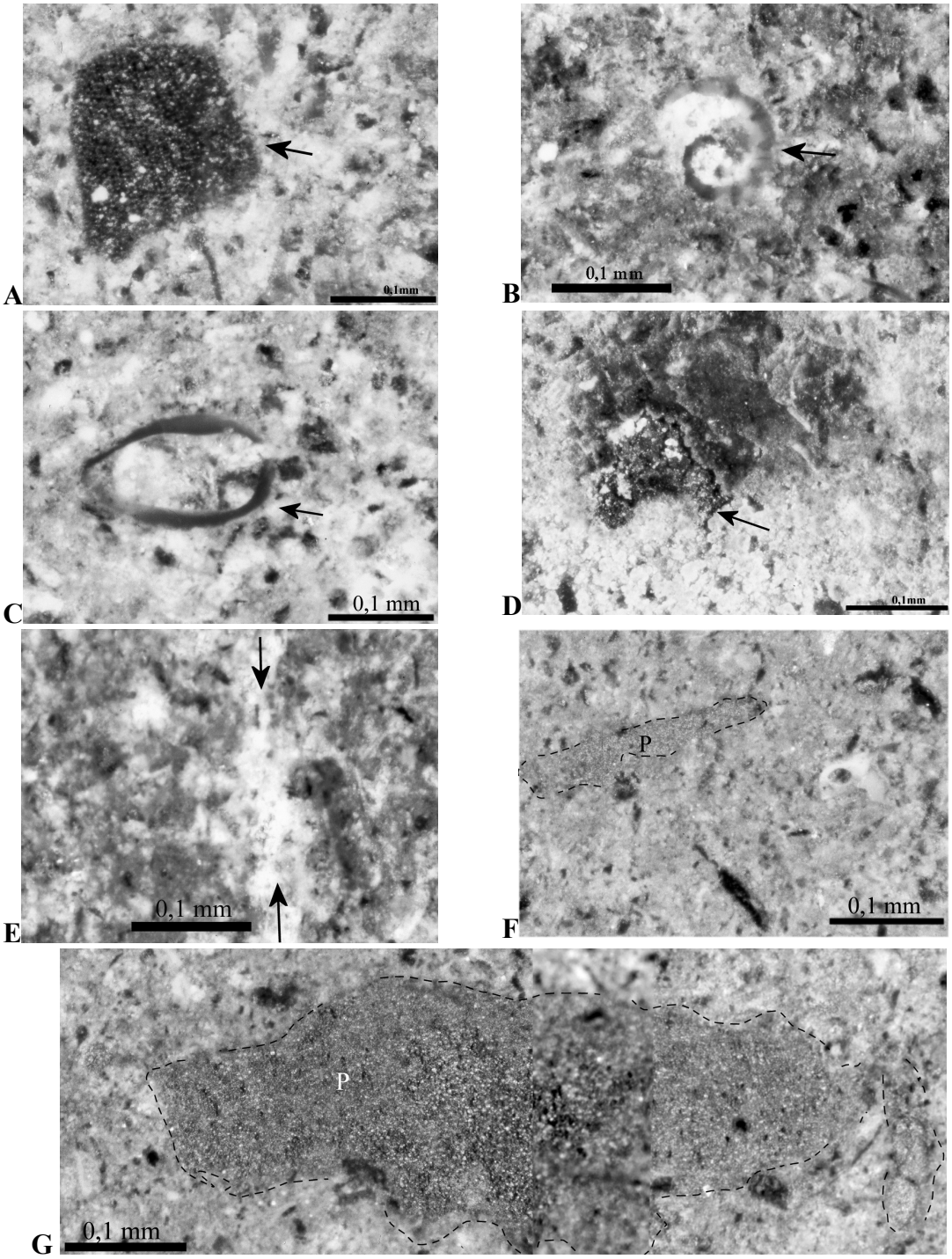


*Figure 28 : Microphotographies de la texture de l'argilite du toit **A)** Test d'échinidé moulé dans la matrice argileuse sur L2 **B)** Tests de gastéropode sur L4 et **C)** Test de lamellibranche sur L6 **D)** glomérule pyritisé altéré sur L4 **E)** Porosité de fissure empruntant les plans du litage sur L8. Microphotographies de la texture de l'argilite du milieu **F, G)** Deux tailles de glomérules pyritisés respectivement sur L7 et sur L5*

2.3.4.5 Observation au MEB et analyses à la sonde EDS

Les observations au MEB et les analyses à la sonde EDS ont été réalisées sur des échantillons " intacts " de moins de 1 cm^3 préalablement lyophilisés pour mieux conserver leur texture. Leur observation se fait dans le sens du litage et parallèlement au sens du litage.

Du fait de la taille des échantillons observés et contrairement à l'observation au macroscope Wild, il est difficile d'établir une différence entre ceux *du toit* et ceux *du milieu*. Cela s'explique encore par le fait que les grains qui sont visibles au macroscope sont constitués par des minéraux non argileux qui ont une dureté plus élevée et par suite sont découverts par le polissage des lames épaisses. Au MEB, les grains de minéraux durs restent recouverts par les minéraux argileux de grande tailles et il apparaît simplement que la texture des échantillons *du toit* semble plus compacte que la texture des échantillons *du milieu*.

La matrice est constituée par des particules argileuses que l'on peut considérer être de grande taille au regard des valeurs données par les différentes classifications granulométriques. Leur taille est souvent supérieure à 10 µm et elles sont en assemblage flexueux. Des grains et des agrégats de minéraux non argileux, pouvant être de taille largement supérieure à 50 µm, sont bien moulés dans la matrice (Figure 29 C, D, Figure 30 A, B, C, D).

Sur les échantillons prélevés perpendiculairement au plan du litage, on observe que ce dernier est matérialisé par l'orientation des particules argileuses et de plaquettes de muscovite de taille assez grande. On distingue certains plans qui présentent un écartement plus important des particules argileuses et des minéraux non argileux qui sont arrangés entre les lits. On observe aussi des plages où le parallélisme des particules avec le litage disparaît (Figure 29 A, B, Figure 30 E, F).

Cette texture est donc caractérisée par une porosité de pore lamellaire principalement localisée entre les agrégats de particules argileuses et plus ponctuellement au contact des grains. Cette caractéristique est particulièrement importante vis-à-vis du comportement hydromécanique.

Hormis les plans du litage, on ne visualise pas de porosité de fissure sur les échantillons, la pertinence de cette remarque étant toutefois à ramener à la taille des échantillons observés et à la difficulté déjà signalée par d'autres études de mettre en évidence une éventuelle microfissuration de ces matériaux.

Même si la résistance structurale des argilites a été montrée (Heitz, 1999), il ne semble pas exister de liaisons intercristallines entre les minéraux non argileux et les particules argileuses. Ces liaisons ne sont tout au moins pas visibles au MEB. Cette caractéristique de la texture est particulièrement importante vis-à-vis des propriétés thermohydromécaniques en général (Le Roux, 1972, Huppert, 1988).

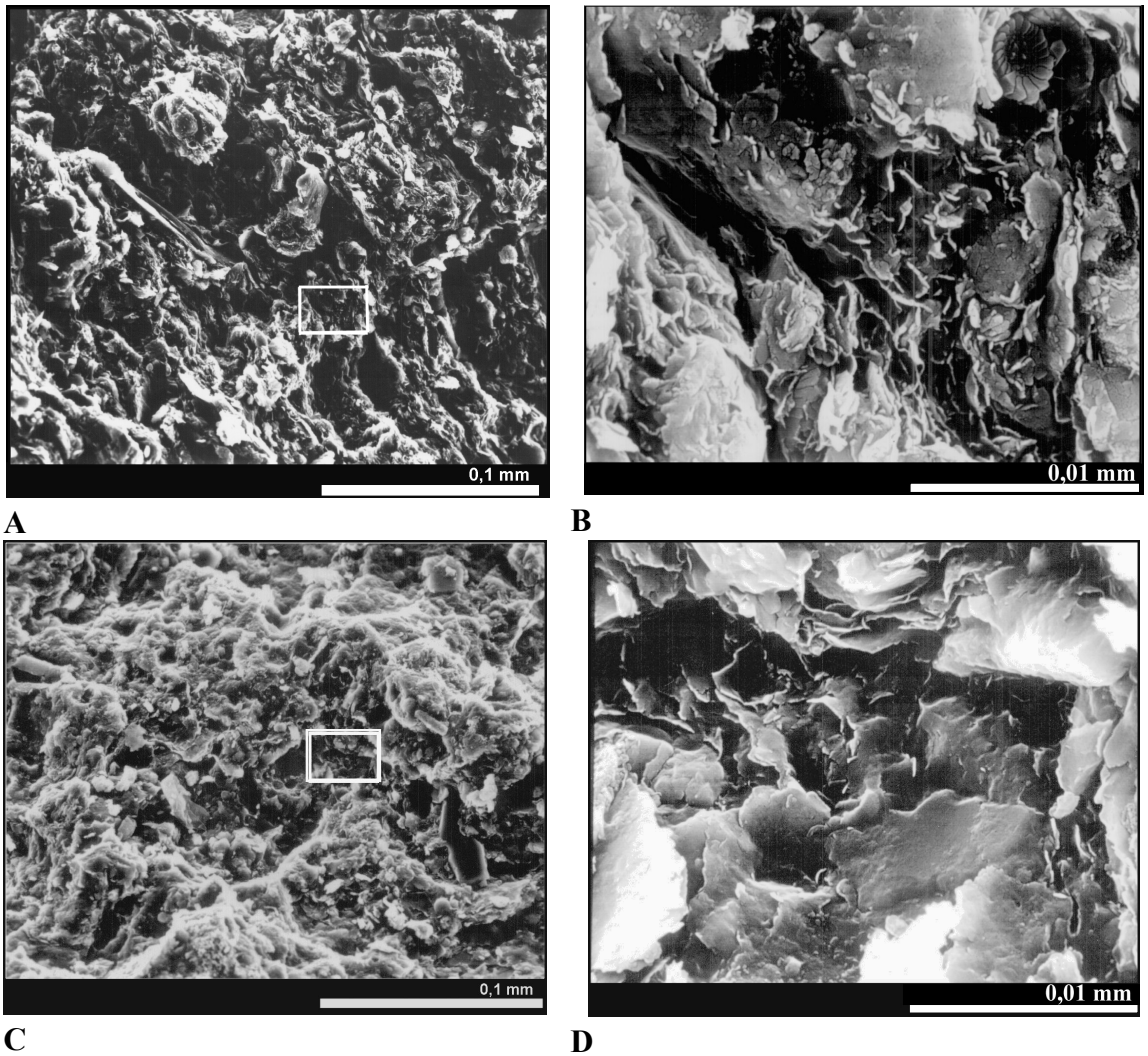


Figure 29 : Observation au MEB de la microtexture de l'argilite du milieu. ***A)*** *Vue perpendiculairement au plan du litage* ***B)*** *Détail de la vue A : porosité lamellaire et arrangement argile-calcite (coccolithe)* ***C)*** *Vue parallèlement au plan du litage* ***D)*** *Détail de la vue C : minéraux argileux de grande taille ≈ 100 μm*

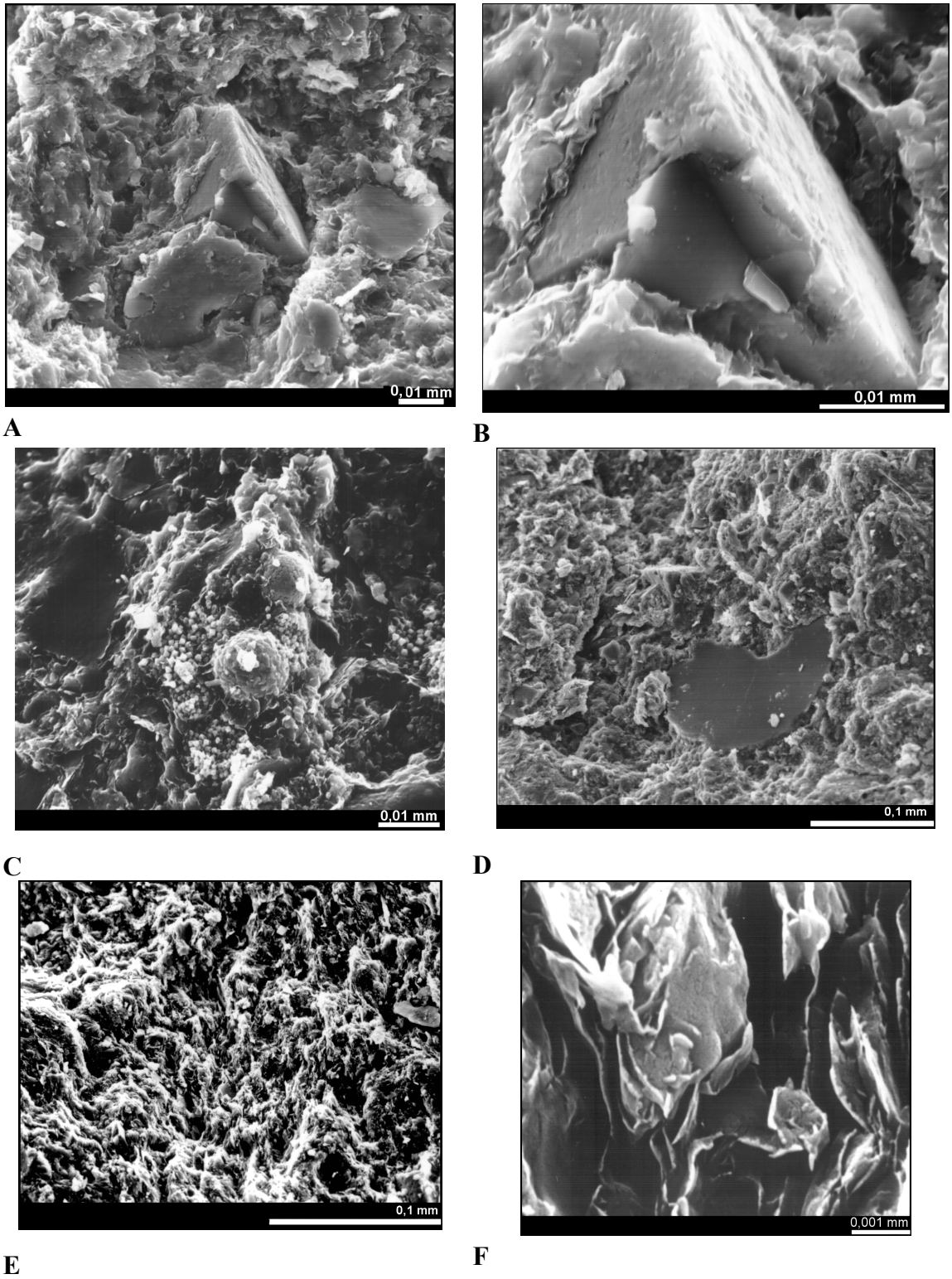


*Figure 30 : Observation au MEB de la microtexture de l'argilite du toit **A)** Grain de calcite enrobé dans une matrice argileuse **B)** Détail de la vue A **C)** Glomérule pyritisé moulé dans la matrice argileuse **D)** Gros grain aplati (micas?) soulignant le litage **E)** Vue perpendiculairement au litage **F)** Détail de la vue E : porosité lamellaire et arrangement argile-calcite (cf. Figure 13, Chap. 1)*

Parmi les minéraux non argileux, le quartz est présent sous forme de grains roulés avec des golfes de corrosion. Il reste difficilement identifiable au MEB car il est le plus souvent recouvert par les minéraux argileux.

Il en est de même pour les feldspaths qui sont plus rares et apparaissent très altérées.

Les carbonates sont exprimés sous différentes formes (Figure 31 A, B, C, D ; Figure 32, A, B) :

- cristaux automorphes rhomboédriques de calcite pouvant représenter des fragments de test d'échinodermes, ces rhomboèdres sont isolés à l'intérieur de la matrice argileuse ;
- micrite ;
- cristaux prismatiques de calcite à l'intérieur des coquilles fossiles ;
- cocolithes.

L'analyse à la sonde EDS n'apporte aucune information particulière sur les dolomites car le magnésium est un élément trop léger pour être facilement détecté.

Les glomérules pyritisés, sont essentiellement constitués par de la pyrite épigénisant des tests d'organismes fossiles ayant une enveloppe calcifiée. Ils sont bien visibles dans le plan du litage et sont constitués par (Figure 31 E, F ; Figure 32 C, D) :

- l'accolement de plusieurs framboïdes de pyrite, dont chacune a une taille moyenne inférieure à 10 µm, constitués eux-mêmes par une multitude de petits cristaux cubooctaédriques de taille moyenne inférieure à 1 µm appartenant à la même classe granulométrique et séparés par des interstices légèrement plus petits ;
- des cristaux cubooctaédriques, plus ou moins parfaits, de dimensions plus grandes,
- de pyritoèdres ;
- et aussi de cristaux de pyrite de dimension très variable entre 0,1 et 5 µm qui sont dispersés de manière aléatoire dans la matrice argileuse.

De même on identifie des traces de minéraux lourds d'origine détritique. C'est le cas par exemple d'un grain de rutile *(TiO_2)* (Figure 32 E, F).

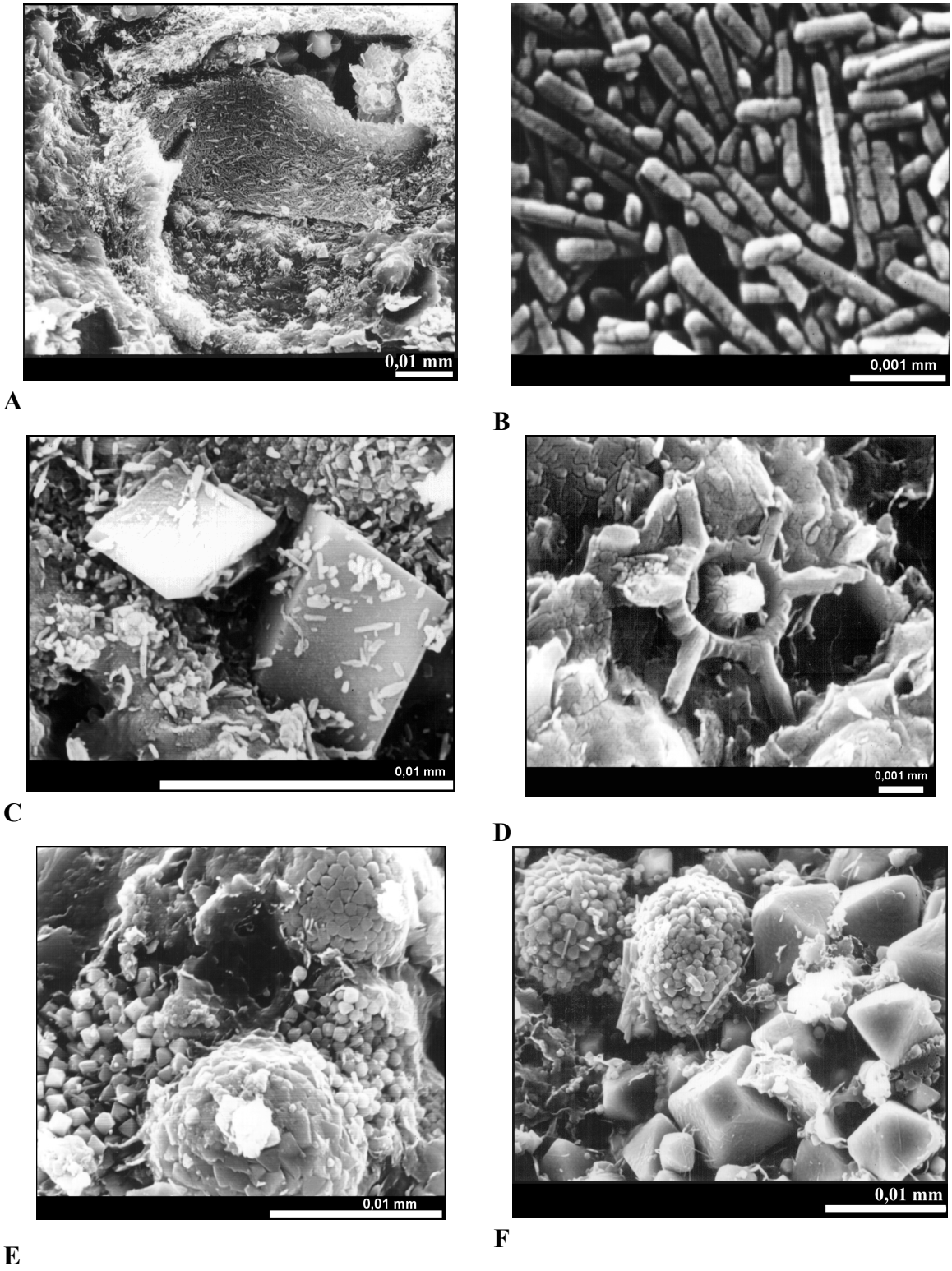


*Figure 31 : Observation au MEB de la microtexture de l'argilite du toit dans le plan du litage **A)** Prismes de calcite constituant l'enveloppe d'un bioclaste **B)** Détail de la vue A **C)** Calcite rhomboédrique et sous forme de micrite **D)** Coccolithe **E, F)** Pyrite sous forme framboïdale, de cristaux cubooctaédriques et d'octaèdres. Sur la vue F on distingue les signes (aiguilles de goethite ou de gypse) d'un début d'altération.*

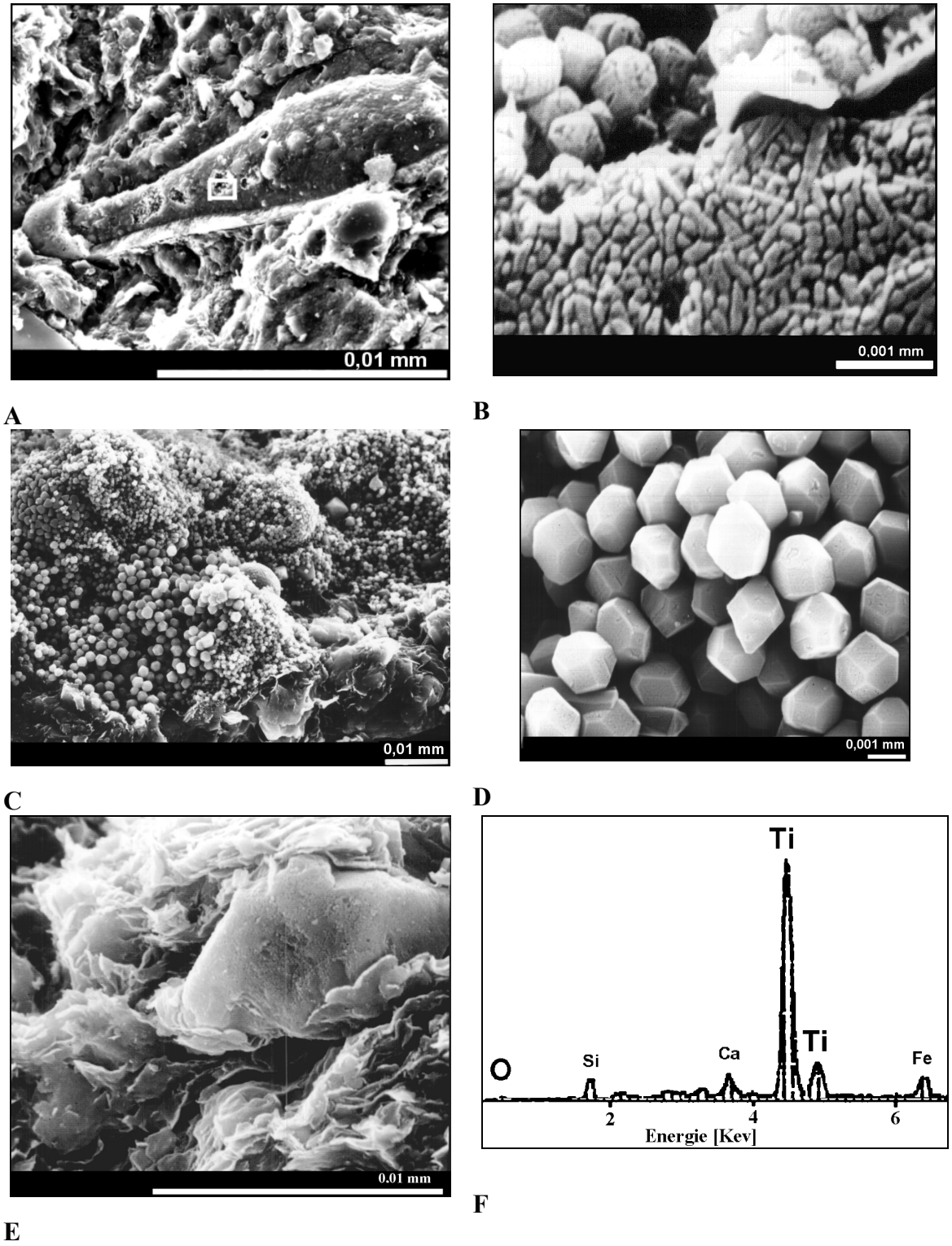


*Figure 32 : Observation au MEB de la microtexture de l'argilite du milieu **A)** Pyrite à l'intérieur d'un bioclaste **B)** Détail de la vue A : prismes de calcite constituant l'enveloppe du bioclaste et pentagonododécaèdres de pyrite **C)** Grand glomérule de pyrite framboïdale et sous forme de pentagonododécaèdres **D)** Détail de la vue C **E)** Grain de rutile détritique **F)** Diagramme EDS correspondant à la vue E*

3 LES ESSAIS EN MICROCELLULE

Une dizaine d'essais en microcellule CGI ont été réalisés. Le Tableau 6 donne les cotes des différentes lames épaisses. Les essais sont regroupés en quatre groupes distincts selon les conditions de chargement prévues (Tableau 7). Les détails seront précisés pour chaque groupe plus loin dans le texte.

Groupes d'essais	Lames épaisses *du Toit*	*du Milieu*	Paliers de contrainte de compression (MPa)	Paliers de température (°C)	Humidité relative (%)
1	L1, L2	L3	5 ; 10 ; 20	40	> 90
2	L4	L5	12	40 ; 80	> 90
3	L6	L7	8 ; 12	40 ; 60 ; 80	> 90
4	L8	L9	12	40	> 90

Tableau 7 : Récapitulatif sommaire des conditions des essais effectués

3.1 Premier groupe d'essais

Le premier groupe d'essais est réalisé sur les lames épaisses L1 et L2 d'argilite *du toit* et sur la lame épaisse L3 d'argilite *du milieu*, les trois étant taillées dans le plan du litage.

3.1.1 Chargement

Le chargement mécanique (Figure 34) consiste en trois paliers de contrainte successifs, 5, 10 et 20 MPa, maintenus durant 20 jours chacun. Pour aboutir à chaque palier, la contrainte est incrémentée de façon suffisamment lente pour permettre le drainage et sa redistribution progressive dans toute la lame épaisse. Ces incréments de contrainte suivent une progression géométrique journalière de raison 2 jusqu'à 5 MPa avec une vitesse de montée en contrainte d'environ 0,01 MPa.s^{-1} puis de même jusqu'à 10 MPa :

$$\sigma_x(t) = \frac{2^t}{10}$$

où :

- $\sigma_x(t)$ est la contrainte appliquée sur la lame épaisse en MPa ;
- t est le temps en jours.

Au-delà du palier à 10 MPa puis du palier à 20 MPa, on adopte, avec la même vitesse de montée en contrainte une progression arithmétique journalière de raison 1 tenant compte du fait que l'on se rapproche de la résistance à la compression simple des argilites de l'Est :

La température est fixée à 40°C. Cette valeur est supérieure à celle qui est attendue dans la couche du Callovo-Oxfordien à une profondeur moyenne de 490 m. En tenant compte d'un gradient géothermique moyen de 3°C pour 100 m de profondeur et d'une température moyenne en surface de 15°C, la température initiale *in-situ* serait voisine de 30°C.

3.1.2 Lame épaisse L1 d'argilite *du toit*

3.1.2.1 Etat initial de la texture

Il existe une fissuration macroscopique comblée sur la lame épaisse L1 (Figure 35).
Une hypothèse sur son origine diagénétique a été initialement émise (Wright et Le Cléac'h, 1999) mais elle n'a pu être ensuite vérifiée car cette fissuration ne s'est plus retrouvée sur les autres lames épaisses. Il pourrait donc plutôt s'agir des traces de la perturbation de l'extrémité du tronçon liée à son découpage et à son conditionnement.

Il faut aussi souligner qu'il est difficile d'identifier complètement une fissure à partir de sa trace. Sur les grandes faces des lames épaisses, celles qui apparaissent comme telles peuvent correspondre simplement à la trace d'un plan de litage légèrement oblique à la surface de la lame (Figure 33).
Rappelons en effet que les observations au MEB ont montré des plages où le parallélisme des particules argileuses avec le litage disparaît.

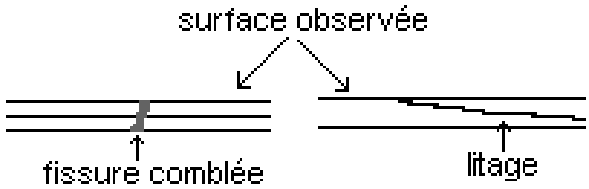


Figure 33 : Deux situations pouvant être interprétées lors de l'observation comme une fissure à la surface d'une lame épaisse

3.1.2.2 Description de la déformation

Entre le début de l'essai et la fin du premier palier de contrainte de 5 MPa (Figure 34), la déformation axiale de la lame épaisse L1 reste inférieure à la précision de la mesure.
Entre 5 MPa et 20 MPa, on mesure une déformation axiale sans observer toutefois de développement de la fissuration préexistante.
Pendant la durée des paliers de contrainte de 10 MPa et de 20 MPa, on relève des déformations par fluage respectivement de 0,16 % et 0,08%. La différence de valeur reste toutefois du même ordre que l'incertitude de la mesure.
Entre les différents paliers de contrainte, la déformation axiale est globalement proportionnelle à l'augmentation de la contrainte de compression et une évolution de la fissuration préexistante est observée au début du palier de contrainte de 20 MPa.
A la fin du palier de 20 MPa, après 93 jours d'essai, le taux de déformation axiale est de 0,6%.

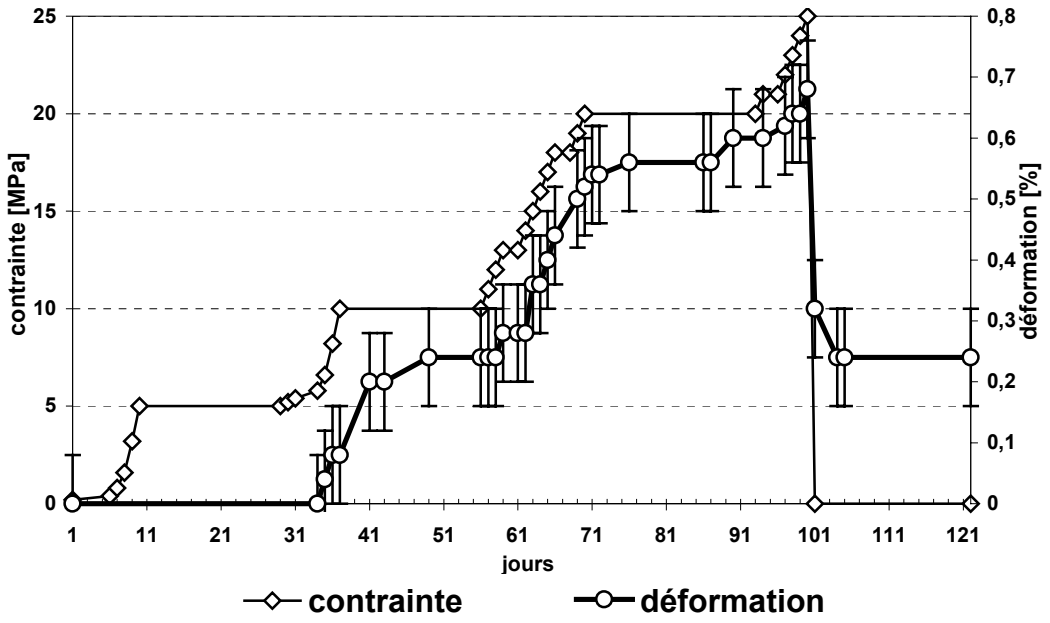


Figure 34 : Courbes de chargement et de déformation de la lame épaisse L1 d'argilite du toit (pour une meilleure lisibilité, tous les points de mesure ne sont pas reportés sur la courbe de déformation)

L'essai sur L1 a été arrêté alors que la contrainte axiale était de 25 MPa, à cause d'une chute de pression résultant d'une fuite d'huile ce qui s'est traduit par un phénomène de recouvrance. La déformation permanente mesurée vaut 0,24%

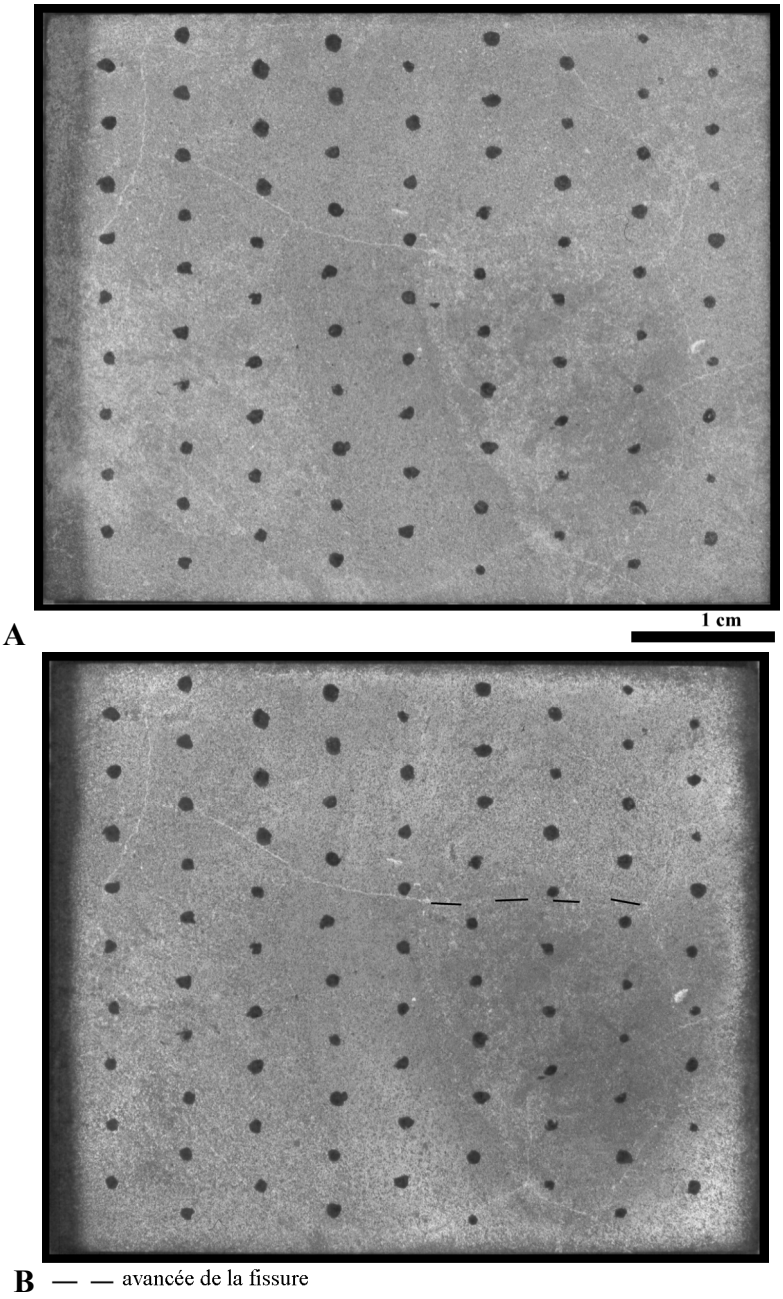


*Figure 35 : Macrophotographies de la face 1 de la lame épaisse L1 d'argilite du toit **A)** Etat initial **B)** Etat après 100 jours d'essai, la contrainte axiale de compression étant à 25 MPa*

Le comportement de la lame épaisse L1 doit très probablement être mis en relation avec le conditionnement du tronçon de carotte. Il est possible que le piston de la vis de contrainte qui transmet la contrainte axiale dans les cellules "T1" crée des surcontraintes qui entraînent localement un écrouissage du matériau rocheux.

3.1.3 Lame épaisse L2 d'argilite *du toit*

3.1.3.1 Etat initial de la texture

La lame épaisse L2 d'argilite *du toit* ne présente pas de fissuration. On observe près d'un coin un agrégat plurimillimétrique constitué de calcite et de pyrite (Figure 37).

3.1.3.2 Description de la déformation

Entre le début de l'essai et la fin du premier palier de contrainte à 5 MPa (Figure 36) la lame épaisse L2 se déforme brusquement en deux phases. Les déplacements mesurés sont supérieurs à l'incertitude de la mesure et la déformation axiale atteint 0,44 %. Parallèlement à cela on observe l'apparition d'une microfissure à partir de l'agrégat mentionné précédemment. Après le palier de contrainte de 5 MPa, on observe que la déformation de la lame épaisse L2 est plus progressive, ce qui conduit à relier les déformations survenues au début de l'essai à l'ouverture de la microfissure sur l'agrégat.

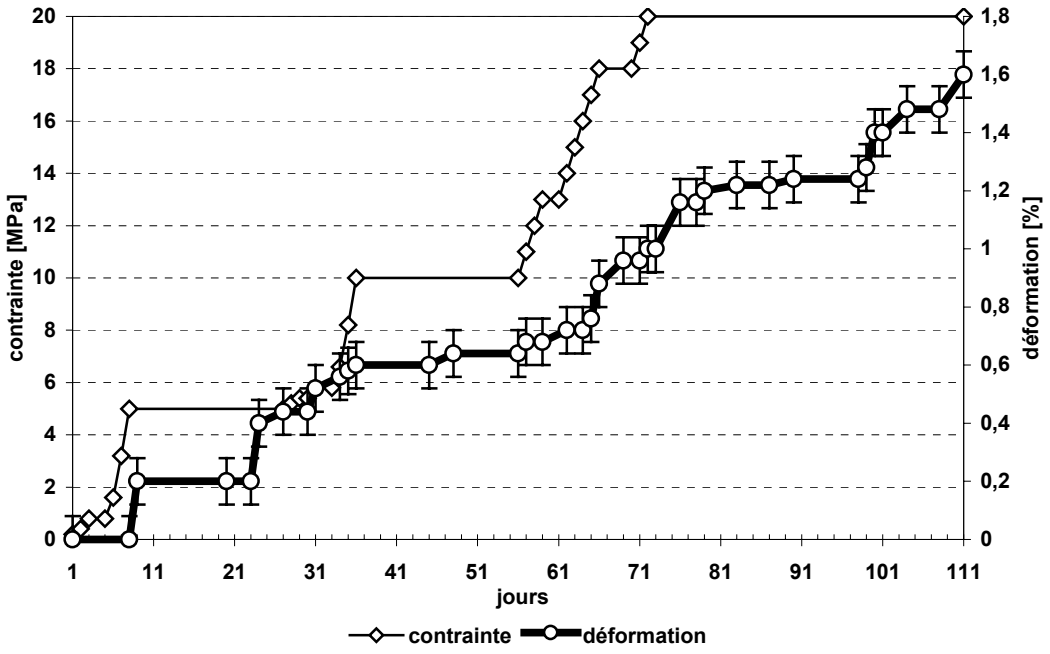


Figure 36 : Courbes de chargement et de déformation de la lame épaisse L2 d'argilite du toit

Pendant le palier de contrainte de 10 MPa, la déformation par fluage de L2 est faible, 0,04%, ce qui reste inférieur à la précision de la mesure.

Au palier de contrainte de 20 MPa la déformation par fluage s'avère plus importante, la contrainte n'a donc pas été incrémentée. Après 90 jours d'essai, le taux de déformation axiale est de 1,24 % soit plus du double de la déformation de L1 au même stade de l'essai. La rupture totale de la lame est survenue après 111 jours d'essai du fait de la formation d'une fracture de cisaillement.

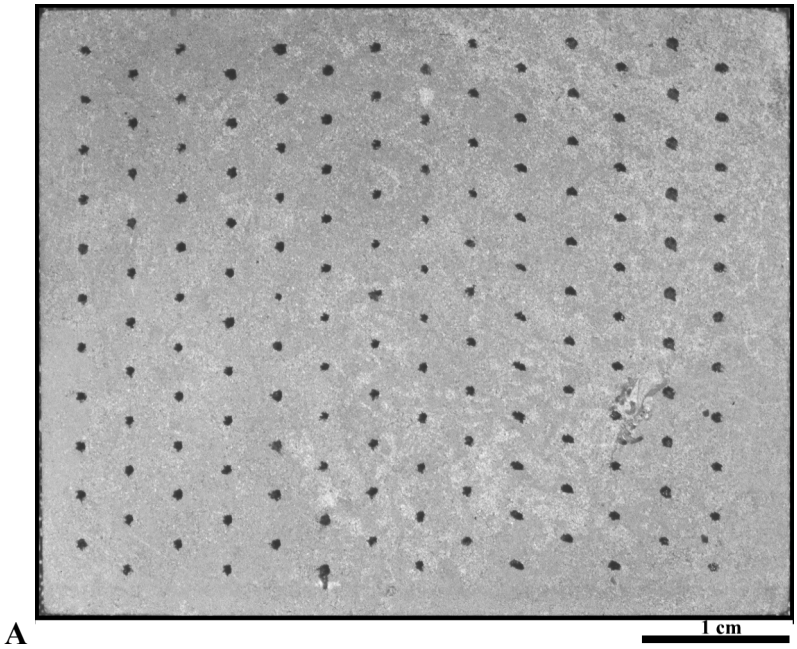


*Figure 37 : Macrophotographies de la face 1 de la lame épaisse L2 d'argilite du toit **A)** Etat initial **B)** Etat à la rupture après 111 jours d'essai. A : glomérule pyritisé altéré; O : origine de la fracture de cisaillement; Fr : fracture*

3.1.4 Lame épaisse L3 d'argilite *du milieu*

3.1.4.1 Etat initial de la texture

La texture de la lame épaisse L3 est caractérisée par la présence de glomérules pyritisés non altérés (Figure 39).

3.1.4.2 Description de la déformation

Comme sur les deux précédentes lames épaisses, on ne mesure pas de déplacement avant 5 MPa (Figure 38) puis il y a une déformation par fluage de 0,2 % au début de ce palier. On observe parallèlement des signes d'altération des glomérules pyritisés qui prennent une coloration jaunâtre.

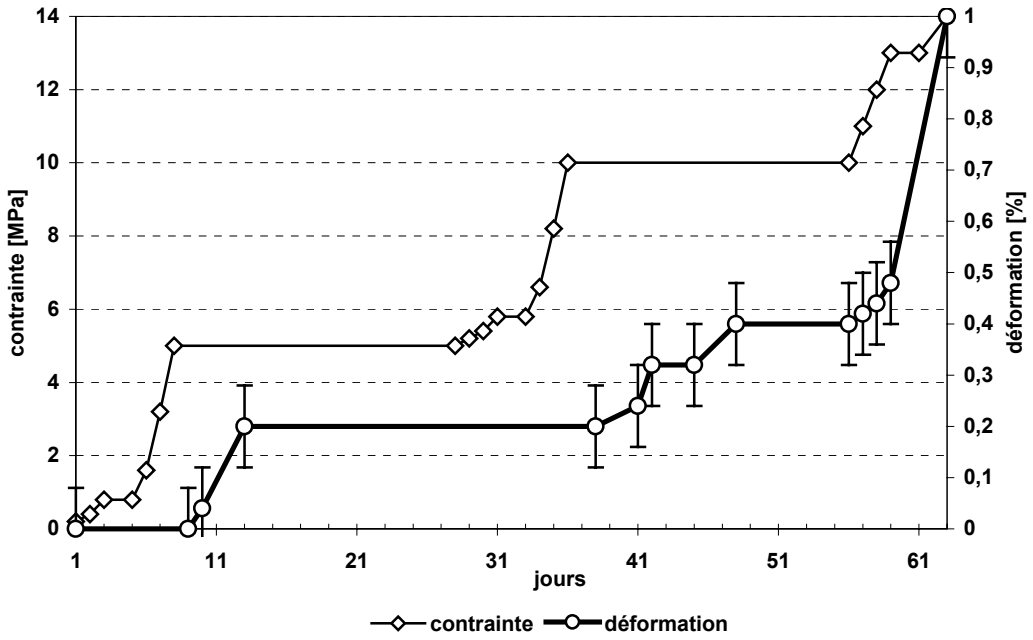


Figure 38 : Courbes de chargement et de déformation de la lame épaisse L3 d'argilite du milieu

On ne relève pas de déformation mesurable pendant l'incrémentation de la contrainte de 5 MPa à 10 MPa. Cette observation qui ne peut pas être interprétée en faisant l'hypothèse que la lame épaisse L3 est particulièrement rigide, semblerait indiquer qu'il y a probablement eu un dysfonctionnement du système de génération de la pression.

On relève une déformation par fluage de 0,2% au cours de la première moitié du palier de contrainte de 10 MPa. Au-delà, la déformation augmente avec la contrainte axiale avec une pente assez forte entre et la rupture est survient à 14 MPa après 62 jours d'essai du fait de la formation d'une fracture de cisaillement et d'une fracture de traction.

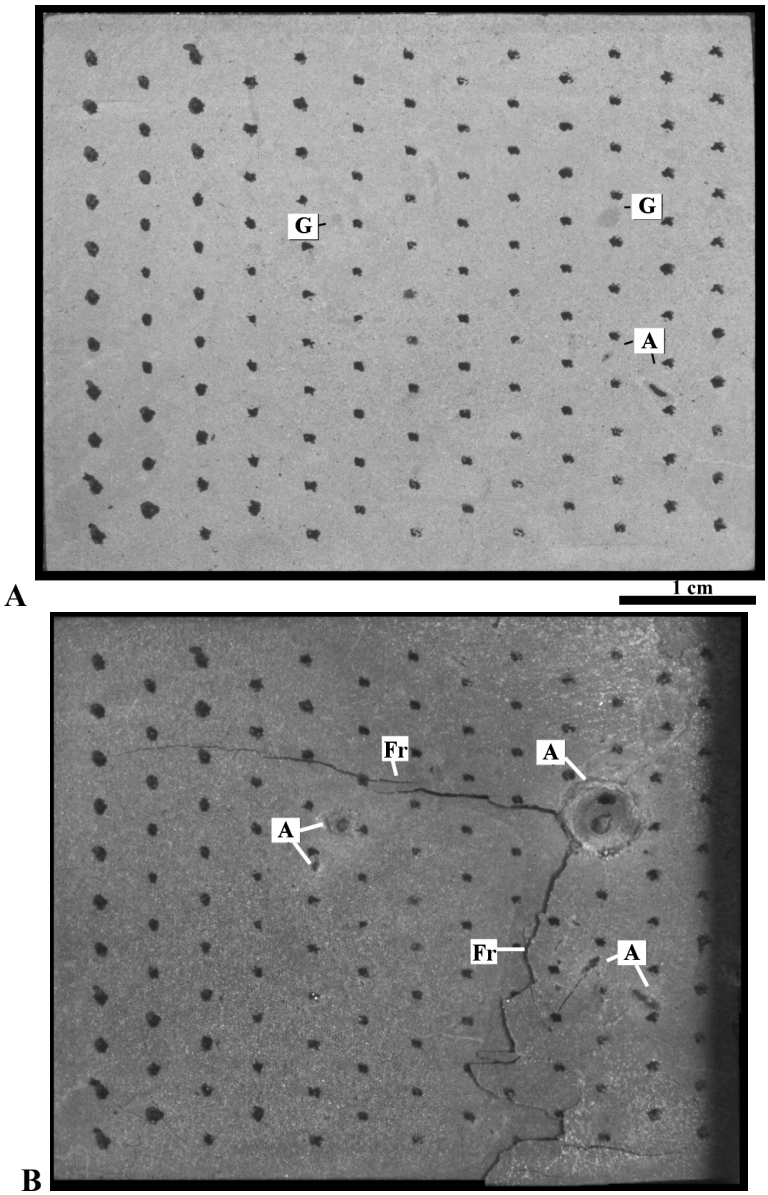


*Figure 39 : Macrophotographies de la face 1 de la lame épaisse L3 d'argilite du milieu **A)** Etat initial **B)** Etat à la rupture après 62 jours d'essai G : glomérule pyritisé; A : glomérule pyritisé altéré; Fr : fracture*

3.1.5 Modélisation numérique de la déformation de la lame épaisse L3

3.1.5.1 But

Le but de la modélisation est de tenter d'apporter des éléments d'explication à la déformation de la lame épaisse L3. On cherche à faire la part entre l'action des contraintes locales liées aux pressions de cristallisation autour du glomérule pyritisé altéré et celle de la contrainte de compression axiale transmise par la plaque coulissante. On cherche aussi quelle est l'influence sur la résistance à la rupture de la lame épaisse.

3.1.5.2 Propriétés générales du modèle

On reprend la géométrie du modèle, les propriétés mécaniques élastiques, les conditions aux limites, les paramètres initiaux du critère de rupture de Mohr-Coulomb, le principe du contrôle et de l'interprétation des résultats présentés dans le chapitre 2 (§ 2.4).

Les propriétés élastiques adoptées respectivement pour la microcellule et de la lame épaisse sont :

- $E = 210$ GPa, $\nu = 0{,}29$,
- $E = 4$ GPa, $\nu = 0{,}3$.

Les paramètres du critère de rupture de Mohr-Coulomb adoptés sont :

- $C = 4{,}5$ MPa, $\phi = 25$ degrés, $\sigma^t = 2$ MPa, $\psi = 5$ degrés.

Ces valeurs sont dans les intervalles donnés par Heitz, (1999) et Ghoreychi, (1999).
La valeur de l'angle de dilatance est choisie arbitrairement mais tient compte de la propriété des argiles de l'Est d'augmenter de volume au delà du seuil d'endommagement (Ghoreychi, 1999, Chiarelli, 2000).

On conserve la même fonction pour prendre en compte le radoucissement de la cohésion après le pic de contrainte et on en définit une autre pour la résistance à la traction. Elle diminue de 50%, passant de 2 à 1 MPa entre 0,55% et 0,90% de la déformation axiale.

Deux jeux de paramètres des interfaces sont choisis. Ils correspondent respectivement au cas du chargement uniforme et au cas du contact direct (Figure 20 b et c) :

- $Kn = 4.10^5$ GPa.m^{-1},
- $Kn = 4.10^5$ GPa.m^{-1}, $Ks = 2{,}3.10^5$ GPa.m^{-1}, $\phi_i = 10$ degrés.

3.1.5.3 Introduction d'un élément de la texture

On fait abstraction de la structure des argilites et on introduit un élément de la texture.

Premier cas : l'inclusion dure

Pour prendre en compte le plus grand glomérule pyritisé dont la présence et l'altération semblent avoir joué un rôle déterminant dans le comportement de la lame épaisse L3, on définit un point dur avec un module de Young 5 fois plus grand et un coefficient de Poisson légèrement plus petit comparés aux propriétés moyennes de la lame épaisse d'argilite. En l'absence de données bibliographiques ce choix s'est fait de façon arbitraire :

- $E = 20\ GPa,\ \nu = 0{,}19.$

La surface occupée par ce point dur représente exactement 1% de la surface totale de la grande face d'une lame épaisse. On ne définit pas d'interfaces entre ce point dur et le reste de lame épaisse et il n'y a donc pas de glissement ni d'ouverture possibles à ce niveau.
Dans une première variante de la modélisation, on fait abstraction de l'altération du glomérule pyritisé, on considère un milieu élastique et un contact direct aux interfaces et on fixe la contrainte axiale σ_x à *12 MPa.*

Dans une deuxième variante de la modélisation, on fait encore abstraction de l'altération du glomérule pyritisé mais on considère le milieu élastoplastique radoucissant défini au paragraphe précédent.
On "consolide" le modèle sous une contrainte $\sigma_x = 8\ MPa$ puis, après l'équilibre du système, on porte la contrainte axiale σ_x à *15 MPa.*
Dans cette deuxième variante on étudie le chargement uniforme et le contact direct.

Deuxième cas : l'inclusion altérée

Dans un deuxième cas on tient compte de l'altération du glomérule pyritisé qui se traduit par des pressions de cristallisation de minéraux néoformés qui peuvent être relativement élevées, en particulier dans le cas du gypse.
La valeur théorique de la pression de cristallisation du gypse P_{cris}, calculée par les lois de Van T'Hoff est de 50 MPa à 15°C (Sahores, 1962, *in* Deletie *et al.*, 1990). Toutefois, dans la réalité, du fait de processus physico-chimiques complexes, il est admis que cette pression est beaucoup plus faible. Des valeurs inférieures de trois ordres de grandeur sont proposées dans la bibliographie. On considèrera donc une valeur $P_{cris} = 80\ kPa$ (Taylor, 1988, Pejon, 1997).

On évide le point dur et on applique une pression P suffisante pour s'opposer à la déformation dans le vide et permettre la "consolidation" sous une contrainte $\sigma_x = 8\ MPa$ avec éventuellement de très petites zones de déformation plastique strictement limitées aux alentours de l'inclusion.

Après plusieurs essais, on trouve une valeur $P = 10,60\ MPa$ à l'équilibre, dans le cas du contact direct.

On note que dans le cas du chargement uniforme, la valeur de P à l'équilibre est deux fois plus petite que la valeur ci-dessus. Cette influence des paramètres des interfaces sur la valeur de P s'explique par la position de l'inclusion dans le champ de contraintes. Elle est située plus près de la butée qui a pour effet d'apporter un certain confinement à la lame épaisse dans le cas du contact direct, ce qui se traduit par des contraintes plus élevées autour du vide.

On étudie alors deux variantes.
La première variante consiste à maintenir la contrainte axiale σ_x à 8 MPa et à appliquer conjointement une pression $P + P_{cris} = 10,68\ MPa$ dans le vide.
La deuxième variante consiste à porter la contrainte axiale σ_x à $13\ MPa$ et à appliquer conjointement une pression $P + P_{cris} = 10,68\ MPa$ dans le vide.

3.1.5.4 Résultats

Milieu élastique, inclusion dure

La présence de l'inclusion dure ne modifie ni la forme générale de l'éprouvette déformée ni l'allure des déplacements.
La déformation est du type en tonneau et à l'équilibre, la déformation axiale est de 0,264%. Cette valeur est inférieure à celle du cas équivalent du chapitre 2. La présence de l'inclusion dure rigidifie donc l'ensemble de la lame épaisse.
L'extension latérale dans la partie médiane de la lame épaisse est de 0,116%.

Il se développe des concentrations et des déviations de contraintes dans les coins de la lame épaisse mais elles sont bien moins importantes que celles qui se développent autour du point dur représentant le glomérule pyritisé.
La Figure 40 donne la distribution des contraintes déviatoriques. Les valeurs en pourcentage par rapport au déviateur qui est appliqué varient entre 183% autour de l'inclusion dure et 67% dans le reste de la lame épaisse.

Au centre de la lame épaisse il se développe de petites contraintes de traction de l'ordre de 100 kPa, ce qui est 4 fois supérieur aux valeurs correspondantes du cas équivalent vu au chapitre 2.
Il se développe aussi des contraintes de traction élevées autour de l'inclusion dure qui sont de l'ordre de 1 MPa.

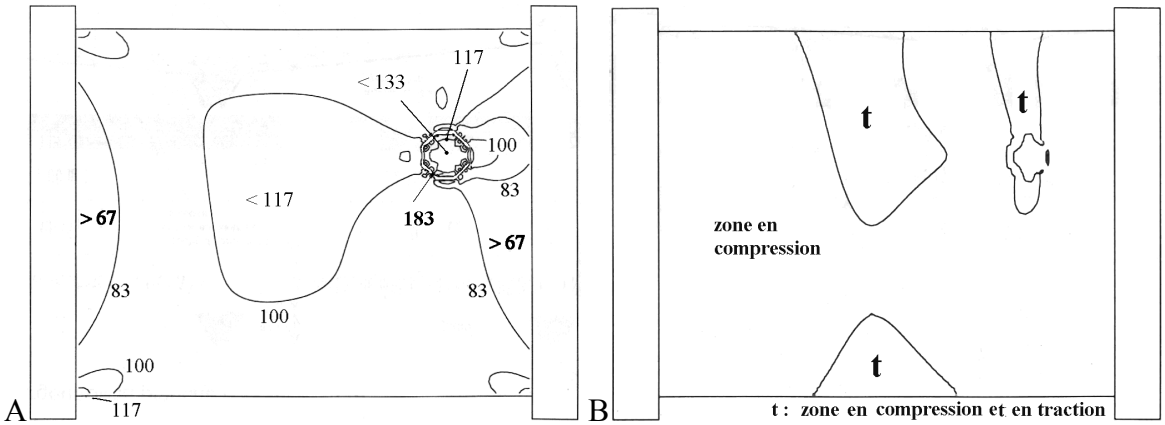


*Figure 40 : Cas du contact direct **A)** Distribution des contraintes déviatoriques **B)** Limites des zones en compression et en traction*

Milieu élastoplastique et inclusion dure

Dans la première variante qui correspond au chargement uniforme, la lame épaisse se déforme en plasticité pour une valeur de la contrainte axiale de 14,4 MPa.
La déformation s'effectue en cisaillement selon une seule bande de cisaillement initiée à partir de l'inclusion dure (Figure 41).

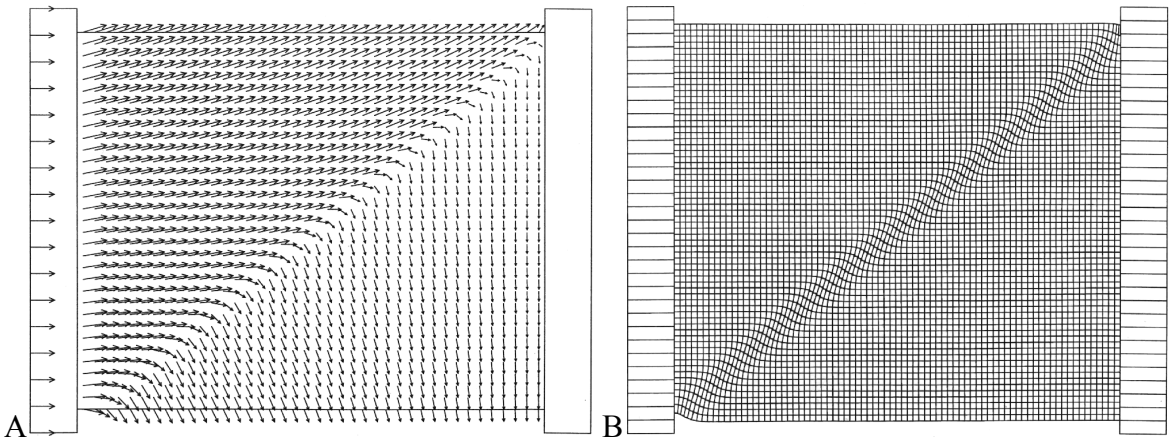


*Figure 41 : Cas du chargement uniforme **A)** Allure des déplacements à la rupture **B)** Déformation de la grille exagérée 3,5 fois*

Dans la deuxième variante qui correspond au contact direct, la lame épaisse se déforme en plasticité pour une valeur de la contrainte axiale de 14,1 MPa.

Le fait que cette valeur soit légèrement inférieure à celle calculée dans le cas précédent et à celle du cas correspondant dans le chapitre 2 s'explique par la présence des concentrations de contraintes dans les coins de la lame épaisse et autour du point dur à partir desquels la plasticité est initiée.
La déformation s'effectue en cisaillement selon deux bandes qui ne sont plus conjuguées et qui séparent des blocs élastiques.

Dans les deux variantes traitées ci-dessus, l'effet de l'inclusion dure, qui simule une hétérogénéité de la texture, se traduit par une dissymétrie du faciès de rupture.
La première variante en particulier montre que dans les essais réels effectués avec un confinement faible ou nul de l'éprouvette, la rupture peut se faire en cisaillement selon un seul plan non parce qu'il y a une rotation ou une translation d'un plateau de la presse par rapport à l'autre mais parce que les caractéristiques de la texture l'imposent.

Milieu élastoplastique et inclusion altérée

Dans la première variante étudiée ($\sigma_x = 8\ MPa\ ;\ P + P_{cris} = 10{,}68\ MPa$), des déformations plastiques en traction apparaissent autour de l'inclusion sous pression. Elles peuvent être interprétées comme une fracture de traction parallèle à la contrainte axiale de compression (Figure 42).
Notons qu'il n'y a pas de variation de la déformation axiale entre l'état d'équilibre élastique et l'état plastique.

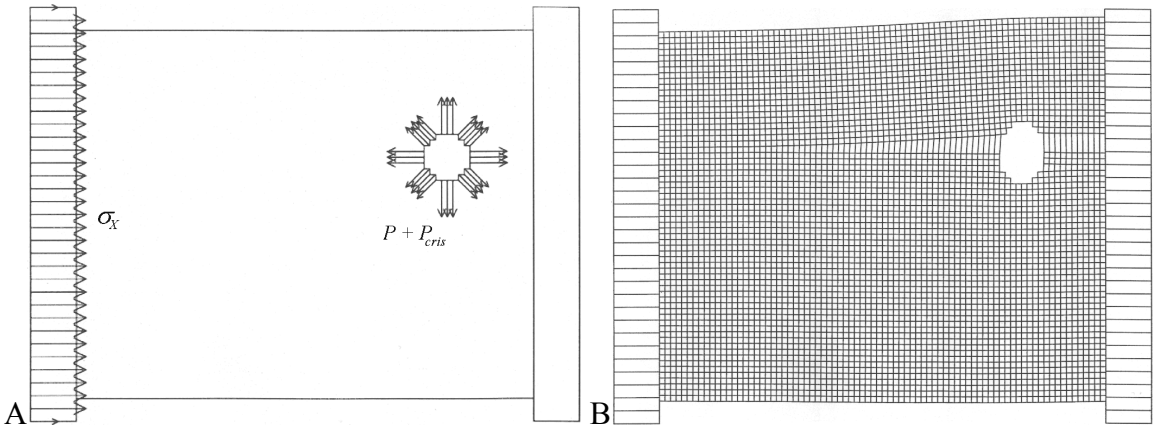


*Figure 42 : Cas du contact direct **A)** Chargement de la lame épaisse **B)** Déformation de la grille exagérée 10 fois*

Dans la deuxième variante étudiée ($\sigma_x = 13\ MPa\ ;\ P + P_{cris} = 10{,}68\ MPa$), la valeur de la contrainte axiale à la rupture est de 12,6 MPa. Cette valeur est sensiblement plus faible que

les valeurs des résistances à la rupture trouvées dans toutes les précédentes simulations. La diminution de résistance est supérieure à 10%.

On distingue trois zones plastifiées pouvant être interprétées comme étant des fractures. A la rupture qui correspond au pic de contrainte sur la courbe d'écrouissage (Figure 43 B Point C), la lame épaisse se déforme en plasticité selon une seule bande de cisaillement passant par l'inclusion sous pression et la fissure de traction précédemment mise en évidence. La Figure 43 C donne les courbes d'isovaleurs des déplacements selon OY en mm à la rupture.
Plus loin sur la courbe d'écrouissage (Figure 43 B, Point D), il se forme une deuxième bande de cisaillement qui passe aussi par l'inclusion sous pression et qui est due à l'accommodation des déformations induites par la première bande de cisaillement.
Cette dernière variante permet ainsi de reproduire pour l'essentiel les mécanismes de rupture observés sur la lame épaisse L3.

A l'échelle de la lame épaisse, les conditions aux limites ne semblent pas avoir joué un rôle déterminant dans la rupture.

La différence du faciès de rupture entre le modèle et la lame épaisse L3 s'explique par l'influence de la texture et de la structure des argilites. La fracture de cisaillement sur la lame L3 se fait en partie selon les plans du litage. De plus, les agrégats de carbonate et l'ensemble des autres minéraux non argileux représentent autant de points durs susceptibles de faire dévier une fissure qui se propage.

A l'échelle de la texture, les différences des propriétés mécaniques entre la matrice argileuse et le glomérule pyritisé induisent des concentrations et des déviations de contraintes importantes qui sont probablement à l'origine de l'endommagement. Dans les faits cet endommagement favorise l'altération du glomérule car il se traduit par l'augmentation locale de la porosité et par suite il permet davantage d'échanges avec l'environnement.
La pression de cristallisation des phases néoformées produites par l'altération de la pyrite conduit alors à la propagation d'une fracture de traction et simultanément, la contrainte axiale de compression et l'hétérogénéité que représente l'inclusion conduisent à la formation d'une fracture de cisaillement.

Ce modèle simple montre que sous l'effet de l'action mécanique de l'altération d'un glomérule pyritisé occupant 1% de la surface d'une grande face de la lame épaisse, la chute de la résistance à la rupture est supérieure à 10%.

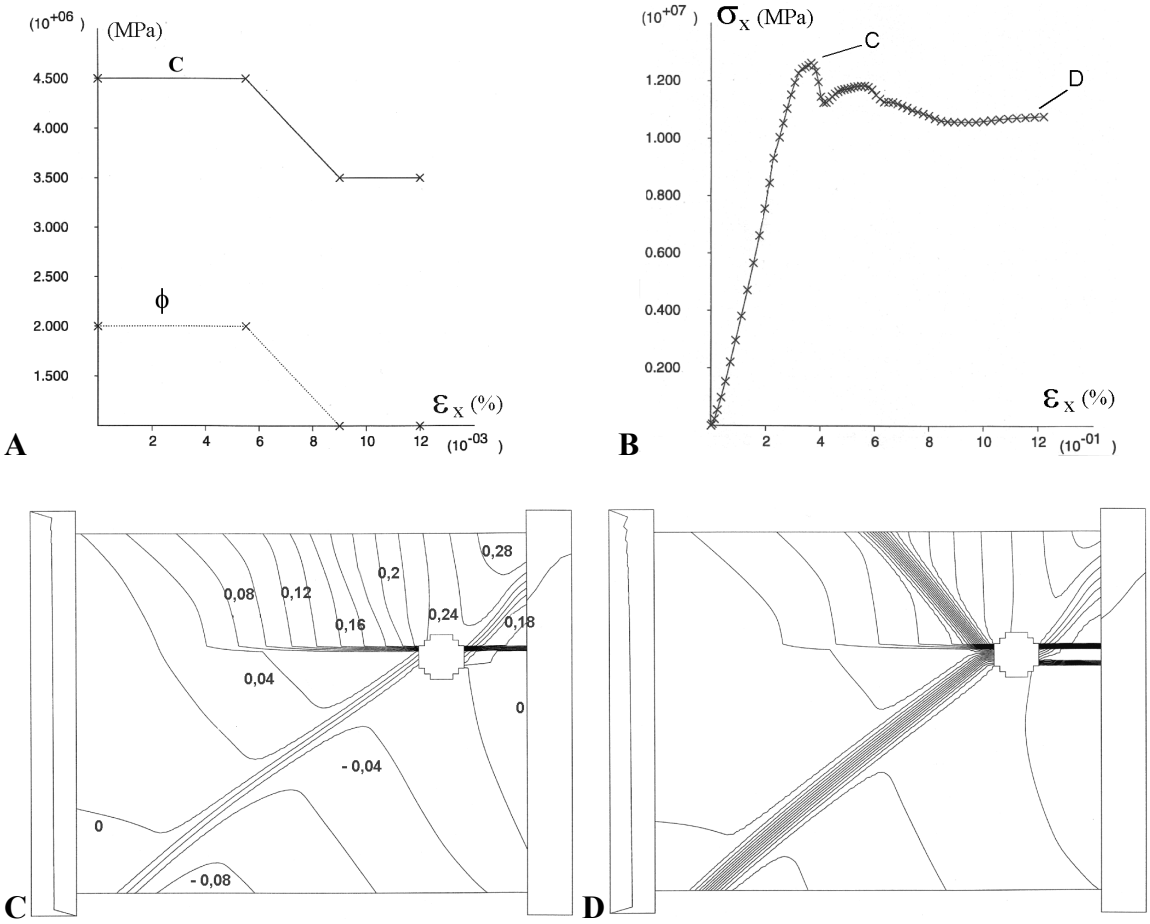


*Figure 43 : Cas du contact direct **A)** Loi arbitraire d'évolution de la cohésion et de la résistance à la traction **B)** Courbe d'écrouissage **C)** courbes d'isovaleurs des déplacements selon OY en mm à la rupture (pic de contrainte) **D)** Courbes d'isovaleurs des déplacements selon OY après la rupture*

3.1.5.5 Conclusion

L'ensemble des simulations permet de montrer simplement comment les contacts entre la plaque coulissante, la lame épaisse et la butée ainsi que la présence d'un glomérule pyritisé qui s'altère peuvent influencer très largement la déformation et la rupture d'une lame épaisse et engendrer la diminution de sa résistance à la rupture.

Des lois élastiques et élastoplastiques peuvent être utilisées pour modéliser les effets mécaniques de l'altération des matériaux rocheux (Nova, 1997). Toutefois, il faut rappeler que notre but n'est pas de caler des lois de comportement sur les courbes expérimentales. Les lois utilisées ici restent bien trop simples pour prétendre atteindre cet objectif et nous avons en plus fait abstraction de la structure litée des argilites.

Avant le pic des contraintes, il y a une altération des propriétés élastiques liées à l'endommagement de l'échantillon et comme la rupture se manifeste par la formation de fractures, il faudrait peut-être faire un modèle basé sur une approche locale mais cela s'avère particulièrement difficile.

Dans tous les cas, le principal intérêt des modèles réside plutôt dans leur capacité à reproduire les comportements réels à savoir ceux observés *in-situ*.

3.2 Deuxième groupe d'essais : Lames épaisses L4 et L5 d'argilites *du toit* et *du milieu*

Le deuxième groupe d'essais est réalisé sur la lame épaisse L4 d'argilite *du toit* et la lame épaisse L5 d'argilite *du milieu* taillées dans le plan du litage.

3.2.1 Chargement

La température étant fixée à 40°C, la contrainte est incrémentée de la même façon que précédemment jusqu'au palier de contrainte de 12 MPa.
La contrainte axiale appliquée dans la microcellule sur un échantillon d'argilite taillé dans le plan du litage correspond *in-situ* à la contrainte horizontale. La valeur théorique de la contrainte verticale lithostatique est de 12 MPa à une profondeur de 490 m en prenant une densité moyenne des terrains de 2,45. Le choix de cette valeur suppose donc un coefficient de pression des terres au repos égal à 1.

Après la stabilisation de la déformation axiale, la température est augmentée jusqu'au palier de 80°C selon un incrément de 5°C par jour.
Ce palier de température est voisin de la température maximale prévue par des simulations numériques aux alentours d'un stockage souterrain de déchets radioactifs dans le cas où les déchets seraient, préalablement à l'enfouissement, refroidis en surface (Rousset, 1992, Selvadurai et Nguyen 1996, Ghoreychi, 1998).

3.2.2 Etats initiaux des textures

La texture de L4 est caractérisée par la présence de quelques agrégats de carbonate d'une taille inférieure à 0,5 mm dispersés dans la matrice argileuse.
La texture de L5, comme celle de L3 est caractérisée par la présence de glomérules pyritisés.

3.2.3 Description des déformations

Entre le début de l'essai et le palier de contrainte de 12 MPa, la température étant de 40°C, l'évolution de la déformation axiale de L5 est proportionnelle à l'augmentation de la contrainte axiale de compression. La déformation axiale atteint 0,44% au début de ce palier puis se stabilise les 4 jours suivants.
L'allure de la courbe de déformation de L4 aux mêmes stades de l'essai est semblable mais le taux de déformation est inférieur et vaut 0,36%.

On observe une altération des plus grands glomérules pyritisés après 8 jours d'essais sur L5 et une ouverture d'une microfissure sub-parallèle à la contrainte axiale de compression 4 jours après le début du palier de contrainte à 12 MPa sur L4.

Au cours de la phase d'augmentation de la température on mesure des déplacements.
Le bâti de la microcellule en acier inoxydable austénitique et des argilites de l'Est ont des coefficients de dilatation thermique moyens très faibles, respectivement de $1{,}6.10^{-5}$ K^{-1} et $1{,}7.10^{-5}$ K^{-1}. A partir de ces paramètres, on peut montrer par un calcul thermoélastique que la dilatation relative engendrée par l'augmentation de température induit une erreur sur la mesure des déplacements qui est égale à 0,011 mm. Cette valeur est deux fois plus petite que la précision de notre mesure, ce qui permet de négliger cette erreur et de considérer que les déplacements relevés correspondent aux raccourcissements axiaux des lames épaisses.

Sur L5, le raccourcissement mesuré entre 40 et 60°C est du même ordre que celui mesuré entre 60 et 80°C alors que sur L4, l'essentiel du raccourcissement est mesuré entre 60 et 80°C.

La déformation des lames épaisses au cours de la montée en température pourrait traduire une évolution minéralogique des argiles pour des températures supérieures à celles choisies pour nos essais. Dans les conditions imposées, seules les smectites sont susceptibles de se transformer, transformation qui dépend de la teneur en cations K^+ et qui conduirait à la formation d'interstratifiés illites-smectites mais, comme attendu, cette hypothèse n'est pas confirmée par les résultats de l'étude aux rayons X présentée dans le prochain chapitre. En effet, d'autres essais effectué pour l'ANDRA ont montré que les smectites calciques et potassiques sont stables pour de telles températures.

Ces déformations sont donc plus probablement dues aux dissipations hydrauliques engendrées par l'augmentation de la température. Les lames épaisses, saturées ou très proche de la saturation après 21 jours d'essai, y sont toutes les deux sensibles. Le fait que L4 le soit moins que L5, en particulier aux plus basses températures, pourrait s'expliquer par le fait que sa teneur en eau est plus faible.

Au cours du palier de température de 80°C, la déformation axiale de la lame épaisse L5 atteint 0,80% et celle de L4 se stabilise à 0,60%.

La rupture des deux lames épaisses survient après 43 jours d'essai du fait de la formation de fissures et de fractures. La contrainte de compression axiale était maintenue constante depuis 25 jours et la température depuis 10 jours. Il est possible que les deux lames épaisses se soient rompues le même jour par l'action d'une cause extérieure, en particulier une augmentation du degré hygrométrique au-dessus de 90%.

La lame épaisse L5 d'argilite *du milieu* se déforme plus et est plus sensible à la température que celle d'argilite *du toit*. L'altération des glomérules pyritisés sur L5 influence largement sa rupture.

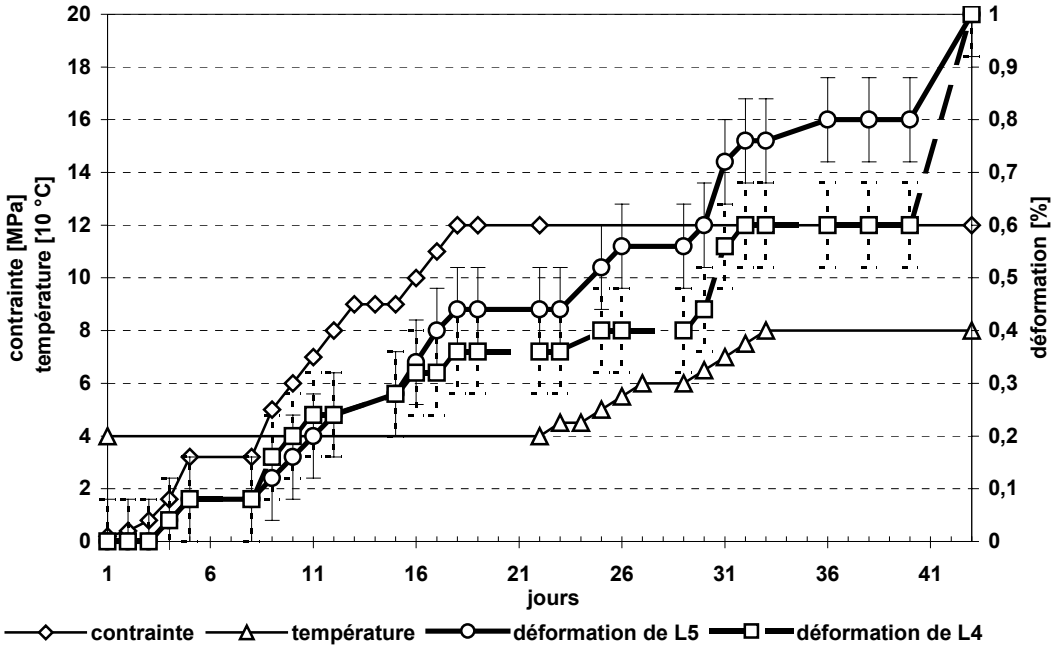


Figure 44 : Courbes de chargement et de déformation des lames épaisses L4 et L5 d'argilites du toit et du milieu

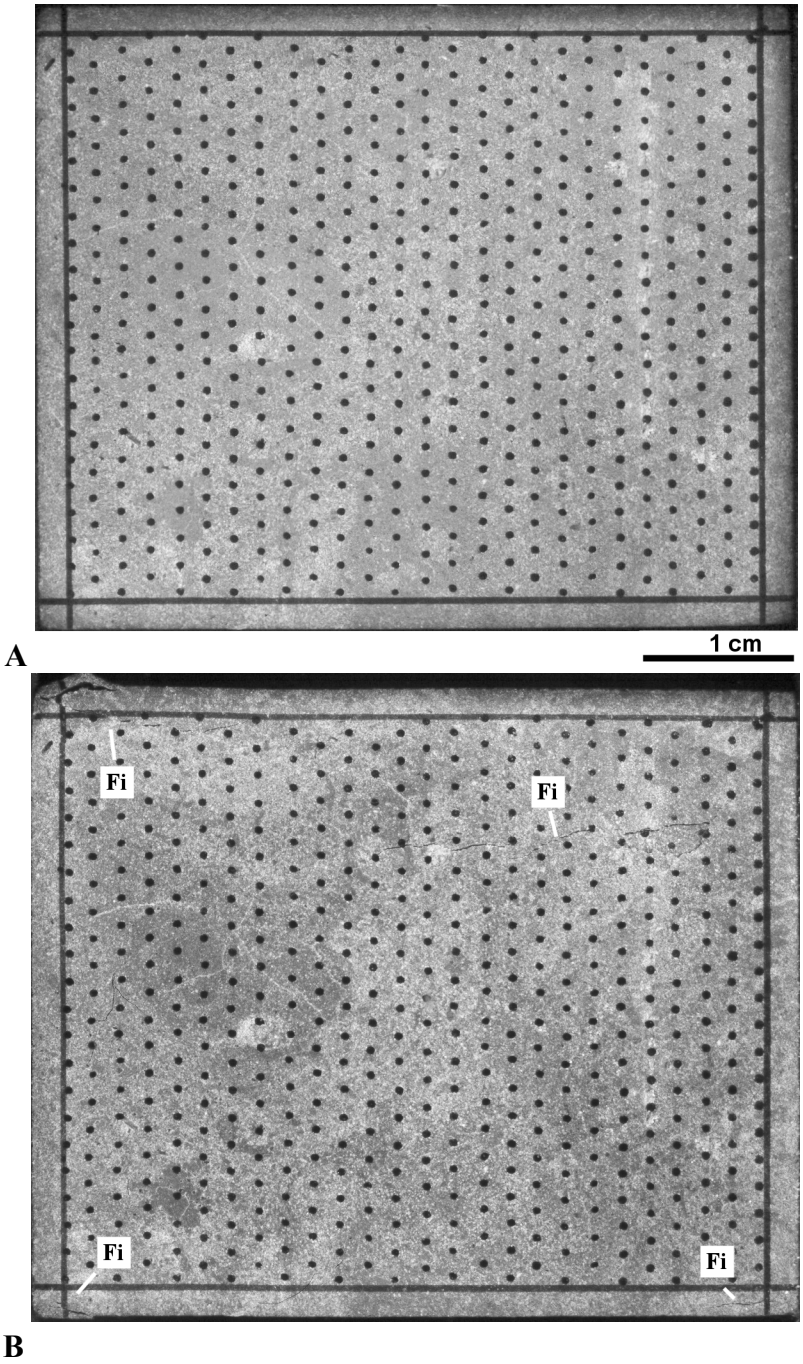


*Figure 45 : Macrophotographies de la face 1 de la lame épaisse L4 d'argilite du toit **A)** état initial **B)** Etat à la rupture. Fi : fissure*

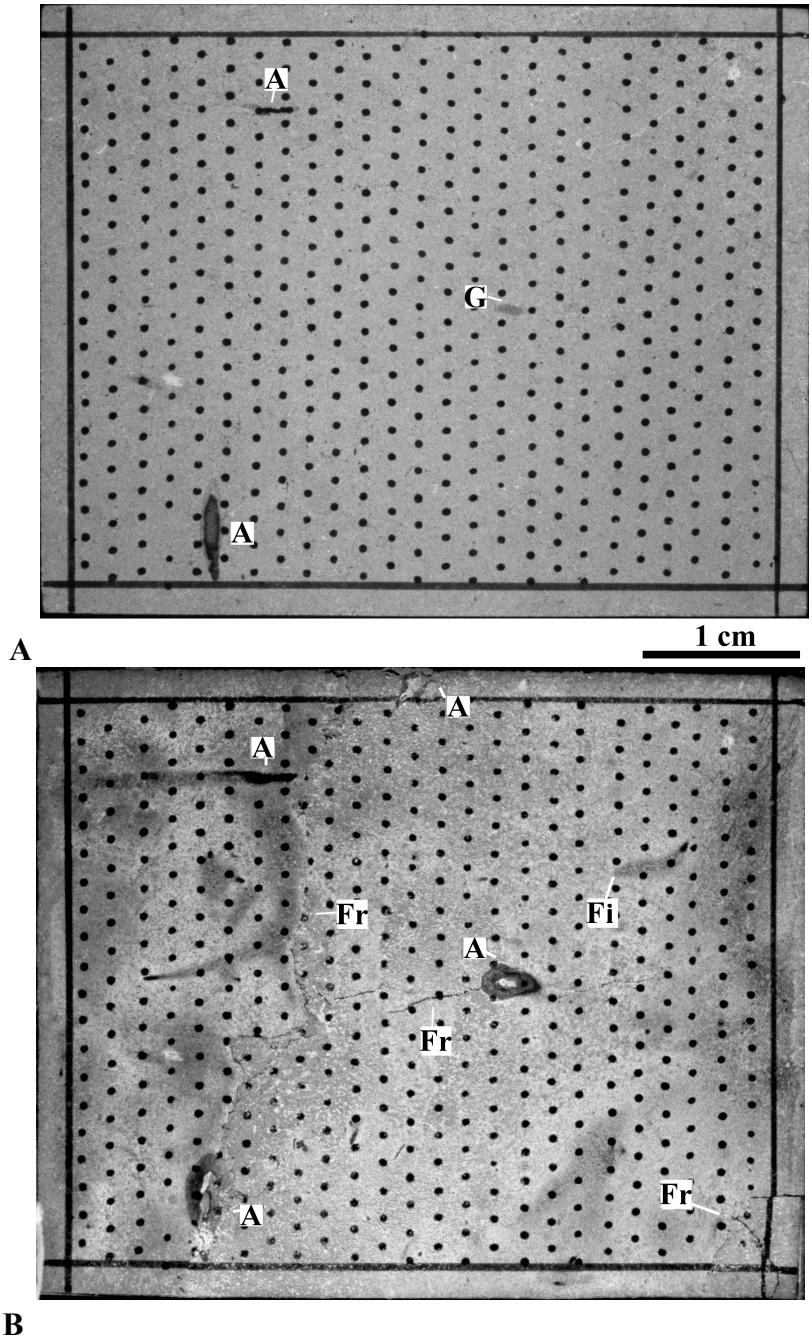


*Figure 46 : Macrophotographies de la face 1 de la lame épaisse L5 d'argilite du milieu **A)** Etat initial **B)** Etat à la rupture. G : glomérule pyritisé; A : glomérule pyritisé altéré; Fi : fissure; Fr fracture*

3.3 Troisième groupe d'essais : Lames épaisses L6 et L7 d'argilites *du toit* et *du milieu*

Le troisième groupe d'essais est effectué sur la lame épaisse L6 d'argilite *du toit* et sur la lame épaisse L7 d'argilite *du milieu*, taillées dans le plan du litage.
En parallèle, un essai sur une lame épaisse de granite a été effectué. Les résultats sont présentés dans l'annexe 2.

3.3.1 Chargement

La température étant fixée à 40°C, on porte directement la contrainte axiale de compression à 8 MPa dès le début de l'essai, en respectant une vitesse de montée d'environ 0,01 $MPa.s^{-1}$. Après stabilisation de la déformation, la contrainte axiale est portée au palier de 12 MPa.

La déformation axiale étant stabilisée, il était prévu de porter la température de 40 à 80°C avec un seul palier intermédiaire à 60°C.
Dans les faits, après le palier de température de 60°C, il s'est produit une augmentation de la température jusqu'à 100°C. Selon un principe connu de tous les expérimentateurs, cet imprévu, lié à une mauvaise fermeture de la porte de l'enceinte environnementale, est survenu juste avant une fin de semaine. Pour maintenir le taux d'humidité proche de 100%, la régulation automatique a provoquée une production ininterrompue de vapeur d'eau ce qui explique l'augmentation excessive de la température.

3.3.2 Etats initiaux des textures

Comme celle de L4, la texture de la lame épaisse L6 d'argilite *du toit* est caractérisée par la présence de quelques agrégats de carbonates, d'une taille inférieure à 0,5 mm, dispersés dans la matrice argileuse.
De même, comme celles de L3 et L5, la texture de la lame épaisse L7 d'argilite *du milieu* est caractérisée par la présence de glomérules pyritisées.

3.3.3 Description des déformations

Entre le début de l'essai et le septième jour du palier de contrainte de 8 MPa, on observe des déformations de fluage primaire dans la lame épaisse L7 d'argilite *du milieu*. Ces déformations se stabilisent deux fois plus vite sur la lame épaisse L6 d'argilite *du toit* que sur L7. A la fin du palier de contrainte de 8 MPa, la déformation axiale de L6 est de 0,2% et celle de L7 est de 0,28%.

Durant le palier de contrainte de 8MPa, on ne constate aucune évolution de la texture de L6 mais on observe un début d'altération des glomérules pyritisés de L7.

Le passage de la contrainte axiale de compression de 8 à 12 MPa se traduit par la reprise des déformations transitoires pendant 4 jours sur L6 et sur L7 jusqu'à atteindre respectivement de 0,36% et 0,44% avant de se stabiliser les jours suivants.
Les valeurs des déformations axiales sont respectivement égales à celles de la série précédente au même niveau de contraintes ce qui montrerait que les lames épaisses d'argilites sont assez peu sensibles au mode de chargement.

On n'observe pas de fluage stationnaire. Les déformations sont très probablement à rapporter au serrage des microfissures de la texture, à la déformation élastique instantanée, aux dissipations hydrauliques et éventuellement, à une très faible ouverture de microfissures d'endommagement.
Les échantillons se retrouvent à la fin des déformations transitoires dans un état d'équilibre qui est imposé par le frettage au contact des hublots de la microcellule ainsi que par les conditions thermiques et hygrométriques qui sont maintenues constantes.

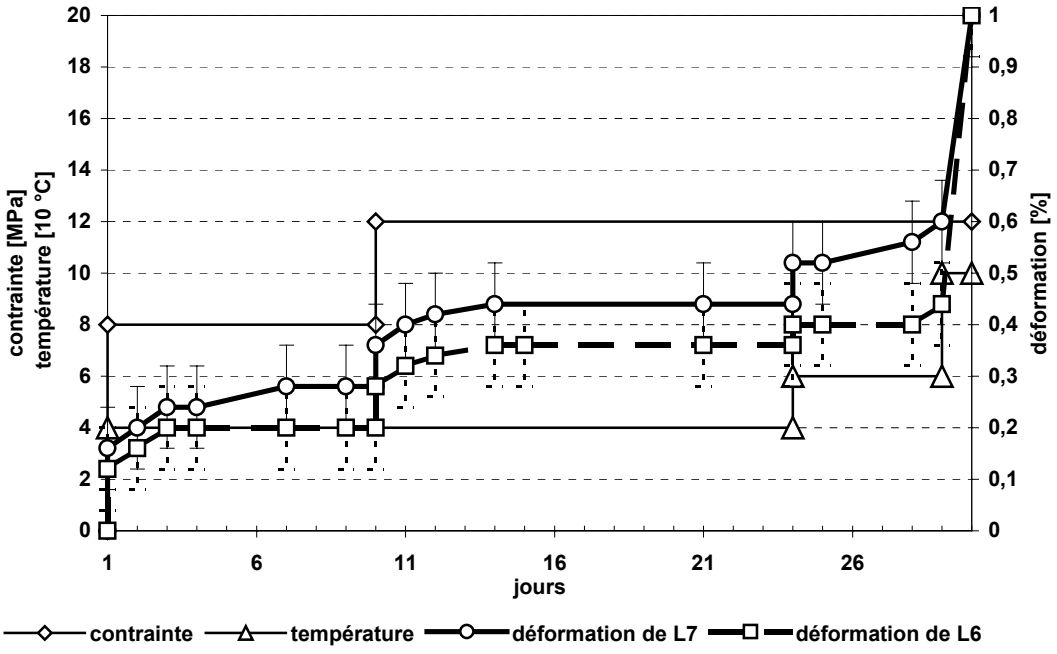


Figure 47 : Courbes de chargement et de déformation des lames épaisses L6 et L7 d'argilites du toit et du milieu

L'augmentation de la température à 60°C se traduit par la reprise des déformations axiales. Sur la lame épaisse L6, l'incrémentation en une seule fois de la température de 40 à 60°C ne

semble pas provoquer une déformation supérieure à celle provoquée par l'incrémentation par pas de 5°C adoptée dans l'essai précédent sur la lame épaisse L4.
Au cours du palier de température de 60°C, on observe des déformations de fluage de la lame épaisse L7. Ces déformations s'expliquent par les dissipations hydrauliques et aussi par la formation d'une fissure au contact du grand glomérule pyritisé probablement sous l'effet de sa dilatation thermique.

L'augmentation imprévue de la température jusqu'à 100°C se traduit par la rupture des deux lames épaisses du fait de la formation de fractures.
Ce résultat est *a priori* incompatible avec la loi de Kelvin (pages 52-53) qui prévoit que la température a un effet positif sur la résistance mécanique des matériaux rocheux argileux du fait qu'elle engendre un drainage et une augmentation des efforts de succion.
Pour l'expliquer il faut tenir compte du contexte de l'essai, des propriétés des minéraux argileux et des caractéristiques de la texture des argilites de l'Est.

L'augmentation de la température à 60°C s'est traduit par un certain drainage des argilites cette déshydratation a pu engendrer des microfissures de retrait. Par la suite, une production importante de vapeur d'eau dans l'étuve et la condensation qui s'en suit sur la microcellule met directement la lame épaisse d'argilite en contact avec de l'eau liquide d'où sa rupture.

Une autre explication pourrait être liée à la présence d'agrégats sub-millimétriques à plurimillimétriques de carbonates et de pyrite dans les argilites de l'Est qui entraînent des effets thermiques comme dans les matériaux rocheux réputés plus fragiles.

Enfin, une troisième explication pourrait encore être liée à la diminution de l'épaisseur de la couche d'eau adsorbée sur les minéraux argileux suite à l'élévation de la température. Cette diminution se traduirait alors par une augmentation de l'eau libre à l'origine de la rupture.
La rupture des lames épaisses L6 et L7 d'argilites *du toit* et *du milieu* s'expliquent plus probablement par la conjonction des deux premières hypothèses. La température semble donc avoir un effet assez défavorable sur le comportement mécanique des argilites de l'Est.

Comme dans l'essai précédent, l'échantillon *du milieu* se déforme plus et s'avère plus sensible à la température que celui *du toit*. Cet essai a ensuite été poursuivi, il a duré au total 163 jours, en réduisant la contrainte axiale de compression à 5 MPa, en fixant la température à 80°C et en conservant le degré hygrométrique aux environs de 100%.

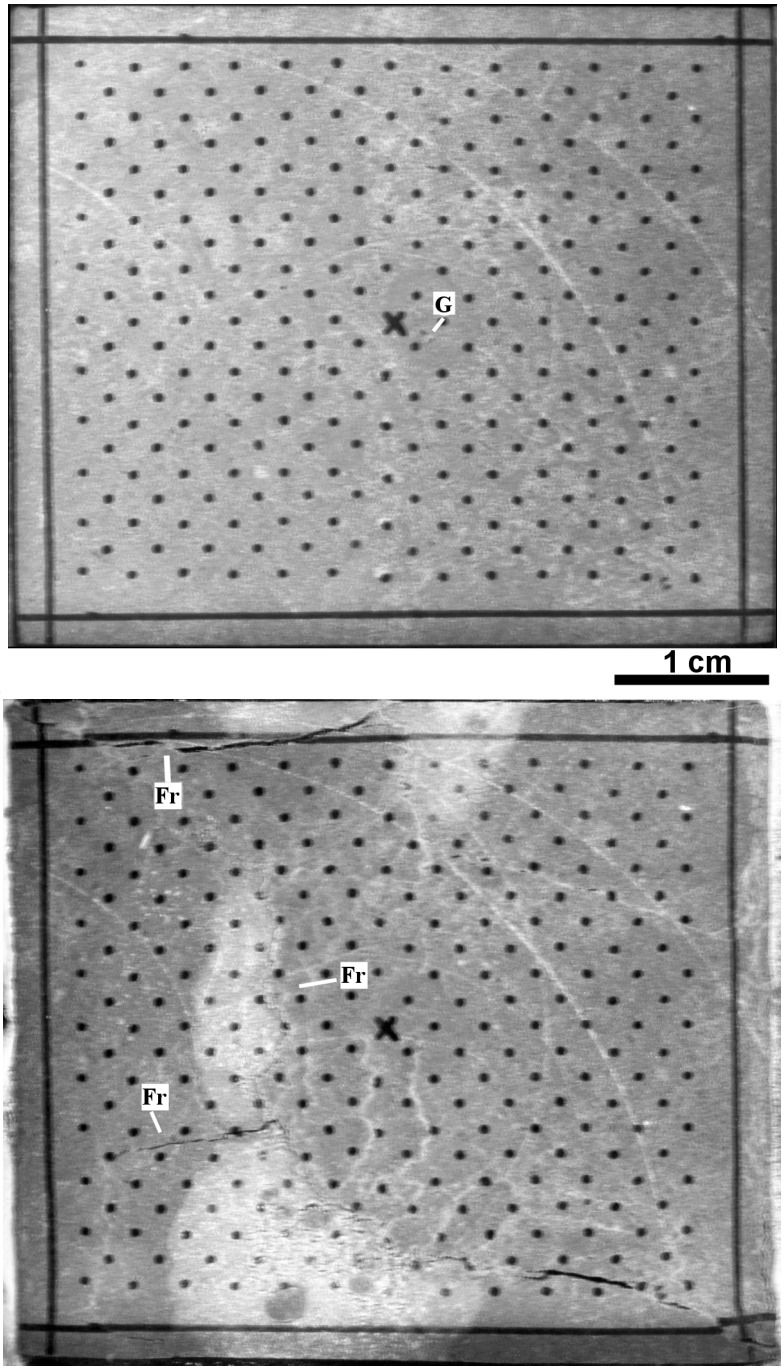


*Figure 48 : Macrophotographies de la face 1 de la lame épaisse L6 d'argilite du toit **A)** état initial **B)** Etat à la rupture. G glomérule pyritisé; Fr : fracture*

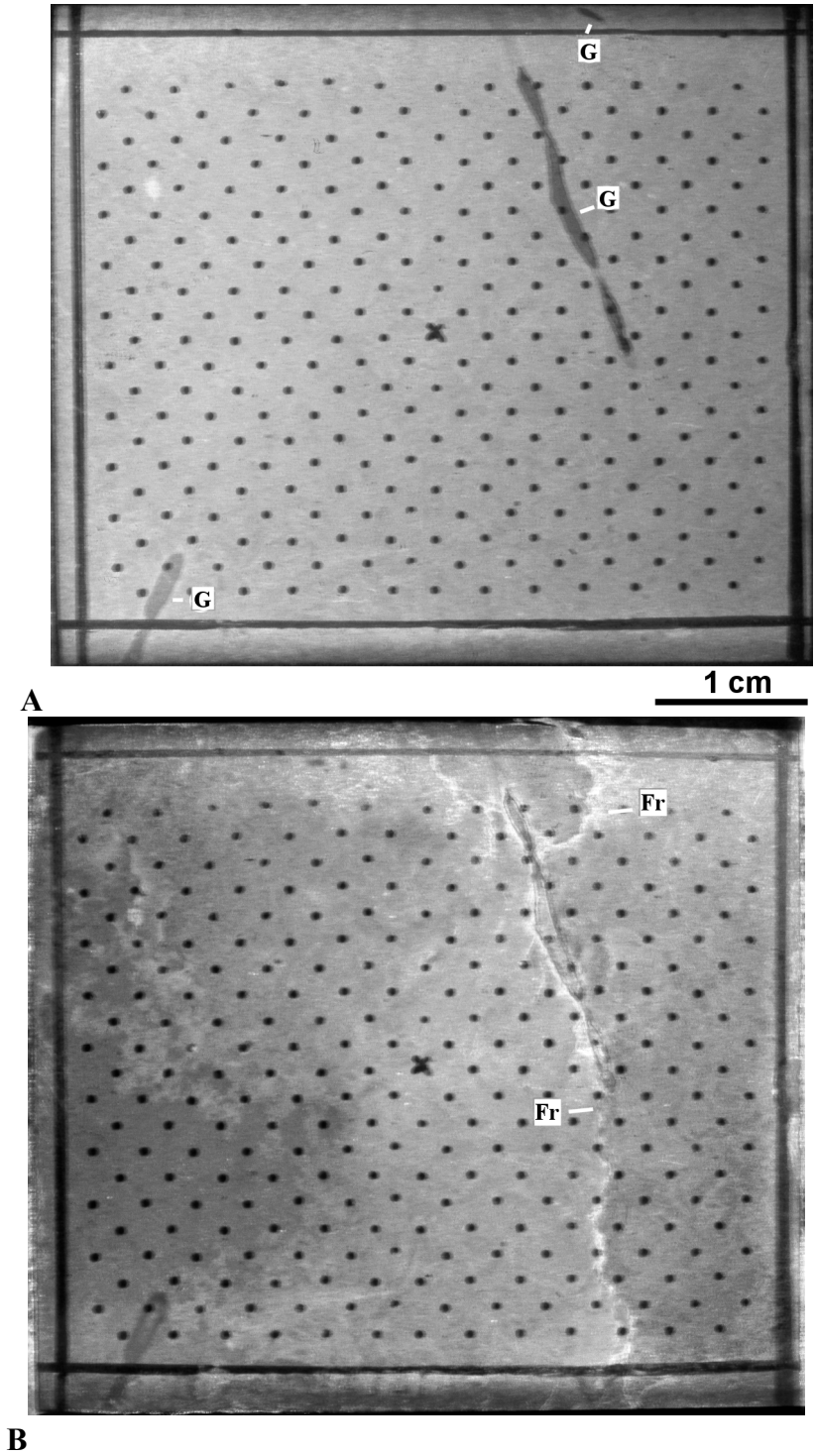


*Figure 49 : Macrophotographies de la face 1 de la lame épaisse L7 d'argilite du milieu **A)** Etat initial **B)** Etat à la rupture. G : glomérule pyritisé; Fr : fracture*

3.4 Quatrième groupe d'essais : Lames épaisses L8 et L9 d'argilites *du toit* et *du milieu*

Le quatrième groupe d'essai est réalisé sur la lame épaisse L8 d'argilite *du toit*, taillée perpendiculairement au plan du litage et sur la lame épaisse L9 d'argilite *du milieu*, taillée dans le plan du litage.

3.4.1 Chargement

Une phase de resaturation de 15 jours est prévue. A cet effet les lames épaisses sont frettées dans les microcellules et soumises à une contrainte axiale de compression constante égale à 1 MPa sous un degré hygrométrique proche de 100% et une température de 40°C.
Ensuite, la contrainte axiale de compression est portée directement au palier de contrainte de 12 MPa à une vitesse de montée de l'ordre de 0,01 $MPa.s^{-1}$.

3.4.2 Etat initial des textures

Comme toutes les autres lames épaisses d'argilite *du milieu*, la texture de L9 est caractérisée par la présence de glomérules pyritisés.
Au cours de sa préparation L8 s'est rompue en deux morceaux selon un plan de stratification. La cassure étant nette et le deux morceaux s'ajustant parfaitement, nous avons tout de même poursuivi l'essai. On s'attend, toutefois, à ce que le comportement de cette lame épaisse soit très particulier. Les traces de plusieurs autres plans de stratification sont nettement visibles sur ses grandes faces.

3.4.3 Description des déformations

On observe une déformation transitoire des lames épaisses L8 et L9 d'argilites *du toit* et *du milieu*. Cette déformation dure 23 jours sur L9 puis elle se stabilise à 0,72%. La lame épaisse L8 se déforme nettement plus que L9 et sa déformation ne se stabilise pas avant la rupture survenue le 16ème jour de l'essai. La déformation était alors de 1,24%.
Comme dans les essais précédents, on n'observe pas de fluage stationnaire dans la lame épaisse L9 mais la durée des déformations transitoires et le niveau de déformation atteint par les deux lames épaisses sont plus grands. Cela s'explique par plusieurs raisons :

- la lame épaisse L8 est sollicitée perpendiculairement au litage,
- les deux lames épaisses sont resaturées sous un faible confinement et par suite sont probablement légèrement déstructurées,
- la contrainte axiale est maximale dès le début de l'essai.

La différence de déformation entre la lame épaisse L8 et la lame épaisse L9 s'explique surtout par le serrage instantanée de la fracture lors du chargement, puisque les déformations semblent ensuite évoluer à peu près de la même façon. Ces déformations transitoires sont probablement dues aux dissipations hydrauliques et aux glissements aux interfaces de l'eau liée aux particules argileuses et de l'eau libre.

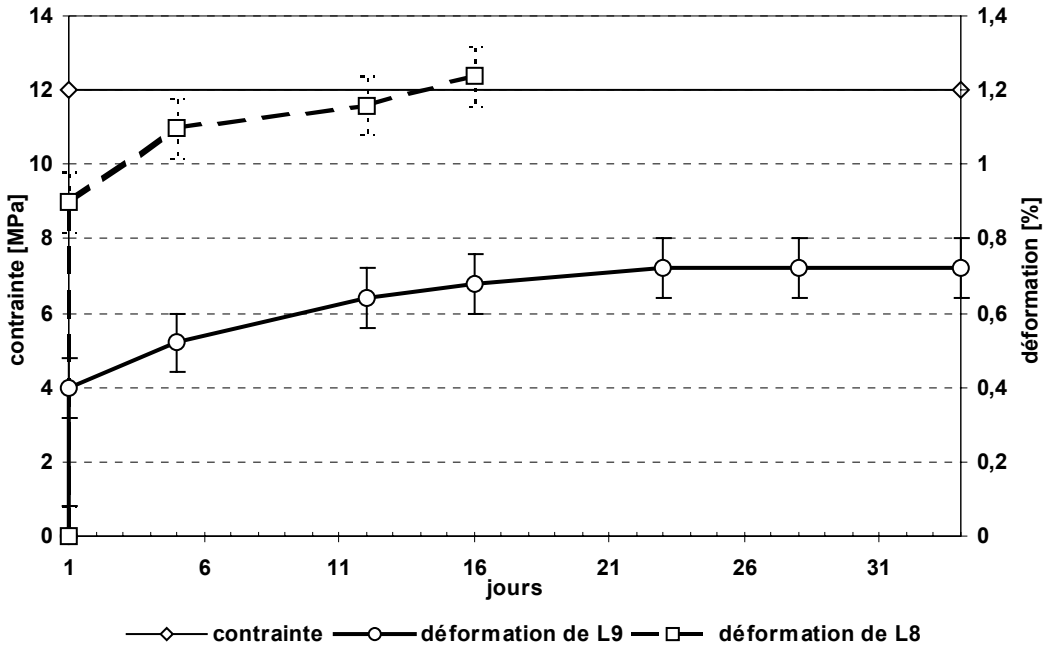


Figure 50 : Courbes de chargement et de déformation des lames épaisses L8 et L9 d'argilites du toit et du milieu

Un début d'altération des glomérules pyritisés apparaît au bout de quelques jours sur la lame épaisse L9 mais cet essai n'a pas pu être poursuivi jusqu'à la rupture pour une raison de contrainte de temps (Figure 51).

La rupture de L8 se traduit par la formation de plusieurs fractures. Il est possible qu'une variation de l'humidité relative en soit à l'origine. Ces fractures sont nettement différentes de celles qui sont observées sur les autres lames épaisses à la rupture (Figure 52). Du coté de la lame épaisse en contact avec la plaque coulissante de transmission de la contrainte axiale de compression et sur une partie du côté de la lame épaisse en contact avec la butée, on distingue deux demi-plans de cisaillement inclinés.
Du côté de la face d'appui de la plaque coulissante de transmission de la contrainte, on distingue que les plans de cisaillement ne sont pas conjugués qu'ils font des angles de 30 et 45° par rapport à la direction de la contrainte de compression. Ces fractures paraissent être dues au frottement qui est générée sur cette petite face et les valeurs des angles ne peuvent

donc être utilisées pour déterminer l'angle de frottement interne de l'argilite selon la théorie du cercle de Mohr.
Dans le reste de la lame épaisse L8, la rupture se traduit par des fractures axiales de traction régulièrement espacées. On peut voir dans ces observations des éléments pour encourager un calcul par la méthode des bifurcations (Guenot, 1988).

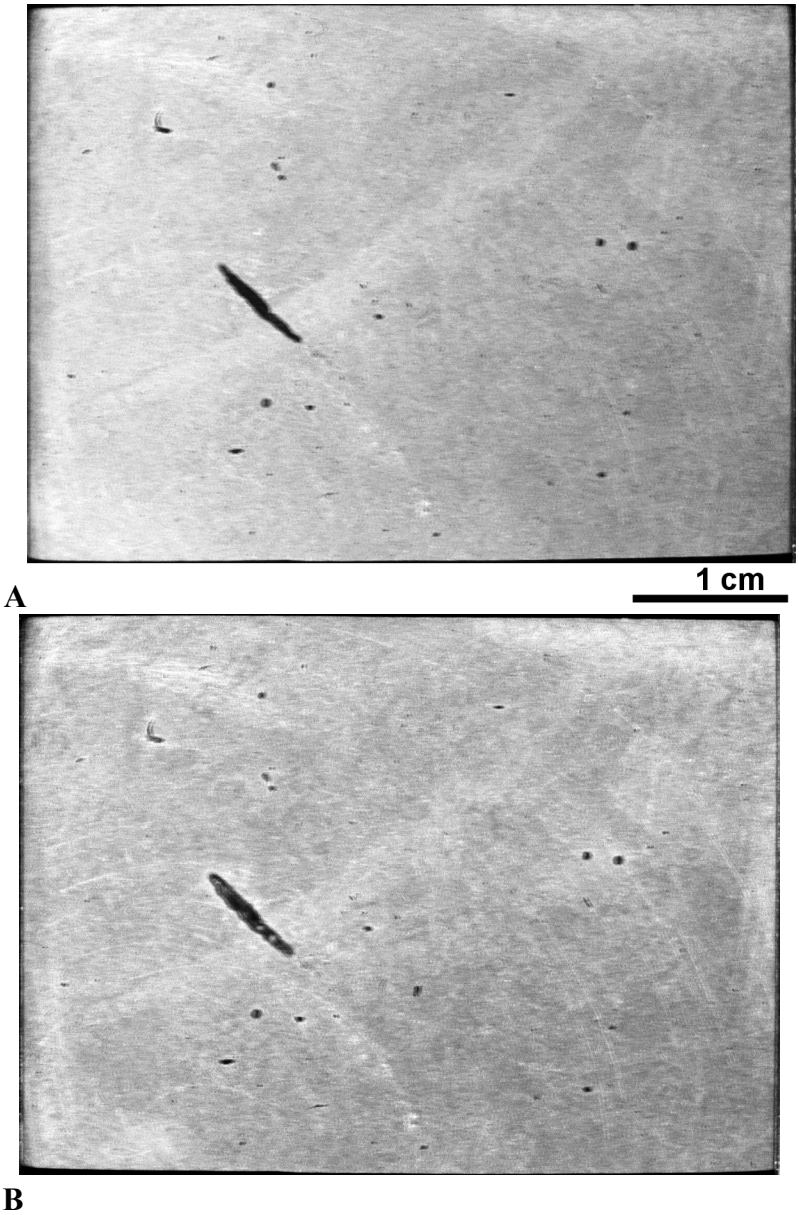
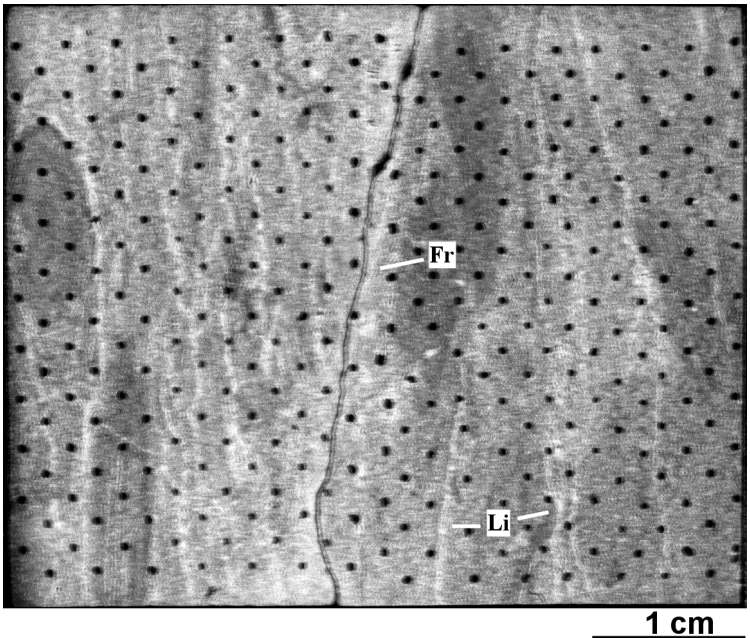
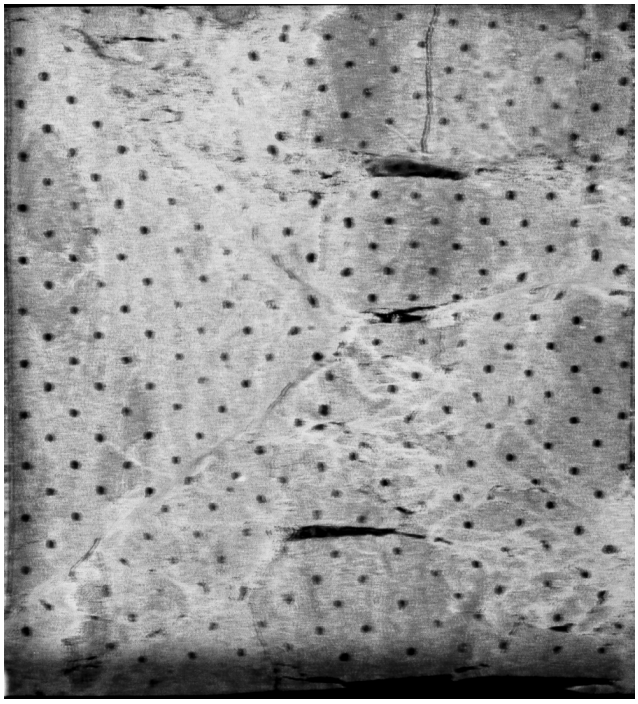


*Figure 51: Macrophotographies de la face 1 de la lame épaisse L9 d'argilite du milieu **A)** Etat initial **B)** Etat à la fin de l'essai. Toutes les taches sombres sont des glomérules pyritisés*



A



B

*Figure 52 : Macrophotographies de la face 1 de la lame épaisse L8 d'argilite du toit **A)** Etat initial **B)** Etat à la rupture. Fr : fracture; Li : traces de plans du litage*

3.5 Synthèse

3.5.1 Influence de la minéralogie et de la porosité

De façon générale il s'avère que les lames épaisses d'argilite *du milieu* sont plus déformables et sont plus sensibles à la température que celles d'argilite *du toit*. Ces observations, au regard des résultats de la caractérisation pétrophysique, pourraient s'expliquer par teneur en minéraux argileux et la porosité initiale plus importantes dans les échantillons *du milieu* que dans ceux *du toit*.

Même si la teneur en pyrite des argilites de l'Est est globalement faible, moins de 2%, il s'avère que leur altération a une influence déterminante sur le comportement mécanique. C'est le cas en particulier de l'argilite *du milieu* où les phases sulfurées se présentent sous forme d'amas de dimensions plurimillimétriques.

3.5.2 Rôle de l'eau

Rappelons que l'eau est susceptible d'agir selon plusieurs mécanismes dans les argilites :

- génération de pression interstitielles ;
- diminution des efforts de succion du fait de l'augmentation de la teneur en eau ;
- diminution de l'énergie de surface dans l'échantillon tout entier du fait de phénomènes d'absorption ;
- gonflement des minéraux argileux entraînant la destructuration de l'échantillon et permettant la rupture par glissement aux interfaces de l'eau libre et de l'eau liée ;
- génération de pressions d'air à l'intérieur de la porosité du fait de phénomènes capillaires ;
- dissolution de minéraux solubles.

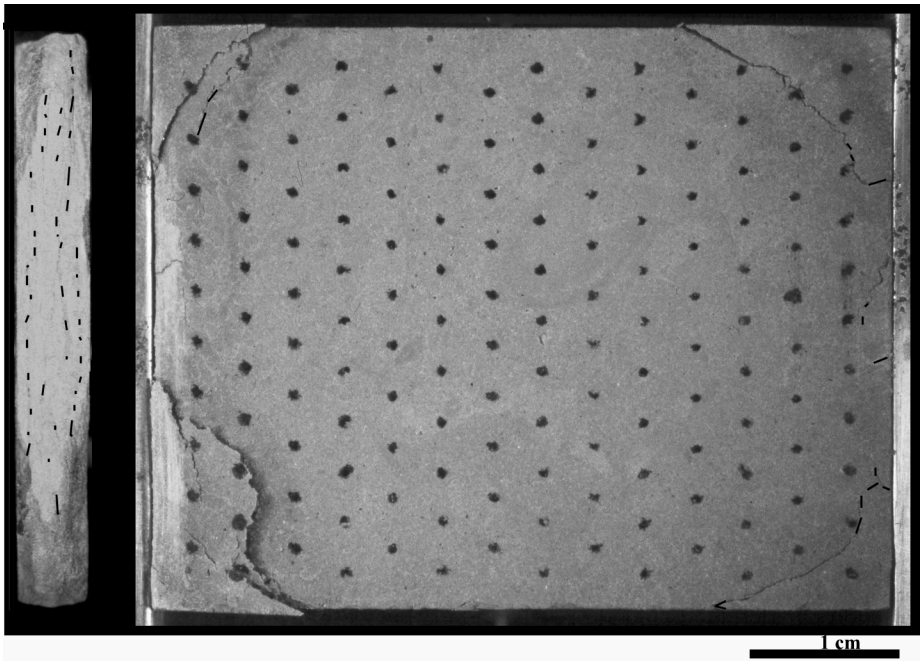
Les essais étant conduits sous des degrés hygrométriques voisins de 90%, il y a une hydratation progressive du matériau par sorption. L'eau d'hydratation étant pure, il y a aussi probablement des phénomènes d'osmose qui se développent aux interfaces des minéraux argileux. L'hydratation se traduit nécessairement par un gonflement. Ce dernier est toutefois plus faible que le gonflement libre du fait que les lames épaisses sont soumises à un certain confinement et leur position dans la microcellule entraîne que l'on ne l'observe pas directement.
Dans les matériaux rocheux argileux le gonflement se mesure essentiellement selon la direction perpendiculaire aux plans du litage alors que les lames épaisses sont frettées selon cette direction. Le gonflement est par ailleurs plus faible dans les matériaux indurés et il reste dans tous les cas difficile d'observer ses manifestations au niveau de la texture.

Toutefois les effets de l'hydratation et des dissipations de l'eau interstitielle liées à l'augmentation de la contrainte mécanique et de la température ont été mises en évidence. Ils se traduisent par des déformations plus grandes des lames épaisses et expliquent souvent la rupture.

La mise en contact des lames épaisses d'argilites avec l'eau liquide se traduit toujours par leur rupture et cela même pour des niveaux de contrainte axiale faibles (Figure 53).

C'est le cas des lames épaisses L3' et L3'' qui n'ont pas effectivement été soumises à un essai complet. Avant leur mise en microcellule elles ont été mouillées au tout début des essais suite à deux erreurs de manipulation.
De l'eau s'est infiltrée dans la microcellule entre les hublots de verre et la lame épaisse L3' ce qui a provoqué sa rupture par fissuration à un niveau de contrainte de compression de 0,8 MPa.
Les fissures macroscopiques les plus marquées se sont développées sur les coins de la lame épaisse ce qui confirme l'existence dans ces zones de concentration de contraintes.
D'autres fissures sont apparues au centre de la lame épaisse. Elles sont beaucoup plus petites et sans direction privilégiée. On peut donc déduire qu'elles ne sont pas dues à la contrainte axiale de compression mais au gonflement des minéraux argileux suite à leur hydratation. Cette déduction est appuyée par l'observation de l'amorce d'ouverture des plans du litage.
Pour L3'' qui n'était pas encore mise sous contrainte, cela s'est aussi traduit par une fissuration sur les grandes faces et une ouverture des plans du litage.
Ces observations sont cohérentes avec les résultats de la bibliographie et de la caractérisation pétrophysique.

Il faut rappeler qu'il a été très difficile de maintenir rigoureusement l'humidité relative à un niveau constant pendant toute la durée des essais. Il reste donc très probable que ses variations autour ou au dessus de 90% aient jouées un rôle important dans la rupture de plusieurs lames épaisses d'argilites.



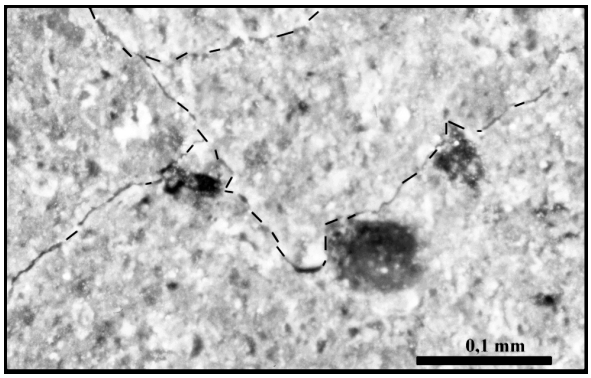


*Figure 53 : **A)** Macrophotographies d'une grande face et d'une petite face de la lame épaisse L3' après sa rupture suite à son contact avec de l'eau liquide. **B)** Microphotographie de la surface de la lame épaisse L3" de la l'argilite du milieu après son contact avec de l'eau liquide*

3.5.3 Rôle de la température

L'augmentation de la température se traduit par un raccourcissement des lames épaisses vraisemblablement dû aux dissipations hydrauliques. Le fait que les matériaux soient plus sensibles pour des températures supérieures à 60°C pourrait alors s'expliquer par la contribution d'une partie plus grande de l'eau interstitielle dans les mouvements.

La température est susceptible de jouer plusieurs rôles dans la rupture des lames épaisses.

D'une part selon la loi de Kelvin elle joue un rôle antagoniste à celui joué par l'humidité relative, son augmentation engendre une diminution de la teneur en eau, soit une augmentation des efforts de succion à travers la porosité et par suite une augmentation de la résistance à la rupture. Mais d'autre part, la température peut avoir des effets négatifs sur le comportement mécanique car les dissipations hydrauliques sont susceptibles de créer des microfissures de retrait.
De plus dans le cas des agrégats de carbonates et de pyrite qui existent dans les argilites de l'Est, on peut vraisemblablement invoquer un effet thermique direct, c'est à dire une dilatation thermique de ces agrégats qui entraîne à leur contact une microfissuration de la matrice argileuse.

Par la suite, les échantillons ainsi endommagés deviennent particulièrement sensibles à toute variation de la sollicitation hydromécanique.

3.5.4 fluage et rupture ductile

Nos essais n'apportent pas d'informations précises sur le caractère viscoplastique du comportement des argilites de l'Est qui reste par ailleurs l'objet d'autres études.
On observe un fluage primaire dont la durée et l'importance dépendent de la minéralogie et des caractéristiques physiques des échantillons, de leur état hydrique et du niveau de contraintes auquel ils sont soumis.

Le fait que l'on n'observe pas de fluage secondaire peut s'expliquer par deux éléments :

- le niveau du déviateur est inférieur au seuil de viscoplasticité ;
- la vitesse de fluage stationnaire des argilites est trop faible par rapport à la précision de la mesure.

On observe une courte phase de fluage tertiaire qui correspond à l'augmentation de la vitesse de déformation jusqu'à la rupture. Cette observation reste toutefois biaisée par le fait que la microcellule n'est pas équipée d'un dispositif d'acquisition automatique des déplacements.

L'attention a été portée au niveau macroscopique sur l'évolution de la forme générale des lames épaisses. Au regard du champ de contraintes imposé et de la cinématique de déformation possible, une déformation ductile se traduirait par l'évolution de la forme des éprouvettes vers une forme en tonneau, ce qui n'a jamais été observé.
La déformation axiale juste avant la rupture qui se traduit par un raccourcissement inférieur à 1% reste bien trop faible pour qualifier la déformation de ductile.

3.5.5 Fracturation

Les fractures qui sont observées à la rupture des lames épaisses sont compatibles avec le champ de contraintes imposé et la cinématique de déformation possible mais leur initiation est fortement liée aux hétérogénéités de la texture représentées principalement par les agrégats de carbonates, de quartz et de pyrite et à la structure des argilites.

Les lames épaisses d'argilites ont un comportement plutôt fragile et de façon générale on distingue à la rupture, des fractures de traction parallèles à la direction de la contrainte principale et des fractures de cisaillement inclinées. Ces dernières se font en partie selon les plans d'anisotropie de la structure matérialisée par l'orientation des minéraux argileux et la présence des agrégats de minéraux non argileux sur les lits.
La lame épaisse L8 d'argilite *du toit* qui est taillée perpendiculairement aux plans du litage est la seule lame épaisse où les fractures de cisaillement ne se font pas selon les plans du litage.

La déformation globale des lames épaisses avant la rupture reste faible, moins de 1%, en général, 0,44% pour L6, 0,48% pour L3, 0,6% pour L4, 0,8% pour L5 et L7.
Cette caractéristique de la déformation des lames épaisses d'argilites explique l'échec de la méthode d'analyse d'images mise en œuvre qui s'avère trop peu précise. De façon générale, elle n'apporte pas d'informations plus pertinentes que celles obtenues à l'œil nu.

Il a été impossible de mettre en évidence les petites déformations et les phénomènes de localisation n'ont pu être retrouvés que de façon exceptionnelle. C'est le cas sur la lame épaisse L3 d'argilite *du milieu* avec la déformation autour du grand glomérule pyritisé (Figure 54 A).

Sur les autres lames épaisses seules les fractures de cisaillement et les petites fractures dans les coins peuvent être clairement retrouvées.

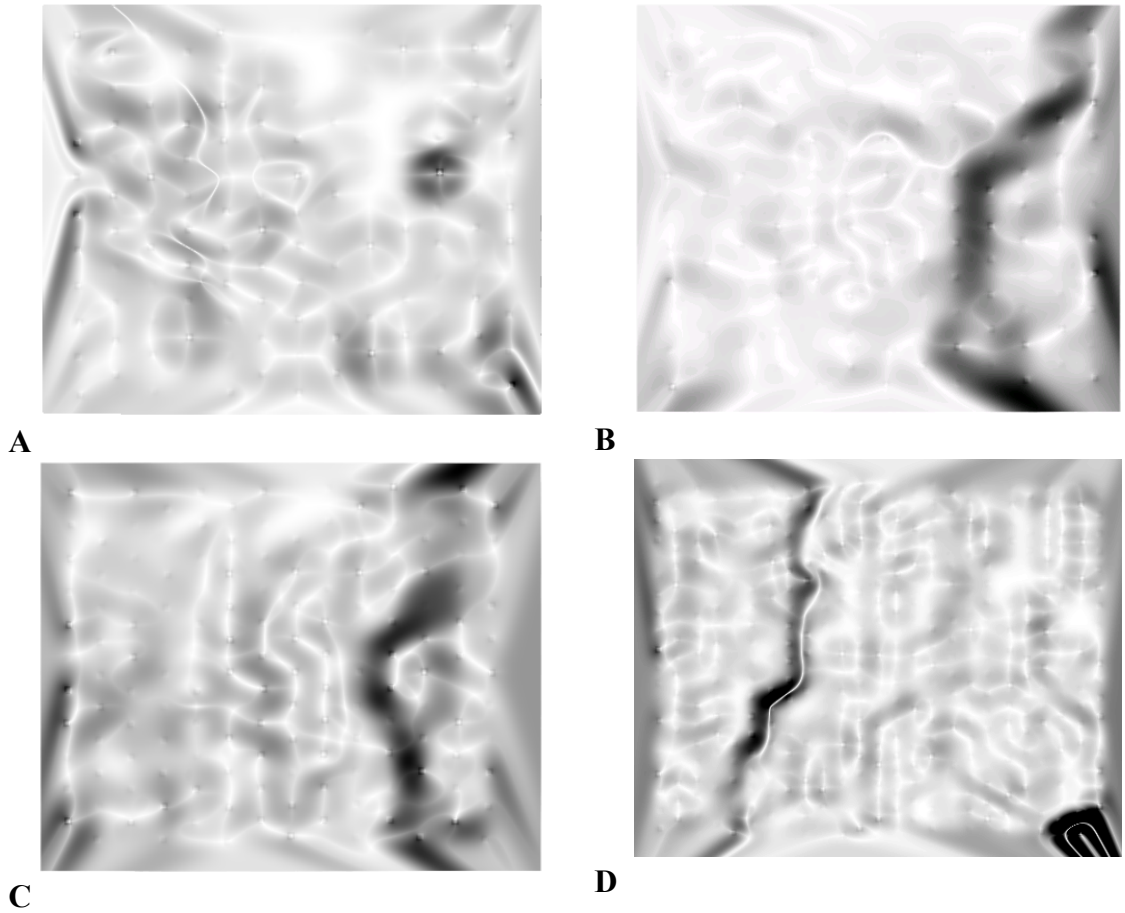


*Figure 54 : Résultats de l'analyse d'images : cartes du gradient des déplacements de trois lames épaisses. Les zones de plus forte déformation sont en noir **A)** : L3 entre l'état initial et l'état après 49 jours d'essai, les déformations sont localisées autour d'un bioclaste pyritisé altéré. **B)** : L3 entre l'état initial et la rupture. La fracture parallèle à la direction de la contrainte de compression (Figure 39) n'apparaît pas car son ouverture reste petite devant le déplacement sur la fracture de cisaillement **C, D)** : L2 et L5 entre l'état initial et la rupture (Figure 37 et Figure 46).*

4 CONCLUSION

Les résultats de la caractérisation pétrophysique effectuées au cours de nos essais sont cohérents avec les résultats apportés par d'autres études.

La réalisation de plusieurs essais en microcellule CGI permet de retrouver quelques traits déjà connus du comportement thermohydromécanique des argilites de l'Est. Il s'agit, en particulier, de leur sensibilité à l'eau, qui s'explique par l'influence de la texture et des minéraux argileux et de leur comportement fragile sous faible confinement.

Même si les observations faites doivent être interprétées en tenant compte des dimensions géométriques modestes de l'échantillon et du faible confinement auquel il est soumis pendant l'essai, ils permettent de montrer qu'il faut apporter une attention particulière aux sulfures de fer qui représentent une phase minérale sensible à l'altération. Sous des sollicitations thermomécaniques en atmosphère ouverte pendant plus de 10 jours, les glomérules pyritisés conditionnent le comportement des échantillons d'argilites de l'Est de dimensions centimétriques. Leur effet est de diminuer la résistance à la rupture des échantillons d'une valeur qui est probablement bien supérieure à 10%.

CHAPITRE 4 : ETUDE DE LA TEXTURE

1 INTRODUCTION

Le but de ce chapitre est de présenter le deuxième ensemble des résultats tirés de l'étude expérimentale. Il s'agit notamment d'essayer de préciser les relations entre la déformation macroscopique des lames épaisses et l'évolution de leur texture et de leur structure.

2 ROLE DE LA MINERALOGIE, DE LA TEXTURE ET DE LA STRUCTURE DANS LA DEFORMATION

2.1 Absence d'indices de rupture ductile

Au cours des essais en microcellule sur les lames épaisses d'argilites de l'Est, une attention minutieuse a été portée à l'évolution des agrégats identifiables de carbonates et de pyrite. Des images représentants les mêmes détails à différents niveaux des essais ont été traitées puis comparées entre elles mais aucune évolution de leur orientation ou de leur forme n'a été mise en évidence.
Dans les conditions de nos essais, la phase argileuse est la seule susceptible d'avoir un comportement ductile. Au niveau microscopique, il y a probablement des déformations viscoplastiques qui sont dues à l'action de la contrainte thermomécanique et à l'hydratation ou à la déshydratation des particules argileuses autour desquelles se développe l'essentiel de la porosité. Toutefois, ces déformations ne sont pas visibles aux niveaux mésoscopique et macroscopique à cause de la présence de grains et d'agrégats plus rigides dans la texture, à cause de la structure et aussi du fait de la porosité relativement faible.

Cela contraste avec les résultats des études autrefois effectuées par le CGI sur les échantillons de sel gemme, provenant du Bassin Bressan d'âge Eocène supérieur et sur les échantillons de sel de dôme du Permien supérieur provenant de l'ancienne mine d'Asse en Allemagne (Ghazali, 1995). Dans les mêmes conditions thermomécaniques et sous des degrés hygrométriques nettement plus faibles - 0%, 55%, 70%, 80% - les lames épaisses de sel gemme avaient toujours un comportement ductile, traduit par un changement de forme important bien visible à l'œil nu. Cette ductilité, conférée par les plages de cristaux de halite, conduit à une accommodation des déformations sous forme de petites fissures parallèles à la direction de la contrainte de compression et localisées dans la matrice carbonato-argilo-sulfatée, surtout présente dans un des lithofaciès du sel du Bassin Bressan ou aux joints des grains de halite du sel de dôme.

2.2 Description générale de la rupture cataclastique

La déformation des argilites de l'Est, dans les conditions de nos essais, a donc plutôt un caractère fragile ou cataclastique. L'endommagement et la fissuration ont plusieurs origines qui sont en relation avec la texture du matériau, sa structure et les sollicitations appliquées. En se basant sur l'ensemble des observations réalisées au cours des essais et sur les observations et analyses réalisées après la rupture, on proposera ci-après des descriptions de la déformation des lames épaisses *du toit* et des lames épaisses *du milieu*.

2.2.1 Description mésoscopique – Observations en cours d'essais

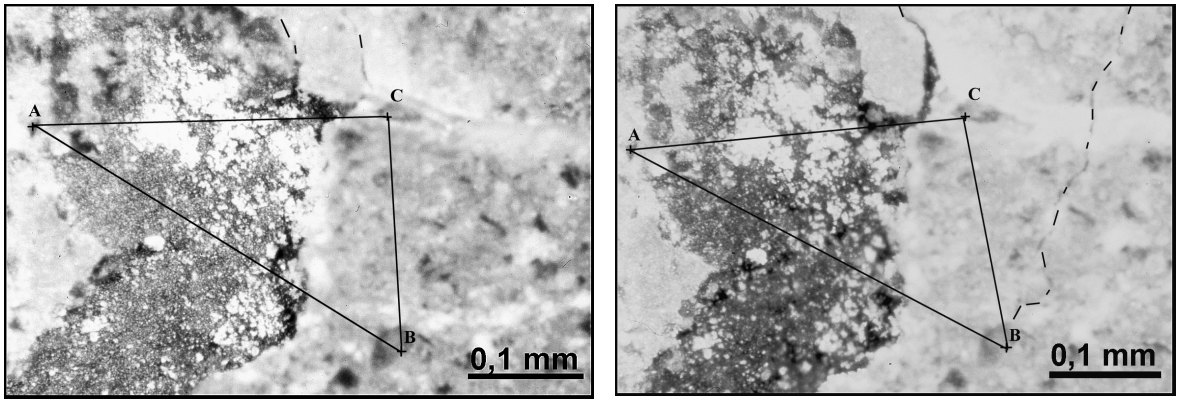
2.2.1.1 Les grains et agrégats de minéraux non argileux

Lame épaisse L2

La lame épaisse L2 d'argilite *du toit* est taillée parallèlement aux plans du litage. Sa texture est caractérisée par la présence dans un coin de la face 1 d'un agrégat plurimillimétrique constitué d'un mélange de calcite et de pyrite. Elle est soumise aux paliers de contrainte à 5, 10 et 20 MPa (Chap. 3, § 3.1.).

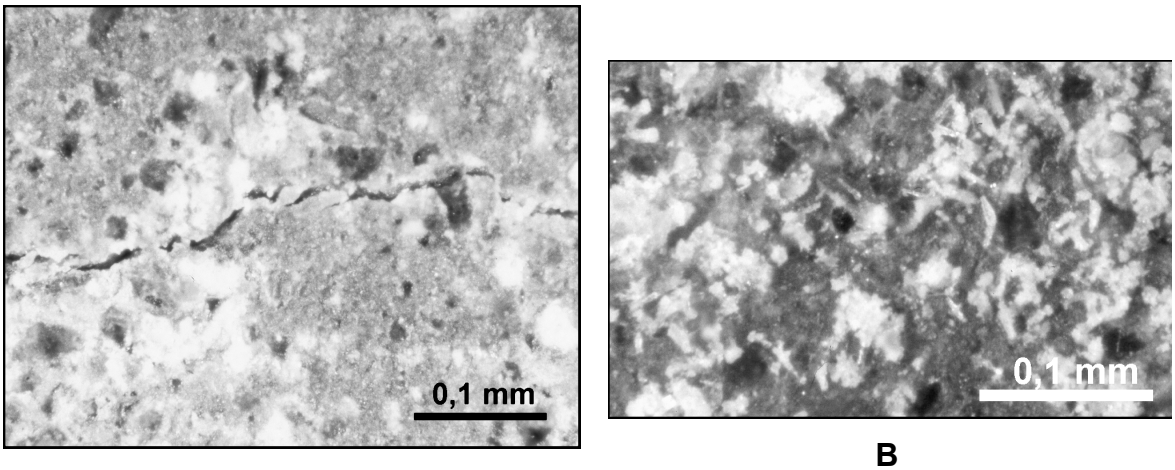
Les déformations mesurées sur L2 au premier seuil de contrainte à 5 MPa sont à mettre en relation avec une fissure qui s'est amorcée à partir de l'agrégat situé dans le coin de la lame épaisse (Figure 55). Cette hétérogénéité joue le rôle d'un plan de cisaillement et l'effet de la fissure générée est de détacher un fragment de matériaux de la lame épaisse, ce qui diminue ainsi la section participant à la résistance à la compression. La redistribution de la contrainte sur une section plus petite explique la déformation relativement importante de la lame épaisse. C'est de cette zone, déjà affaiblie, qu'est partie la deuxième fissure de cisaillement a l'origine de la rupture de la lame épaisse L2 à la fin du palier de contrainte à 20 MPa. L'observation après l'ouverture de la microcellule montre que cette fracture oblique s'est développée en mode II en suivant en partie les plans de litage. Sa formation est largement facilitée par l'hydratation des minéraux argileux et la présence de minéraux non argileux intercalés entre les lits.

On observe aussi la formation, au cours du palier de contrainte de 20 MPa, d'une fissure de traction parallèle à la contrainte axiale de compression sur la face 2 de la lame épaisse L2 (Figure 56 A), l'altération des petits glomérules pyritisés et la formation de petit cristaux blancs, qui s'avèreront être du gypse, sur sa surface (Figure 56 B).



A B

Figure 55 : Microphotographies de la lame épaisse L2 ***A)*** *Vue partielle du plan de cisaillement constitué par un bioclaste calcifié et pyritisé de grande taille à l'origine de la fracture de cisaillement sur le coin de L2* ***B)*** *altération du bioclaste et départ de la fissure de cisaillement, distorsion du triangle ABC*



A **B**

Figure 56 : Microphotographie de la lame épaisse L2 d'argilite du toit ***A)*** *Fissure centrale en extension parallèle à la direction de la contrainte principale* ***B)*** *Petits cristaux blancs de gypse apparus à la surface*

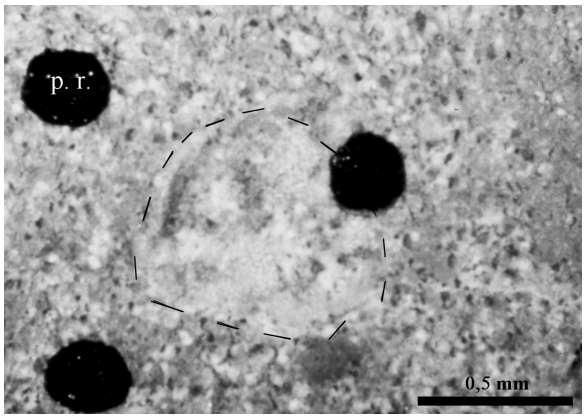
Lame épaisse L4

La lame épaisse L4 d'argilite *du toit* est taillée parallèlement aux plans du litage. Observée à l'aide du macroscope Wild, sa texture se caractérise par la présence de quelques agrégats de carbonates d'une taille inférieure à 0,5 mm et de glomérules de pyrite d'environ 0,1 mm dispersés dans la matrice argileuse.

Le chargement a consisté à imposer à la lame épaisse un palier de contraintes à 12 MPa et des paliers de températures à 40°C puis à 80°C (Chap. 3, § 3.2.).

Le premier signe d'évolution de la texture repéré sur L4 est une fissure sub-parallèle à la contrainte axiale de compression 4 jours après le début du palier de contrainte de 12 MPa.

La rupture a eu lieu après 43 jours d'essai alors que la contrainte de compression axiale est maintenue constante depuis 25 jours et la température depuis 10 jours.
On observe sur la face 1 une fissure en mode I parallèle à la direction de contrainte axiale de compression (Figure 57) ainsi que des petites fractures dans les coins. Sur la face 2, la rupture se traduit par un écaillage lié à des fissures de cisaillement qui se développent en partie selon les plans du litage.



A B

*Figure 57 : Microphotographie de la lame épaisse L4 d'argilte du toit **A)** Agrégat de carbonate et de pyrite de grande taille au début de l'essai. p. r. : point de repère **B)** Fissure centrale en extension parallèle à la direction de la contrainte principale passant à l'interface de l'agrégat et de la matrice argileuse à la rupture de lame épaisse*

Lame épaisse L7

La lame épaisse L7 d'argilite *du milieu* est taillée parallèlement au plan du litage. Sa texture est caractérisée par la présence de glomérules pyritisés.
Le chargement consiste à lui imposer un palier de contrainte à 12 MPa et une température évoluant de 40 à 80°C en passant par un palier à 60°C (Chap. 3, § 3.3.)

La rupture a eu lieu après 30 jours d'essai alors que la température était de 100°C et l'humidité relative à 100%. La rupture s'est faite selon une seule fracture en mode II initiée par la présence d'un glomérule pyritisé de grande taille (Figure 50 B, Chap. 3).

2.2.1.2 Les fissures préexistantes : Lame épaisse L1

La lame épaisse L1 d'argilite *du toit* est taillée parallèlement aux plans du litage. Le chargement a consisté à appliquer des paliers de contraintes à 5, 10 et 20 MPa durant 20 jours chacun sous une température fixée à 40°C (Chap. 3 § 3.1.)
Il existe une fissuration macroscopique comblée sur la lame épaisse L1 qui est probablement due à la perturbation de l'extrémité du tronçon de la carotte au cours de son conditionnement.

A B

C D

Figure 58 : Microphotographies de la lame épaisse L1 ***A)*** *Extrémité de la fissure centrale avant 20 MPa* ***B)*** *Décohésions en bout au palier de 20 MPa* ***C)*** *Fissure arrêtée par un grain à 20 MPa* ***D)*** *Déviation et avancée de la fissure à 25 MPa*

Aucune évolution de la texture n'a été observé avant 20 MPa. Au début de ce palier, on observe l'ouverture en son milieu de la fissure préexistante au centre de la lame épaisse, puis 13 jours plus tard de petites décohésions intergranulaires sont devenues visibles à ses extrémités. La fissure s'est ensuite propagée parallèlement à la contrainte axiale de compression dans l'argilite apparemment saine jusqu'à la fin du palier de contrainte de 20 MPa où elle s'est arrêtée sur un agrégat (Figure 58 A, B, C).

Cette fissure n'a pas traversé l'échantillon sur toute son épaisseur et sa propagation sur une petite longueur s'est faite sur plusieurs jours sous une contrainte constante et de façon non brutale. Il s'agit donc d'une fissure de fluage.
Par la suite, avec l'augmentation de la contrainte mécanique de 20 à 25 MPa, cette fissure a évolué en étant déviée par l'agrégat précédemment mentionné sans toutefois entraîner la rupture de la lame épaisse (Figure 58 C, D).

2.2.1.3 Les plans du litage

Lame épaisse L6

La lame épaisse L6 d'argilite *du toit* est taillée parallèlement aux plans du litage. Comme celle de la lame épaisse L4, sa texture est caractérisée par la présence de quelques agrégats de carbonates d'une taille inférieure à 0,5 mm et de glomérules de pyrite d'environ 0,1 mm dispersés dans la matrice argileuse.
Le chargement a consisté à lui imposer un palier de contraintes à 12 MPa et des paliers de températures à 40 puis à 80°C (Chap. 3 § 3.3).

Aucune évolution de la texture n'est observée avant la rupture, à l'exception de l'altération des petits glomérules pyritisés.

La rupture qui fait suite à l'augmentation de la température à 100°C après 29 jours d'essai est due à des fractures de cisaillement initiées dans les coins de la lame épaisse du fait des concentrations de contraintes qui y existent. Elles font au départ un angle d'environ 20 degrés avec la direction de la contrainte de compression puis elles ont tendance à changer de direction pour devenir sub-parallèle à cette dernière.
On distingue aussi à la surface des grandes faces des fissures organisées en familles (Figure 59) rappelant les réseaux de diaclases observés en régime compressif à plus grande échelle. Au milieu de la lame épaisse, il y a un écrasement de la texture lié au contact des prismes à base trapézoïdale limités par les fractures.

Contrairement aux autres lames épaisses taillées parallèlement aux plans du litage, la structure de l'argilite semble n'intervenir qu'assez peu dans la rupture de la lame épaisse L6. Cela pourrait indiquer qu'au moment de la rupture le litage ne constituait plus une faiblesse structurale très marquée.
Comme on l'a évoqué dans le précédent chapitre, l'augmentation de la température à 60°C pendant 6 jours a probablement entraîné une certaine déshydratation des minéraux argileux et la formation de microfissures de retrait. Par la suite, une production importante de vapeur d'eau dans l'étuve et la mise en contact de la lame épaisse avec de l'eau liquide, du fait de la condensation sur la microcellule, a probablement entraîné une diminution de l'énergie de surface dans toute la lame épaisse et la rupture.

Même si les microfissures de retrait ne sont pas visibles au macroscope Wild, on peut suspecter leur présence en observant l'infiltration d'une goutte d'eau à la surface de la lame épaisse rompue (Figure 60).

Figure 59 : Microphotographie de la lame épaisse L6 après la rupture. Famille de fissures de cisaillement rappelant les réseaux de diaclases observés l'échelle du massif

A B

Figure 60 : Microphotographies de la lame épaisse L6 après la rupture. ***A, B)*** *Infiltration sur une durée de temps de 10 s d'une goutte d'eau : existence de microfissures de retrait?*

Lame épaisse L8

La lame épaisse L8 d'argilite *du toit* est taillée perpendiculairement aux plans de stratification. Au cours de la préparation, elle s'est rompue en deux morceaux selon un plan de stratification. Les plans du litage sont soulignés par des traces plus claires et par des agrégats de carbonates. Après une phase de resaturation de 15 jours, la contrainte axiale de compression est portée au palier de contrainte à 12 MPa et la température est fixée à 40°C (Chap. 3 § 3.4.).

Au cours de la déformation de la lame épaisse L8, on observe un écrasement de la texture près du piston et de la butée ainsi qu'une fermeture des discontinuités représentant le litage (Figure 61).

A B

*Figure 61 : Microphotographie de la lame épaisse L8 d'argilte du toit **A)** Détail de la texture sous une contrainte axiale de 1 MPa **B)** Evolution de la vue A sous une contrainte de 12 MPa, La déformation est due à la fermeture du plan du litage : AB =1,07 x A'B' et CD = C'D'*

Des microfissures de fluage se sont progressivement propagées selon une direction sub-parallèle à la contrainte axiale de compression. Elles semblent être initiées par les irrégularités géométriques des plans de stratification (Figure 62).

A la rupture, on observe deux types de fractures, en cisaillement et en traction. La direction de la contrainte de cisaillement étant perpendiculaire au litage, ce dernier n'a pas d'influence directe sur la rupture. Son influence est liée aux microfissures de fluage qui se sont ouvertes à la rupture.

Figure 62 : Microphotographie de la lame épaisse L8 d'argilte du toit : microfissure de fluage joignant deux "accidents" situés sur les plans du litage. Fi : fissure de fluage

2.2.1.4 L'altération des glomérules pyritisés

Lame épaisse L3

La lame épaisse L3 d'argilite *du milieu* est taillée parallèlement aux plans du litage. Elle est soumise à des paliers de contrainte à 5, 10 et 20 MPa sous une température fixée à 40°C.
Sa texture se caractérise par la présence de glomérules pyritisés sur la face 1 (Chap. 3, § 3.1.)

Pour la lame épaisse L3, on doit relier les déformations survenues au début du palier de contrainte de 5 MPa après moins d'une dizaine de jours d'essai, à une redistribution des contraintes dans l'échantillon suite à la formation de microfissures autour des glomérules pyritisés qui s'altèrent. La croissance de ces microfissures et la redistribution de la contrainte de compression qui s'en suit est certainement à l'origine des déformations observées à 10 MPa (Figure 63).

A 14 MPa, deux fissures autour du plus grand glomérule pyritisé sont devenues instables et ont engendré la rupture.
Comme pour les lames épaisses L2 et L4, l'observation des morceaux après l'ouverture de la microcellule montre qu'une des fractures s'est développée en mode II en suivant en partie les

plans du litage et en induisant très probablement un phénomène de dilatance. L'autre fractrure sub-parallèle à la contrainte axiale de compression, s'est développée en mode mixte I-III.

A B

*Figure 63 : Microphotographies de la lame épaisse L3 d'argilte du milieu **A)** Amorce de microfissures autour d'un bioclaste pyritisé **B)** Evolution de la plage de la figure A; ouverture d'un réseau de fissures suite à l'altération du bioclaste pyritisé*

Lame épaisse L5

La lame épaisse L5 d'argilite *du milieu* est taillée dans le plan du litage. Sa texture est caractérisée par la présence de glomérules pyritisés.
Le chargement a consisté à lui imposer un palier de contrainte à 12 MPa et des paliers de températures à 40°C puis à 80°C (Chap 3. § 3.2.).

La première évolution de la texture est liée à l'altération des plus grands glomérules pyritisés qui est observable au bout de 8 jours d'essais. L'évolution de cette altération est similaire à celle observée sur la lame épaisse L3.

La rupture est due à une fracture de cisaillement oblique. Après l'arrêt de l'essai, on observe que cette dernière se développe en partie en suivant les plans du litage. Sa formation est une conséquence de l'altération du glomérule pyritisé.
Il existe en plus une fissure de traction parallèle à la contrainte principale de compression (Figure 64) et de petites fractures cisaillement dans un coin de la lame épaisse qui sont dues aux concentrations de contraintes.

A B

C

*Figure 64 : Microphotographies de la lame épaisse L5 d'argilte du milieu montrant l'évolution d'un bioclaste pyritisé : **A)** au début de l'essai ; **B)** auréole d'altération après 25 jours ; **C)** fissure en extension à la rupture de la lame épaisse après 43 jours d'essai*

Lame épaisse L7

La lame épaisse L7 d'argilite *du milieu* est taillée parallèlement aux plans du litage. Sa texture est caractérisée par la présence de glomérules pyritisés.
Le chargement consiste à lui imposer un palier de contrainte à 12 MPa et une température évoluant d'un palier à 40°C à un palier à 80°C (Chap. 3 § 3.3).
Les observations recoupent exactement celles faites jusqu'à la rupture sur les deux précédentes lames épaisses L3 et L5 d'argilite *du milieu*.

Par la suite, la contrainte étant diminué à 5 MPa, l'essai a été continué. Il a duré 163 jours et montre que tous les petits glomérules pyritisés finissent par s'altérer (Figure 65) alors que dans les essais plus courts, l'altération ne concernait que les plus gros. Cette progression de l'altération est à l'origine d'une nouvelle fissuration, indépendamment de la contrainte mécanique appliquée.

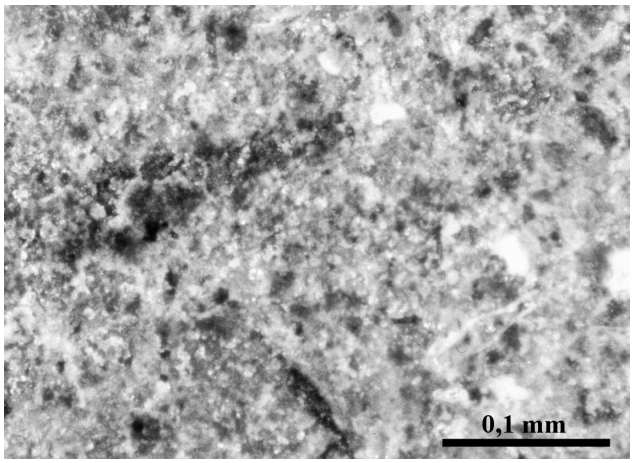


Figure 65 : Microphotographie de la lame épaisse L7 d'argilite du milieu montrant l'altération d'un glomérule pyritisé de petite taille après 127 jours d'essai. A comparer avec la Figure 28 F

2.2.2 Description microscopique – Observations après la rupture

2.2.2.1 Identification des néoformations par diffractométrie des rayons X

Après la rupture des lames épaisses d'argilites, des analyses par diffractométrie des rayons X par la méthode des poudres ont été réalisées sur des fragments de matériaux prélevés au niveau de la surface, dans la matrice loin des fissures de rupture et autour des glomérules pyritisés altérés.
On notera que dans la nature, c'est le gypse, la limonite et dans une moindre mesure, la jarosite qui sont les phases minérales néoformées les plus couramment identifiées dans les argilites altérées (Taylor, 1988).

Dans chacun des échantillons prélevés, les diffractogrammes montrent très clairement l'apparition de gypse *($CaSO_4$, $2H_2O$)* (Figure 66 à Figure 68).
La variation de la quantité relative de calcite n'est pas perceptible sur les diagrammes correspondant à la roche totale, ce qui est à rapporter à la teneur initiale en pyrite qui est inférieure à 2%. Par contre la diminution relative de cette dernière (Figure 68) est bien visible. Il faut toutefois souligner qu'il en persiste une certaine quantité même dans les lames épaisses soumises aux essais de plus longue durée.

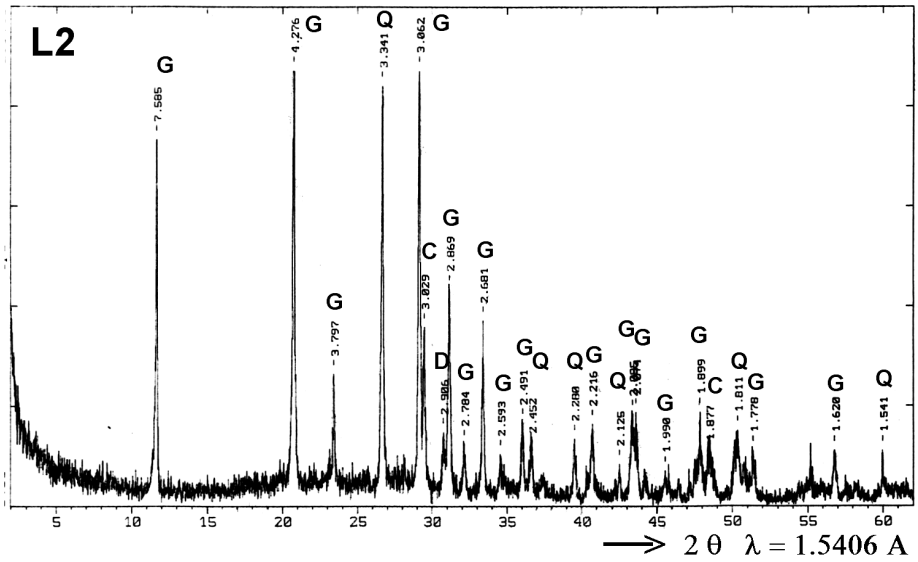


Figure 66 : Diffractogramme d'un prélèvement à la surface de la lame épaisse L2 d'argilite du toit

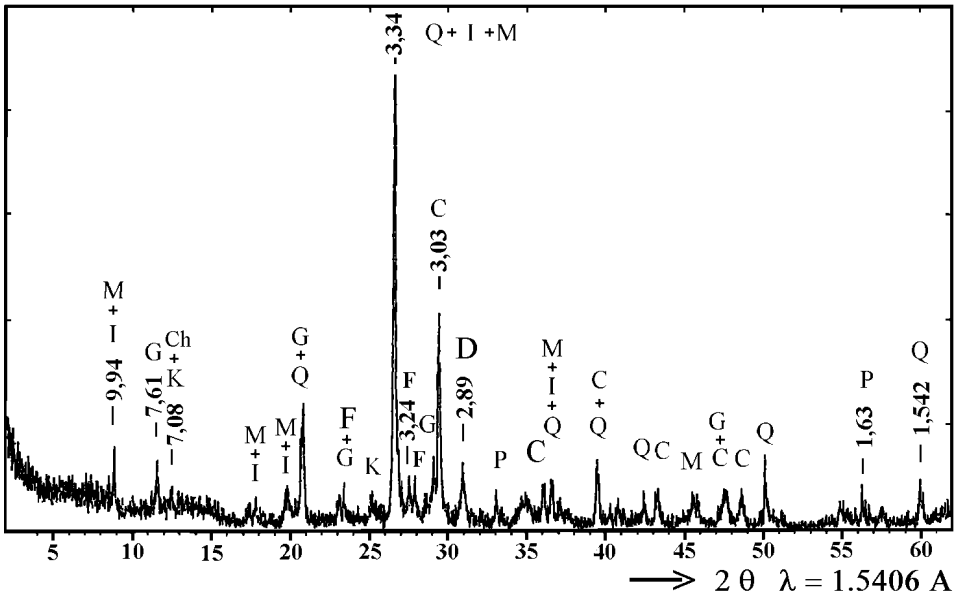


Figure 67 : Diffractogramme d'un prélèvement autour d'un bioclaste altéré sur la lame épaisse L3 d'argilite du milieu I : illite ; M : muscovite ; Ch : chlorite ; K : kaolinite ; Q : quartz ; C : calcite ; D : dolomite ; F: feldspath ; P : pyrite ; G : gypse

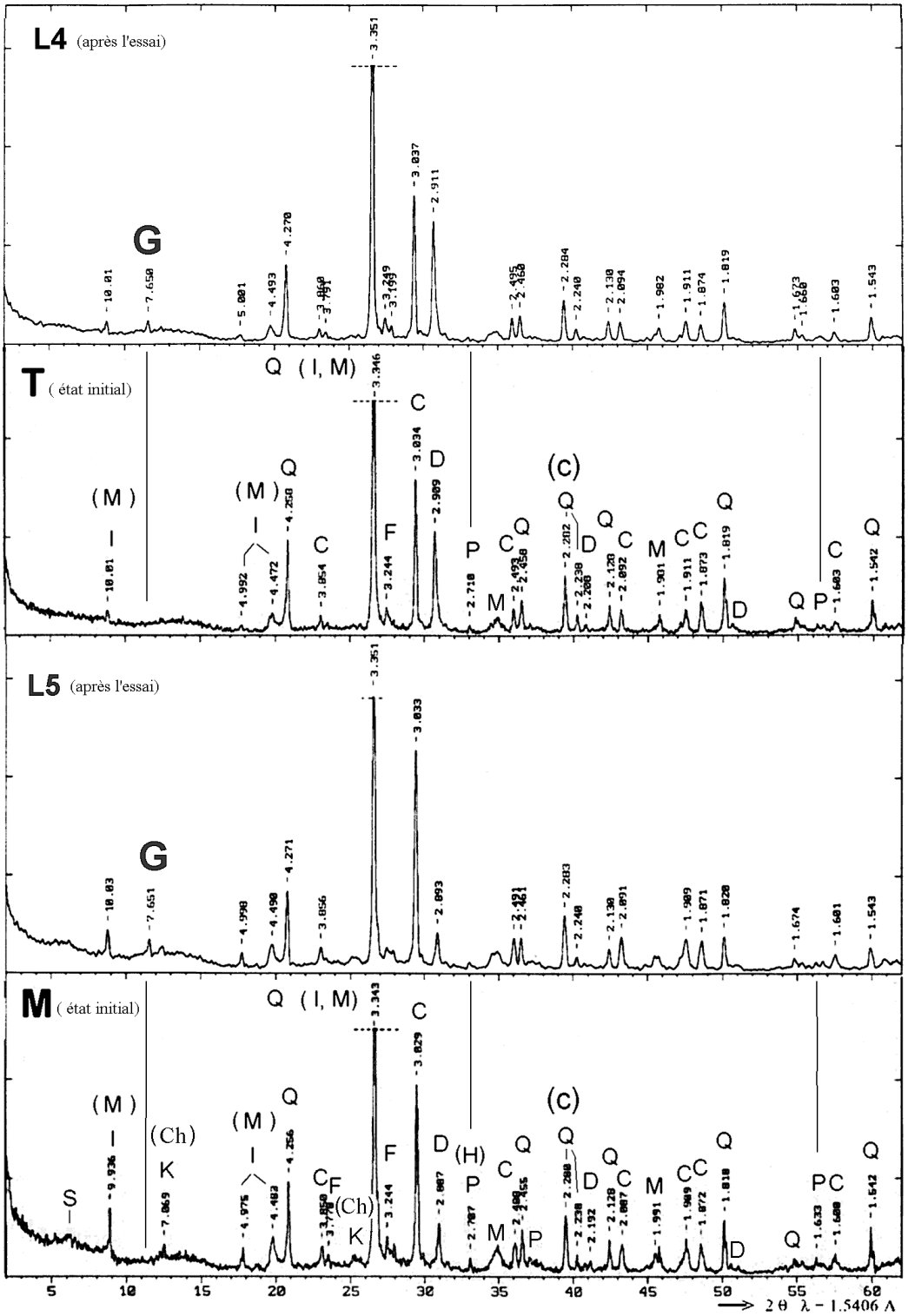


*Figure 68 : Diffractogrammes d'échantillons du toit **T** et du milieu **M** à l'état initial et diffractogrammes d'échantillons des lames épaisses L4 et L5 d'argilites du toit et du milieu après les essais. Mise en évidence du gypse et de la diminution de la Pyrite. I : illite ; M : muscovite ; K : kaolinite ; Ch : Chlorite ; Q : quartz ; C : calcite ; D : dolomite ; F: feldspath ; P : pyrite ; G : gypse*

Il y a un bruit de fond important sur les diffractogrammes des échantillons prélevés à la surface des lames épaisses et autour des glomérules pyritisés altérés. Ce bruit de fond s'explique par la présence du fer qui induit avec le rayonnement utilisé (Cu-Kα) de la fluorescence.

Il n'est pas possible d'identifier les produits néoformés, dérivés du fer, issus de l'altération des pyrites. On a recherché de la goethite *(α-FeO(OH))*, de la lépidocrocite *(γ-FeO(OH))*, de la jarosite *($KFe_3(SO_4)_2(OH)_6$)*, de la ferrihydrite (*$Fe_5O_7(OH)$, $4H_2O$)* et de la mélantérite *($FeSO_4$, $7H_2O$)* sans distinguer aucune raie caractéristique de ces différents minéraux (Figure 67). On peut apporter à cela deux éléments d'explication :

- la multiplicité des espèces qui sont en présence ne permet pas de dépasser les seuils détectables pour chacune d'elles;
- les phases contenant le fer sont en grande partie amorphes ou cryptocristallines et doivent alors être regroupées sous le terme de limonite *(FeO(OH), (1-3) H_2O)*.

L'analyse par diffractométrie des rayons X ne permet pas, par ailleurs, d'avoir des informations précises sur l'évolution des argiles sous l'effet de l'altération des pyrites. Enfin, rien n'indique que la proportion de smectites soit moins importante dans les lames épaisses soumises à une température de 80°C que dans les échantillons à l'état initial. Il faut préciser que ces transformations de type diagénétique sont toutefois extrêmement lentes.

2.2.2.2 Evolution de la porosité totale

L'étude de l'évolution de la porosité a été réalisée sur des morceaux des lames épaisses L6 et L7 d'argilites *du toit* et *du milieu* après leur rupture. Les résultats sont reportés dans le tableau suivant (Tableau 8) :

		Lame épaisse L6	Lame épaisse L7
Densité du squelette solide	ρ_s/ρ_w	2,66	2,66
Porosité à l'hélium	n(%)	20,30	19,00

Tableau 8 : Mesures de la porosité à l'hélium après l'essai

Ces valeurs sont à comparer avec celles contenues dans les tableaux 4 et 5 du chapitre 3. On constate une légère diminution des masses volumiques du squelette solide et une augmentation de la porosité totale dans les deux échantillons. La légère diminution de la masse volumique du squelette solide est cohérente avec l'apparition de phases néoformées, gypse et limonite, qui sont moins denses que les phases de carbonates et de pyrite initialement en présence.

L'augmentation de la porosité totale qui est significative dans le cas de l'échantillon *du toit* est interprétable en se référant à sa texture. La texture de la lame épaisse L6 étant relativement homogène, sous l'effet de la contrainte mécanique, l'endommagement se développe dans l'ensemble de la lame épaisse. Dans le cas de la lame épaisse L7 par contre, un seul défaut de la texture est à l'origine de la rupture. Il s'agit du grand glomérule pyritisé qui a induit la formation d'une fracture de cisaillement.
Même si ce résultat n'a pas été vérifié pour tous les autres essais, il est vraisemblable qu'il puisse être généralisé.

2.2.2.3 Observations au MEB et analyses à la sonde EDS

Les observations au MEB et l'analyse à la sonde EDS réalisées sur des fragments prélevés "loin" des fissures de rupture mettent en évidence l'évolution de la microtexture de l'argilite.

Aux faibles grossissements, la surface des échantillons observés apparaît tapissée de cristaux blancs. Aux grossissements plus élevés on voit l'apparition d'une porosité de pores et d'une porosité de fissures. Dans le plan du litage, les grains et les agrégats de minéraux non argileux ne sont plus aussi bien moulés dans la matrice argileuse. Ils apparaissent déchaussés et altérés.

Les cristaux blancs qui tapissent des surfaces observées se relèvent être des cristaux néoformés de gypse. Ils sont sous diverses formes cristallines aussi bien dans les échantillons *du toit* que dans les échantillons *du milieu*. On distingue du gypse en masse et des cristaux sous forme tabulaire, sous forme aciculaire et sous forme monoclinique (Figure 69 A à D). La taille de ces cristaux ou de ces ensembles de cristaux peut être supérieure à 0,1 mm.
Ils ont souvent tendance à croître perpendiculairement au plan du litage. Ils soulignent alors la porosité de fissures pouvant être sub-millimétrique à millimétrique (Figure 71). Deux hypothèses peuvent être faites :

- soit l'ouverture des plans du litage est antérieure aux cristallisations et est donc due aux contraintes mécaniques appliquées à l'échantillon ; dans ce cas la porosité de fissures est partiellement comblée par les cristallisations ;
- soit l'ouverture des plans du litage est contemporaine des cristallisations et peut-être alors due aux pressions de cristallisation des cristaux néoformés.

Ces hypothèses restent difficiles à vérifier car dans les deux cas cela se traduit par une augmentation de la porosité. Toutefois même si cela ne peut être rigoureusement démontré, en faisant l'analogie avec les observations faites à plus grande échelles, on en vient à considérer que la deuxième hypothèse est la plus probable. De plus, on observe aussi des plages de matériau qui permettent d'appuyer cette interprétation. Sur la Figure 70 par exemple, il apparaît clairement qu'il se forme une fissure de traction sous l'effet de l'altération d'un glomérule pyritisé.

Toutefois on observe aussi des fissures qui semblent plutôt avoir été ouverte préalablement aux néoformations puisque les épontes ne sont pas jointives (Figure 70 F).

Il semble que les minéraux argileux autours des glomérules pyritisés soient eux aussi un peu touchés par l'altération. On observe parfois de petits trous à la surface de certains feuillets qui font penser à des piqûres d'attaques.

La surface des carbonates montre des figures d'altération très marquées (Figure 70 A, B), contrairement à l'état initial (Figure 31 B, chap. 3, § 2.2.4.5)

Les pyrites qui sont encore visibles, apparaissent généralement altérées On fait les mêmes observations que celles faites à plus grande échelle. Les glomérules les plus altérées sont généralement ceux qui sont de plus grande taille et ceux dont la texture est la plus grossière.

On observe parfois quelques indices pouvant peut-être représenter des traces de l'activité bactérienne (Figure 69 D).

On observe des néoformations ayant une composition chimique plus variable qui témoignent des divers stades d'altération de la pyrite et des carbonates. En particulier, on observe à leur proximité, du gypse et des phases qui semblent avoir la texture d'un gel ou encore des phases qui ne semblent pas bien cristallisées (Figure 70 B et Figure 72). L'analyse à la sonde EDS montre qu'elles sont essentiellement composées de fer et elles peuvent donc correspondre à de la limonite. Elles contiennent également en proportions variables de la silice, du calcium et du potassium. Le potassium pourrait provenir d'une attaque des illites et des micas.
De façon exceptionnelle on a observé des plaquettes à haute teneur en fer et pouvant donc correspondre à de la goethite (Figure 70 E).

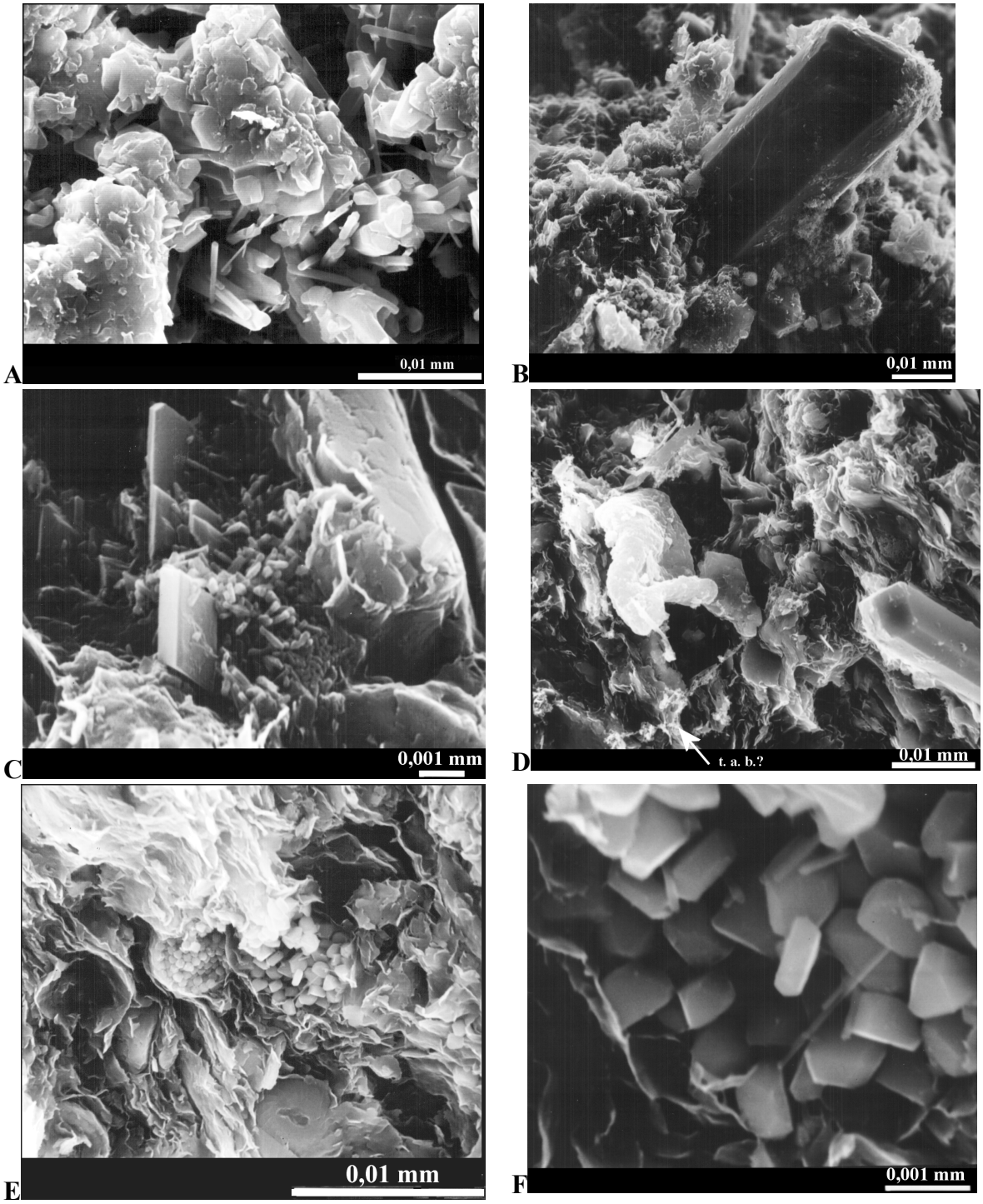


*Figure 69 : Observations au MEB de l'altération des lames épaisses **A)** Cristaux néoformés de gypse sous forme aciculaire et **B)** sous forme tabulaire dans L2 **C)** Cristaux néoformés de gypse de forme monoclinique et **D)** en masse et sous forme tabulaire dans L3. t. a. b. ? : trace de l'activité bactérienne? **E)** Deux glomérules de pyrite framboïdale dans L3 : le glomérule avec la texture la plus grossière présente un début d'altération avec des aiguilles de gypse **F)** Détail de la vue E*

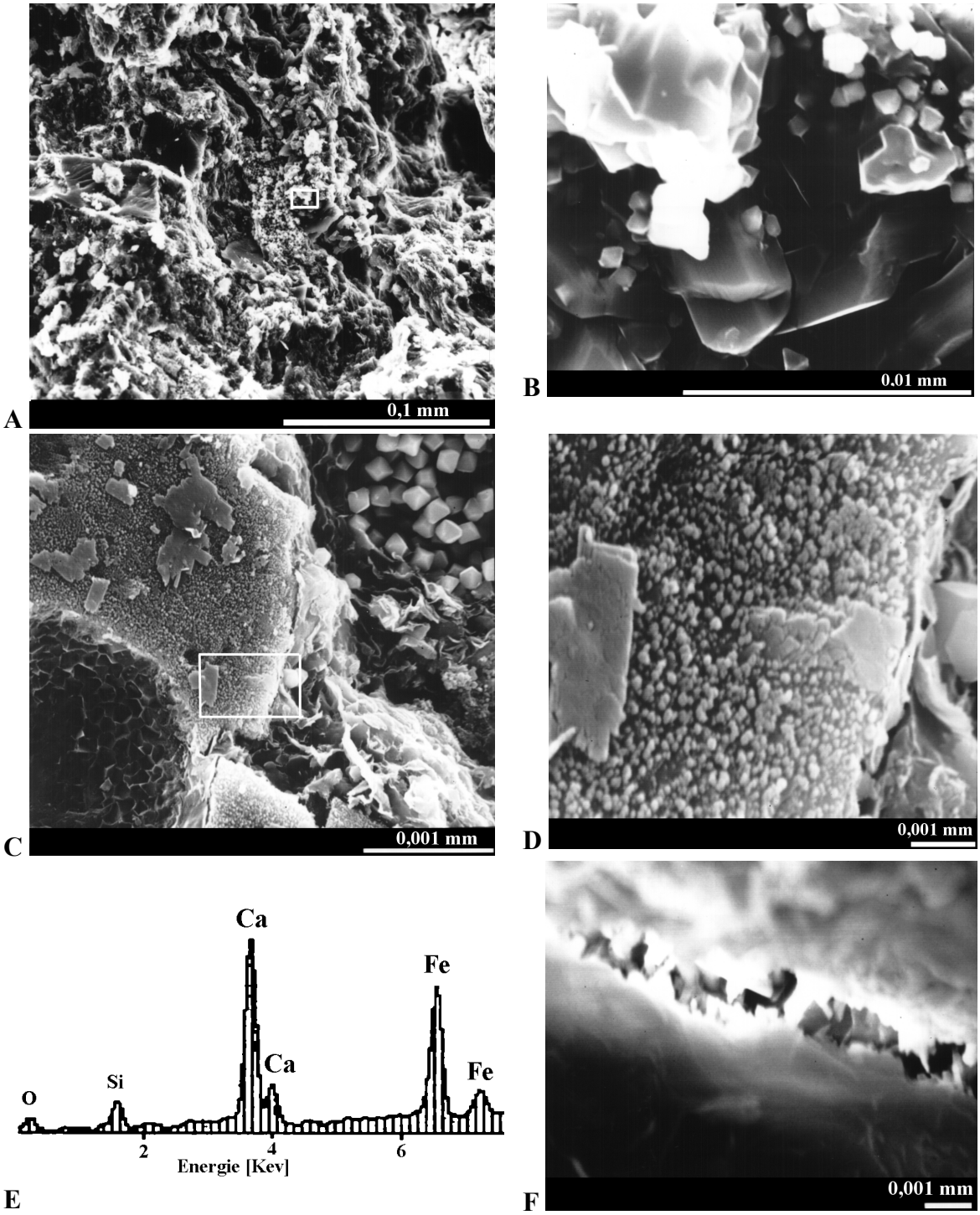


Figure 70 : Observations au MEB de l'altération de la lame épaisse L4 ***A)*** *Pyrites altérées formant de la limonite et du gypse et engendrant une fissure* ***B)*** *Détail de la vue A* ***C)*** *Carbonate légèrement déchaussé avec une surface altérée et l'empreinte d'une framboïde de pyrite* ***D)*** *Détail de la vue C* ***E)*** *Diagramme EDS correspond à la vue C : la présence de fer indique que les plaquettes pourraient correspondre à de la goethite* ***F)*** *Remplissage d'une fissure par des cristallisations néoformées.*

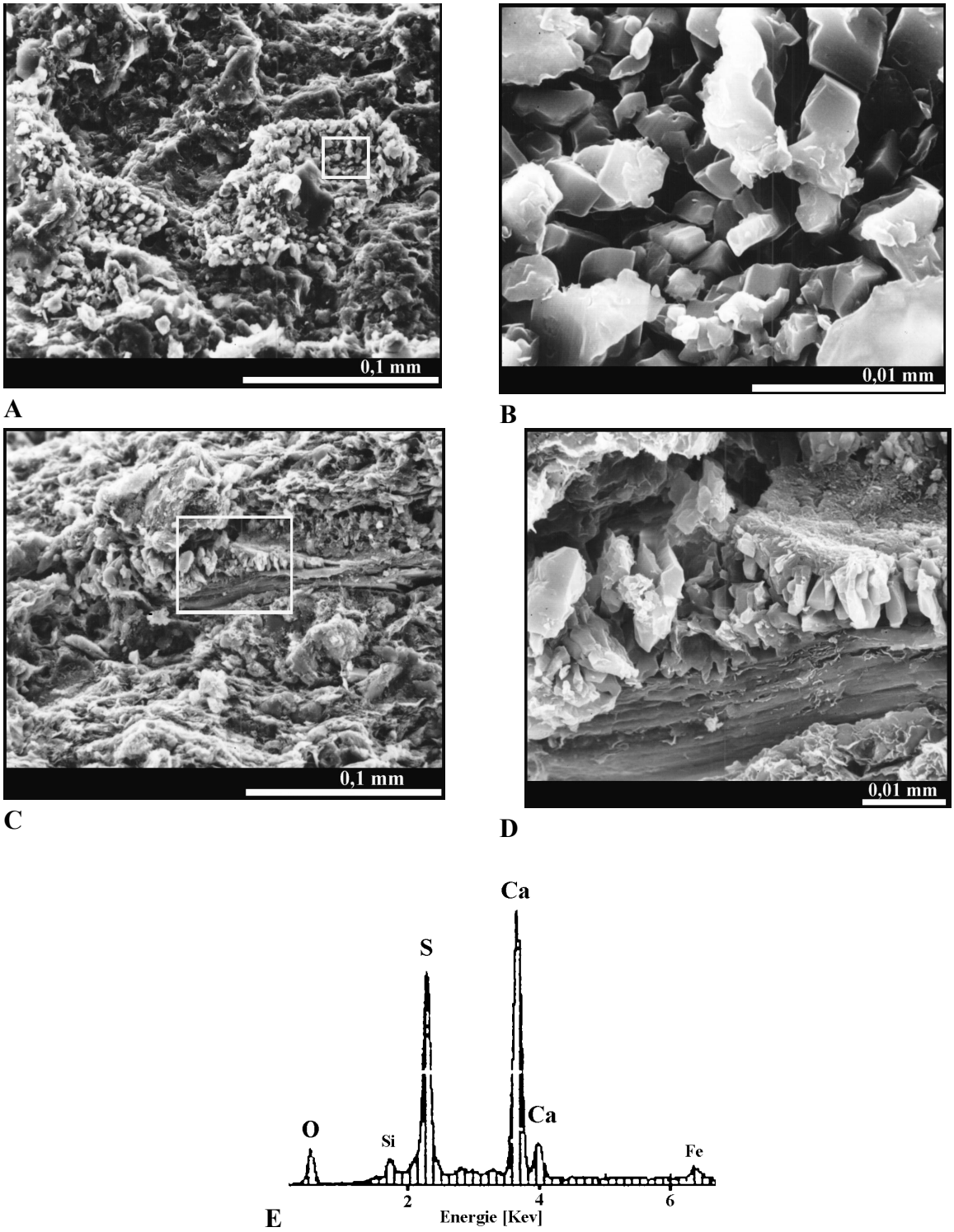


*Figure 71 : Observations au MEB de cristaux néoformés de gypse dans des fissures le long des plans du litage dans la lame épaisse L5 : **A)** Vue dans le plan du litage ; **B)** Détail de la vue A ; **C)** Vue perpendiculaire au plan du litage ; **D)** Détail de la vue C ; **F)** Diagramme EDS identifiant les cristaux de gypse (in Wright et al., 2001)*

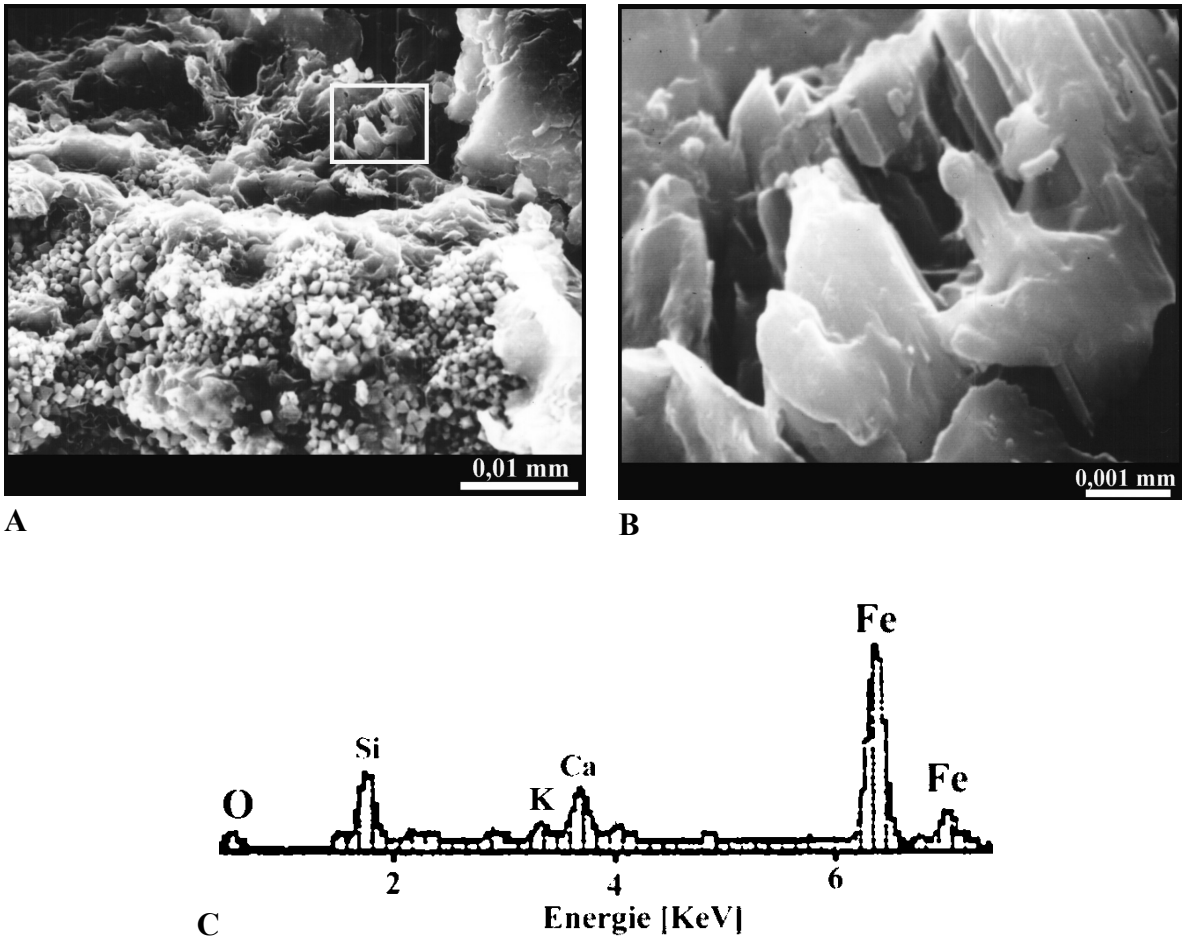


*Figure 72 : Observations au MEB de **A)** la porosité induite au bord d'un glomérule pyritisé altéré dans la lame épaisse L5 ; **B)** Détail de la vue A montrant de la limonite ; **C)** Diagramme EDS identifiant la limonite*

2.2.3 Synthèses des observations aux différentes échelles

2.2.3.1 Les lames épaisses d'argilite *du toit*

Comme on l'a montré dans le chapitre précédent (Chap. 3, § 3.1.5), les différences de propriétés mécaniques entre la matrice argileuse, les grains et les agrégats de minéraux non argileux engendrent des concentrations et des déviations de contraintes. La présence de ces premiers en proportions supérieures à celles des minéraux argileux, leur grande taille, leur forme et leur orientation par rapport à la structure de l'argilite et par rapport au champ de contraintes mécaniques rendent difficile, sinon impossible, l'accommodation des déformations entre eux et la matrice argileuse.

La caractérisation pétrophysique n'a pas permis de mettre en évidence de liaisons fortes entre la matrice argileuse et les différents grains et agrégats. Les interfaces entre ces éléments et la matrice constituent de ce fait des zones de faiblesse et sont le lieu privilégié de la formation initiale des microfissures sous l'effet des sollicitations mécanique, hydrique et thermique.
Les déformations se traduisent donc par des décohésions localisées aux interfaces des éléments de la texture et par une ouverture des petites fissures préexistantes. Cette ouverture se fait d'autant plus facilement et donc pour des contraintes axiales de compression d'autant plus faibles que les lames épaisses d'argilite sont soumises à un faible confinement durant les essais. Par la suite, ce faible confinement ne peut s'opposer à la dilatance des lames épaisses liée à la propagation de fissures.

Les conditions de contraintes et de déplacements imposées au cours de l'essai en microcellule induisent la formation d'une fissure d'endommagement généralement visible au centre d'une des deux grandes faces des lames épaisses et parallèle à la contrainte de compression. Cette fissure d'endommagement reste limitée à une faible épaisseur puisque qu'elle n'est visible que sur une seule face.
On met aussi en évidence d'autres fissures d'endommagement qui restent localisées autour des plus gros grains et autour des agrégats de minéraux non argileux.

Le fait que l'on n'observe généralement pas les mêmes fissures d'endommagement sur les deux grandes faces des lames épaisses pourrait s'expliquer en tenant compte de l'influence de la texture et de la structure des argilites. En particulier, l'énergie apportée par la contrainte axiale est trop faible pour compenser les dissipations qui se font dans les plans du litage, qui agissent donc comme des freins à l'ouverture des fissures sur toute l'épaisseur de la lame épaisse.
Même si les fissures d'endommagement semblent ne s'ouvrir que sur une faible épaisseur, leur rôle dans la rupture de l'échantillon est très important car elles ont pour effet de réduire localement la section résistant à l'effort de compression, facilitant ainsi l'apparition d'autres fissures à cause du déchargement qui se fait dans les parties déjà endommagées et du fait de l'augmentation de la contrainte effective dans les zones non endommagées. L'échantillon évolue alors vers la rupture car le niveau de la contrainte effective devient plus élevé.

A une échelle un peu plus grande c'est à dire à l'échelle de la structure, les plans de litage sont des lieux privilégiés de la fissuration et de la fracturation. Cela s'explique par le fait qu'au niveau microscopique, le litage est matérialisé par l'orientation et par l'écartement plus important des lits de particules argileuses et de muscovite ainsi que par la présence des minéraux non argileux intercalés. Cette caractéristique de la texture fait que les plans du litage sont des zones de faiblesse aussi bien vis-à-vis d'une sollicitation en traction qu'en cisaillement.

Les caractéristiques de la texture et de la structure des argilites de l'Est permettent d'expliquer l'absence de symétrie généralement observée dans les modes de rupture des lames épaisses testées. Les résultats des différentes simulations numériques effectuées dans le chapitre précédent ainsi que la lame épaisse L2 en donne une image.

Enfin, il faut rappeler, comme on l'a souligné dans le précédent chapitre, que l'eau et la température jouent un rôle qui facilite plutôt la rupture.

2.2.3.2 Les lames épaisses d'argilite *du milieu*

La différence essentielle entre les lames épaisses *du milieu* et les lames épaisses *du toit* réside dans le fait que les premières sont plus riches en minéraux argileux et qu'elles contiennent plus de pyrite, en particulier sous forme de glomérules plurimillimétriques.
Dans les conditions des essais, l'altération de ces glomérules pyritisés est un phénomène irréversible. C'est la cause majeure de l'évolution de la texture des lames épaisses *du milieu* et elle conditionne fortement leur comportement jusqu'à leur rupture.

L'altération se traduit visuellement au terme de la première semaine d'essai par l'assombrissement des grands glomérules pyritisés, puis par l'apparition d'auréoles jaunâtres et ocres (Wright et Le CLéac'h, 1999). De plus, on observe aussi la formation de petits cristaux blancs sur la surface des lames épaisses. Après la rupture des lames épaisses et l'ouverture des microcellules, l'observation des plans de fracture montre qu'ils ont un aspect rugueux et on y identifie aussi des petits cristaux blancs de minéraux néoformés. Ces deux dernières observations se font aussi sur les lames épaisses d'argilite *du toit* même si elles sont moins riches en pyrite et que la taille des glomérules y est nettement plus petite.

L'observation visuelle, l'analyse par diffractométrie des rayons X, l'observation au MEB et l'analyse à la sonde EDS de ces minéraux néoformés permet d'identifier clairement du gypse. Le gypse provient de la réaction de l'acide sulfurique formée lors de l'oxydation des pyrites avec les carbonates qui les enveloppent généralement. Cette réaction complexe qui se déclenche en atmosphère humide est due à l'oxygène libre et aux ions ferriques. Elle se traduit par la formation de plusieurs dérivés du fer et il est probable qu'elle s'accompagne aussi d'une certaine dissolution des argiles.
Aucun des dérivés du fer n'a pu être formellement identifié. A défaut, on peut faire quelques recoupements en se basant sur les différentes colorations d'un glomérule altéré. L'assombrissement des glomérules qui s'altèrent peut être due aux ions ferreux et à la mélantérite. Les auréoles jaunâtres et ocres pourraient correspondre aux différents composés du Fe^{3+}, la goethite, la lépidocrocite, la ferrihydrite, la jarosite mais aussi au soufre. En fait il semble plus probablement que les dérivées du fer se retrouvent sous forme de limonite qui est un mélange de plusieurs hydroxydes de fer amorphes ou cryptocristallins.

La densité de la pyrite est de l'ordre de 5. Celles de la calcite et de la dolomite constituant les phases carbonatées sont respectivement de l'ordre de 2,7 et de 2,9.
Les densités des différents hydroxydes de fer sont plus faibles que celle de la pyrite, de l'ordre de 3,9 pour la goethite et la lépidocrocite, 3,2 pour la jarosite et 1,9 pour la mélantérite. La densité du gypse qui est de l'ordre de 2,3 est plus faible que celles de la pyrite et de la calcite.
Les différentes néoformations sont donc moins denses que les minéraux initialement en présence ce qui entraîne nécessairement une augmentation de volume des phases solides dans les glomérules pyritisés en cours d'altération, d'où la formation de microfissures intergranulaires en mode I autour de ceux-là. Ces microfissures se développent ensuite sous l'effet couplé de la contrainte axiale de compression et de la poursuite de l'altération.

On observe que cette altération des glomérules de pyrite est d'autant plus rapide que le glomérule est de grande taille et sain au départ de l'essai, ce qui peut s'expliquer par trois éléments :

- de part leur taille, il y a une plus grande surface en contact avec l'air humide de l'environnement,
- sous l'effet de la contrainte mécanique, c'est autour des défauts de plus grande taille que l'endommagement se localise, ce qui a aussi pour effet d'accroître la surface du glomérule en contact de l'air humide de l'environnement.
- les précipités de sulfate ferreux déjà présents avant le début des essais (équation 1, Chap. 1, § 3.3.6.1) pourraient former une couche qui protège la surface de la pyrite et qui ralentît la réaction d'altération d'autant plus que le glomérule pyritisé est petit.

La cinétique du phénomène d'altération est probablement elle-même liée à l'évolution de la zone microfissurée puisque l'augmentation locale de la porosité autour du glomérule pyritisé favorise les apports de molécules d'eau et d'oxygène et entraîne, de ce fait, l'accélération du processus d'altération.

Les essais sur les lames épaisses L6 et L7 qui ont duré au total 163 jours montrent que tous les glomérules pyritisés finissent par s'altérer alors que dans les essais plus courts, l'altération n'est perceptible que sur les plus gros. La progression de l'altération est à l'origine d'une nouvelle fissuration, indépendamment de la contrainte mécanique appliquée.

La propagation de ces microfissures se fait en prenant appui sur les plus gros grains, en changeant parfois de direction ou en se divisant en deux (2) nouvelles fissures. Leurs longueurs peuvent devenir très importantes par rapport à la taille du glomérule qui les génère et il s'ensuit qu'il peut se former un réseau de fissures connectées dans les régions où il y a des amas de glomérules pyritisés ou que, lorsque le glomérule est suffisamment excentré, les microfissures atteignent les bords libres de la lame épaisse.

Par la suite, les microfissures ainsi ouvertes peuvent ne pas être stables et évoluer vers des fractures en fonction de leur position par rapport au champ de contraintes global auquel la lame épaisse est soumise et par rapport aux champs de contraintes locaux qui se développent à l'intérieur de la texture.

Le fait qu'il n'y a pas les mêmes fissures sur les deux grandes faces des lames épaisses s'explique, comme dans le cas des lames épaisses *du toit*, par le rôle joué par la structure de l'argilite et par l'épaisseur des lames.

3 CONCLUSION

Les essais réalisés sur des échantillons d'argilite du Callovo-Oxfordien de l'Est de la France mettent en évidence le rôle essentiel joué dans leur déformation et leur rupture par leur texture, leur structure et par les sulfures de fer qu'ils contiennent.

Dans les conditions fixées pour les essais, les déformations observées sont liées à l'ouverture de fissures de traction et de cisaillement. Leur amorce est liée aux hétérogénéités de la texture. La rupture est généralement due à des fractures de cisaillement qui se développent en partie selon les plans du litage.
En présence de glomérules pyritisés de grande taille, la rupture est due à des fractures qui se développent sous l'effet couplé de la contrainte de compression axiale et du développement de l'altération des pyrites.

L'observation des morceaux des lames épaisses rompues permet d'identifier les phases minérales néoformées, gypse et limonite, qui sont issues de l'altération de la pyrite, ainsi que de mettre en évidence une augmentation de la porosité.

CONCLUSION GENERALE

Dans le cadre des études sur un éventuel stockage réversible en formations géologiques profondes l'ANDRA a été autorisée à travailler, depuis 1994, sur un site dans une couche d'argilites du Callovo-Oxfordien pour implanter un laboratoire souterrain de recherche. Cette couche très peu perméable est située à une profondeur comprise entre 400 et 600 mètres dans l'est du Bassin de Paris. Elle constituerait la troisième barrière de confinement et à ce titre, doit garantir l'objectif de sûreté à très long terme. C'est dans le cadre des études de caractérisation de cette couche au laboratoire que ce travail se situe. Il a porté sur l'étude d'échantillons provenant du forage carotté Est 103 réalisé au droit du site du laboratoire. Son objectif était de faire une description des mécanismes de déformation et de rupture à l'échelle de la texture d'échantillons soumis des sollicitations thermomécaniques en conditions humides.

Les résultats obtenus permettent de faire une distinction entre des échantillons prélevés à 445 m de profondeur, dits échantillons *du toit* et des échantillons prélevés à 480 m de profondeur, dits échantillons *du milieu*.

Les échantillons ont une densité de l'ordre de 2,4. Ceux *du milieu* sont plus argileux que ceux *du toit*. Dans les premiers, le cortège argileux est constitué de smectites, d'illites, d'interstratifiés illites-smectites, de muscovite, de chlorite et de kaolinite et dans les seconds, il est constitué par des illites et de la muscovite.
Le cortège de minéraux non argileux est constitué de quartz, de calcite, de dolomite, de feldspaths, de pyrite et d'hématite. Accessoirement, des traces de rutile, d'origine détritique, ont été relevées. La teneur pondérale en carbonate mesurée est de l'ordre de 23% dans les deux échantillons, et ceux *du toit* contiennent plus de dolomite. Ces derniers semblent contenir environ 1% de pyrite et ceux *du milieu* semblent en contenir entre 1 et 2%.

A l'échelle des tronçons de carotte, la structure des deux échantillons est caractérisée par la présence d'un litage. Dans les échantillons *du milieu*, ce litage a une résistance à la traction particulièrement faible et la texture n'est pas isotrope. On y note la présence courante d'agrégats de carbonates et de pyrite sous forme d'amas qui peuvent avoir une dimension supérieure à 5 mm. A plus petite échelle, au MEB, les argilites apparaissent compactes. Le litage est matérialisé par l'orientation des particules argileuses et de muscovite sous forme de plaquettes de taille assez grande et par l'arrangement des minéraux non argileux entre les lits. La porosité de pore est lamellaire et est liée aux minéraux argileux, cela contribue à expliquer la sensibilité des argilites à l'eau. Au MEB, on observe que les glomérules pyritisés, sont le plus souvent constitués par de la pyrite épigénisant des tests d'organismes fossiles avec une enveloppe calcifiée.

La réalisation de plusieurs essais en microcellule CGI permet de retrouver les principaux traits qualitatifs du comportement des argilites de l'Est mis en évidence par d'autres études. Les lames épaisses ont un comportement plutôt fragile. Celles *du milieu* sont plus déformables et sont plus sensibles à la température que celles *du toit* , ce que l'on attribue à la différence de teneur en argiles et à la différence des porosités. Les effets de l'hydratation et des dissipations de l'eau interstitielle liées à l'augmentation de la contrainte mécanique et de la température se traduisent par des déformations plus grandes des lames épaisses et expliquent souvent la rupture. La température semble avoir des effets plutôt négatifs sur le comportement mécanique des argilites de l'Est du fait de la formation de microfissures de retrait et de la présence de grands agrégats de carbonates et de pyrite qui les rendent sensibles aux effets thermiques directs.

La déformation axiale juste avant la rupture est inférieure à 1%. La rupture se traduit par des fractures. Leur initiation est liée aux hétérogénéités de la texture représentées principalement par les agrégats de carbonate, de quartz et de pyrite qui ont des propriétés différentes de la matrice argileuse et sont moins déformables. De façon générale, on distingue deux types de fractures. Des fractures de traction parallèles à la direction de la contrainte principale et des fractures de cisaillement inclinées. Ces dernières se font en partie selon le litage qui représentent des plans de faiblesse dans la structure de l'argilite.

On ne peut faire des simplifications sur le rôle de la minéralogie qui ne reposeraient que sur l'importance relative de certaines phases par rapport à d'autres. Le comportement évolutif des argilites de l'Est n'est pas uniquement lié à l'influence de la phase argileuse mais aussi à l'altération des pyrites. C'est, en fait, le principal facteur d'évolution de la texture et de la structure des lames épaisses *du milieu* et dans une moindre mesure des lames épaisses *du toit*. L'altération des pyrites se traduit par la formation de limonite et de gypse, ce qui induit un gonflement des glomérules pyritisés, et vraisemblablement, une augmentation de la porosité de l'échantillon. L'action couplée de l'altération et de la contrainte mécanique conduit à la rupture des échantillons. Un modèle numérique simple avec un critère de rupture de Mohr-Coulomb a permis de préciser ce mécanisme. Dans une lame épaisse, une inclusion qui constitue 1% du volume total, s'altère en influençant la déformation globale et le mode de rupture en entraînant la diminution de la résistance à la rupture d'au moins 10%.
Les observations faites sur les échantillons *du toit* et *du milieu* aux différentes échelles - œil nu, Macroscope Wild, RX, MED, EDS - montrent qu'il ne s'agit pas là d'un épiphénomène et qu'il se généralise dans tout l'échantillon au cours du temps.

On a tenté une extrapolation de ces résultats aux conditions *in-situ* en se basant sur une étude bibliographique (cf. Annexe 1). Cette extrapolation incite à être prudent quant aux conséquences que l'altération des pyrites est susceptible d'avoir sur la pérennité de l'ouvrage souterrain. Ce phénomène devrait être pris en compte comme une source supplémentaire d'endommagement susceptible de se développer à l'échelle des temps humains autour des

galeries souterraines. Il faut considérer que son effet sera probablement d'engendrer une certaine extension de la zone endommagée autour des galeries et éventuellement l'apparition de zones en rupture.
Toutefois, il paraît difficile de proposer des solutions à partir de l'étude bibliographique réalisée. Il peut sembler opportun de s'orienter vers un moyen permettant de limiter au maximum la désaturation du massif autour de l'ouvrage afin de limiter l'exposition des pyrites à l'oxygène de l'air.
D'autres études sont cependant nécessaires pour mieux évaluer les effets *in-situ* de l'altération des pyrites et proposer éventuellement des solutions adaptées à ce problème.

BIBLIOGRAPHIE

ANDRA - Agence nationale pour la gestion des déchets radioactifs (1997)
Est : Etat des connaissances et programme d'expérimentation, jan. 1997

AUDIGUIER M., BILLIOTTE J., DAUPLEY X., BOISSON J.-Y. (1995)
Determination of hydraulic and hydrochemical characteristics of argillaceous rocks
Hydraulic and hydrochemical characterisation of argillaceous rocks, Proc. int. works. Nottingham, UK, 7-9 June 1994, OECD/NEA, pp.189-193

BABOT Y. (1999)
Hydrogéologie des formations carbonatées jurassiques dans l'Est du bassin de Paris
Actes des journées scientifiques CNRS / ANDRA, Bar-le-Duc, 20 et 21 oct. 1997, pp. 65-76

BAILEY L., REID P. I., SHERWOOD J. D. (1995)
Interaction between wellbore fluids and shale during drilling
Hydraulic and hydrochemical characterisation of argillaceous rocks, Proc. int. works. Nottingham, UK, 7-9 June 1994, OECD/NEA, pp.179-188

BALLIVY G., DAOUD M., SALEH K. (1992)
Comportement physico-mécanique des roches sous l'effet de l'humidité relative ambiante
Structure et Comportement des Géomatériaux ; Colloque René Houpert, Nancy, 10-11 sept. 1992, pp. 247-256

BARYLA J.-M., CHENAIS V., GAVOIS L., HAVARD H. (2000)
Effet de sulfates et sulfures sur des marnes traitées à la chaux et au liant routier sur un chantier autoroutier
Bull. Labo. P. et Ch., n°224, jan.-fév. 2000, pp. 39-48

BEREST P., VOUILLE G. (1988)
Notions de base de la thermomécanique
La Thermomécanique des Roches, Manuels et Méthodes, Ed. BRGM, 1988, pp. 68-101

BILLAUX D., CUNDALL P. (1993)
Simulation des géomatériaux par la méthode des éléments Lagrangiens
Rev. Fr. Géotech., n°63, avril 1993, pp. 9-21

BILLIOTTE J. (1999)
Ecoulements polyphasiques non miscibles en milieux poreux. Approche microscopique
Actes du séminaire Descartes 98-99, Polytech. Marne-la-vallée, Presses de l'ENPC, pp. 17-32

BIRET F., VALENTIN G., GORDO B., HENRY J. P. (1989)
Influence de la pression sur la tenacité des roches
Rock at Great Depth, Maury & Fourmaintraux (Ed.), 1989 Balkema, Rotterdam

BLES J.-L. et FEUGA B. (1981)
La fracturation des roches
Manuels et Méthodes; Ed. BRGM, 1981

BLÜMING P., BAUER-PLAINDOUX C., MAYOR J. C., ALHEID H. J., FUKAYA M. (2000)
Geomechanical investigations at the underground rock laboratory Mont-Terri
Int. Works. on Geomechanics ANDRA / ENSMP, Oct. 11-12th 2000, Paris

BOUCHET A., RASSINEUX F. (1998)
Minéralogie des argiles du Callovo-Oxfordien dans les forages de l'Est
Atlas des posters J. Scientifiques ANDRA / CNRS, Bar-le-Duc, 27 et 28 Oct. 1997, pp. 19

BOUCLY-NOROTTE V. (1991)
Evolution des caractéristiques mécaniques et de la perméabilité de matériaux argileux sous l'effet de sollicitations thermiques
Thèse de Doctorat en Géologie de l'Ingénieur - ENPC, déc. 1991

BURKART B., GOSS G., KERN J. (1999)
The role of gypsum in production of sulfate-induced deformation of lime-stabilized soils
Environmental & Engineering Geoscience, Vol. V, n°2, Summer 1999, pp. 173-187

BUSTAMANTE M., LE ROUX A. (1993)
Minéralogie et texture des sols indurés, leur importance pour le géotechnicien
Geotechnical Engineering of Hard Soils-Soft Rocks, Eds. Anagnostopoulos *et al.*
1993 Balkema, Rotterdam, tome 1, pp. 939-944

CALDWELL J. A., SMITH A. (1984)
Heave of coal shale fill
Can. Geotech. J., n°21, 1984, pp. 379-383

CARRIO-SHAFFHAUSER E., RAYNAUD S., LATIERE H. J., MAZEROLLE F. (1990)
Propagation and localization of stylolites in limestones
Knipe R.J. & Rutter E.H. (Eds.), 1990, Deformation Mechanisms, Rheology and Tectonics, Geological Society Special Publication n° 54, pp. 193-199

CHANDLER R. J. (1972)
Lias clay : weathering processes and their effect on shear strength
Geotechnique, vol. 22, n°3, 1972, pp. 403-431

CHARPENTIER D., CATHELINEAU M., MOSSER-RUCK R., BRUNO G. (2001)
Evolution minéralogique des argilites en zone sous-saturée oxydée : exemple des parois du tunnel de Tournemire (Aveyron, France)
C.R. Acad. Scie. Paris, Sciences de la Terre et des Planètes 332 (2001) pp. 601-607

CHAYE D'ALBISSIN M., SIRIEYS P. (1989)
Déformabilité thermique des roches : relation avec leur structure
Rock at Great Depth, Maury & Fourmaintraux (Eds.), 1989 Balkema, Rotterdam, pp. 363- 370

CHEMIN P. (1990)
Etudes des inclusions fluides dans les mécanismes de déformation des roches halitiques. Application aux formations salifères du Bassin Bressan
Thèse de Doctorat en Géologie de l'Ingénieur - ENPC, nov. 1990

CHERMANT J.-L. (1994)
Analyse d'images et morphologie mathématique : une introduction
La revue de Métallurgie-CIT / Science et Génie des Matériaux, fév. 1994, pp. 202-209

CHIARELLI A.-S. (2000)
Etude expérimentale et modélisation du comportement mécanique de l'argilite de l'Est. Influence de la profondeur et de la teneur en eau.
Thèse de Doctorat en Génie Civil de l'Université Lille I, n°2769

COMMISSION OF ENGINEERING GEOLOGICAL MAPPING OF THE IAEG (1979)
Classification of rocks and soils for engineering geological mapping. Part I : Rocks and soils materials
Bull. Int. Assoc. Eng. Geol. N°19, 1979, pp. 364-371

COTTOUR P. (1998)
Projet Mont-Terri : Etude de l'endommagement autour de la galerie de reconnaissance
Atlas des posters J. Scientifiques ANDRA/CNRS, Bar-le-Duc, 27 et 28 oct. 1997, pp. 77-79

COUSSY O. (1990)
Lecture : Comportement des milieux poreux saturés
Rock at Great Depth, Maury & Fourmaintraux (Eds.), 1990 Balkema, Rotterdam

COVENEY R. M., PARIZEK E. J. (1977)
Deformation of mine floors by sulfide alteration
Bull. of the Assoc. Eng. Geologists, Vol. XIV, N° 3, 1977, pp. 131-156

DAUPLEY X. (1997)
Etude du potentiel de l'eau interstitielle d'une roche argileuse et de relations entre ses propriétés hydriques et mécaniques. Application aux argilites du Toarcien de la région de Tournemire (Aveyron)
Thèse de Doctorat en Géologie de l'Ingénieur - ENSMP, déc. 1997

DELAGE P., SULTAN N., CUI Y. J. (2000)
On the thermal consolidation of Boom clay
Can. Geotech. J., n° 37, 2000, pp. 343-354

DELAGE P., PELLERIN F. M. (1984)
Influence de la lyophilisation sur la structure d'une argile sensible du Québec
Clays Minerals, n°19, 1984, pp. 151-160

DELETIE P., HAGUENAUER B., QUENEE B., ROBINET A. (1990)
Eclatements du revêtement bétonné d'une galerie alpine liés au gonflement des formations encaissantes.
Mém. Soc. Géol. France, N. S. 1990, n° 157, pp. 181-187

DESRUES J., CHAMBON R. (1986)
Bifurcation par localisation de la déformation : études expérimentale et théorique de l'essai biaxial sur sable
Large Déformation of Solids : Physical basis and mathematical modelling, Gittus, Zarka and Nemat-Nasser Ed. Elsvier App. Sc. Pub., Amsterdam, 1986, pp. 433-459

DIVET L. (1996)
Activité sulfatique dans les bétons consécutive à l'oxydation des pyrites contenues dans les granulats : Synthèse bibliographique
Bull. Labo. P. et Ch., n°201, jan.-fév. 1996, pp. 45-63

DIVET L. (2000)
Etat des connaissances sur les causes possibles des réactions sulfatiques internes au béton
Bull. Labo. P. et Ch., n°227, Juill.-août 2000, pp. 71-84
DOUGHERTY M. T., BARSOTTI N. J. (1972)
Structural damage and potentially expansive sulfide minerals
Bull. of the Assoc. Eng. Geologists, Vol. IX, N° 2, 1972, pp. 105-125
EBERHARDT E., STEAD D., STIMPSON B., READ R. S. (1998)
Identifying crack initiation and propagation thresholds in brittle rock
Can. Geotech. J., n° 35, 1998, pp. 222-233
EBERHARDT E., STEAD D., STIMPSON B. (1999)
Effect of sample disturbance on the induced-microfracturing characteristics of brittle rock
Can. Geotech. J. n° 36, 1999, pp. 239-250
FAKHIMI A. A., FAIRHURST C. (1994)
A model for the time-dependent behavior of rock
Int. J. Rock. Mech. Min. Sci. & Geomech. Abstr., vol. 31, n°2, pp. 117-126, 1994
FLUGEL E. (1982)
Microfacies analysis of limestones
Springer-Verlag NY, 1982
FORD R. G., BERTSCH P. M., SEAMAN J. C. (1997)
Goethite morphologies investigated via X-ray diffraction of oriented samples
Clays an clays minerals, vol. 45, n°5, 1997, pp. 769-772
FORNEY F., BIGARRE P., YOUNG R. P., MAXWELL S. C. (2000)
Ultrasonic monitoring of the damage induced by the excavation of a tunnel in a mudstone rock type : a case study at the Mont Terri tunnel, Switzerland
Atlas des com. affiches, j. scientifiques CNRS/ANDRA, Nancy, 7-9 déc. 1999, vol. 1, pp. 56
FOUCAULT A., RAOULT J.-F. (1996)
Dictionnaire de géologie
Masson ed. (1996)
FYFE W. S. (1999)
Nuclear waste isolation : an urgent international responsibility
Eng. Geol. n° 52, 1999, pp. 159-161
GASC-BARBIER M., GHOREYCHI M., TESSIER D., (1999)
Comportement mécanique des roches argileuses profondes : incidence de la texture
C.-R. 9e Con. Int. de Mécanique des Roches, SIMR, Paris, France 1999, pp. 595-600
GEGUEN Y., PALCIAUSKAS V., (1992)
Introduction à la physique des roches
Hermann ed., 1992
GEOLOGICAL SOCIETY ENGINEERING GROUP WORKING PARTY REPORT (1995)
The description and classification of weathered rocks for engineering purposes
Quarterly Jour. of Engineering Geology, n° 28, 1995, pp., 207-242

GHAZALI A. (1995)
Etude par analyse texturale du rôle de l'humidité dans la déformation des roches salifères. Application au sel du Bassin Bressan et au sel de dôme de la mine d'Asse
Thèse de Doctorat en Géologie de l'Ingénieur de l'ENPC, janv. 1995

GHOREYCHI M. (1998)
Phénomènes couplés autour des cavités de stockage des déchets nucléaires
Colloque Mécanique et Géotechnique, 19 mai 1998, Paris

GHOREYCHI M. (1999)
Comportement rhéologique et couplages thermo-hydro-mécaniques dans les argilites de l'Est : expériences macroscopiques et analyses microscopiques
Actes des j. scientifiques CNRS/ANDRA, Bar-le-Duc, 20 et 21 octobre 1997, pp. 108-126

GIRAUD A., THOUVENIN G., HOMAND F., DIDRY O. (1999)
Modélisation poroélastique de la dessaturation autour des cavités profondes
C.-R. 9e Con. Int. de Mécanique des Roches, SIMR, Paris, France 1999, pp. 375-380

GOODMAN R. E. (1980)
Introduction to rock mechanics
John Wiley & Sons, 1980

GRAHAM U. M., ROBERTSON J. D. (1995)
Micro-PIXE analysis of framboidal pyrite and associated maceral types in oil shale
Fuel, Vol. 74, N°4, 1995, pp. 530-535

GUENO A. (1988)
Bifurcation et mécanique des roches
C. R. Jour. 31 mars 1988 : Théorie de la bifurcation et application à la mécanique des matériaux rocheux, Direction Production ELF

GUIGOU P. (1990)
Déstructuration des argilites par altération de la pyrite
DEA en Géologie de l'Ingénieur, 1990, ENSMP, ENPC Univ. Bordeaux 1, Univ. Paris 6

HABIB P. (1994)
Les principes de l'enfouissement des déchets radioactifs : propriétés physiques et thermomécaniques des formations géologiques
Mém. Soc. Géol. France, N. S. 1993, (1994), n° 162, pp. 221-227

HARPER T. R., APPEL G., PENDLETON M. W., SZYMANSKI J. S. TAYLOR R. K. (1979)
Swelling strain development in sedimentary rock in northern New York
Int. J. Rock. Mech. Min. Sci. & Geomech Abstr. vol. 16, 1979, pp. 271-292

HATZOR Y. H., PALCHIK V. (1997)
The influence of grain size and porosity on crack initiation stress and critical flaw length in dolomites
Int. J. Rock. Mech. Min. Sci. vol. 34, n°5, pp. 805-816, 1997

HAWKINS A. B. (1998)
Aspects of rock strength
Bull. Eng. Geol. Env. n° 57, 1998, pp. 17-30

HAWKINS A. B. & PINCHES G. M. (1987)
Cause and significance of heave at Llandough Hospital, Cardiff – a case history of ground floor heave due to gypsum growth
Quarterly Jour. of Engineering Geology, vol° 20, London, 1987, pp. 41-57

HAWKINS A. B. & PINCHES G. M. (1987)
Sulphate analysis on black mudstones
Geotechnique 37, N°.2, pp 191-196

HAWKINS A. B. & PINCHES G. M. (1988)
Discussion : Sulphate analysis on black mudstones
Geotechnique 38, N°.2, pp 322-323

HAWKINS A. B. & McCONNELL B. J. (1992)
Sensitivity of sandstone strength and deformability to changes in moisture content
Quarterly Jour. of Engineering Geology, n° 25, 1992, pp. 115-130

HEITZ J.-F. (1999)
Géomécanique des argilites du Callovo-Oxfordien : traits caractéristiques
Actes des j. scientifiques CNRS/ANDRA, Bar-le-Duc, 20 et 21 octobre 1997, pp. 91-107

HIKITA S., SUZUKI T., KAGAYA Y. (1998)
Chemical weathering of pyrite-bearing rock and its influence
8th Int. IAEG Con., 1998 Balkema Rotterdam, pp. 2903-2910

HOBBS B. E., MÜHLHAUS H.-B., ORD A. (1990)
Instability, softening and localization of deformation
Knipe, R.J. & Rutter, E.H. (eds), 1990, Deformation Mechanisms, Rheology and Tectonics, Geological Society Special Publication n° 54, pp. 143-165

HOLZHAUSEN G. R., JOHNSON A. M. (1979)
Analyses of longitudinal splitting of uniaxially compressed rock cylinders
Int. J. Rock. Mech. Min. Sci. & Geomech Abstr. vol. 16, 1979, pp. 163-177

HOMAND-ETIENNE F. (1989)
Action de la température sur les roches : Dilatation et fissuration
Rock at Great Depth, Maury & Fourmaintraux (eds), 1989 Balkema, Rotterdam, pp. 371-378

HOMAND F., CATHELINEAU M. (1999)
Colmatage des fissures induites dans les argilites
Résumé des con. et des com. par affiches, journées scientifiques CNRS/Uni. HENRI POINCARE-Nancy 1/INPL-Nancy/ANDRA, Nancy, 7-9 déc. 1999 pp 143

HOMAND F., CATHELINEAU M. (2000)
Colmatage des fissures induites dans les argilites
Atlas des com. par affiches, j. scientifiques CNRS/Uni. HENRI POINCARE-Nancy 1/ INPL-Nancy/ANDRA, Nancy, 7-9 déc. 1999, vol. 1, 2000, pp. 48

HORSRUD P., SONSTEBO E. F., BOE R (1998)
Mechanical and petrophysical properties of North sea shales
Int. J. Rock. Mech. Min. Sci. Vol. 35, n°8, 1998, pp. 1009-1020

HUECKEL T. A. (1992)
Water-mineral interaction in hygromechanics of clays exposed to environmental loads : a mixture-theory approach
Canadian Geotechnical J. n° 29, 1992, pp. 1071-1086

HUECKEL T. A. (1992)
On effective stress concepts and deformation in clays subjected to environmental loads : Discussion
Canadian Geotechnical J. n° 29, 1992, pp. 1120-1125

HUPPERT F. (1988)
Influence of microfabric on geomechanical behaviour of tertiary fine-grained sedimentary rocks from central North Island, New Zealand
Bull. of the Int. Association of Engineering Geology N° 38, octobre 1988, pp. 83-93

ITASCA CONSULTING GROUP, Inc. (1995)
FLAC, Fast Lagrangian Analysis of Continua
User's manual

JURBERT J. (1998)
Rapport de stage scientifique année 1998
ENPC-CGI, 45 p.

KIRSCH H. (1968)
Applied mineralogy for engineers, technologists and students
Chapman and Hall Ltd and Science Paperbacks, 1968

LABUZ J. F., DAI S.-T., PAPAMICHOS E. (1996)
Plane-strain compression of rock-like materials
Int. J. Rock. Mech. Min. Sci. &Geomech. Abstr. Vol. 33, n°6, 1996, pp. 573-584

LANGER M. (1999)
Principles of geomechanical safety assessment for radioactive waste disposal in salt structures
Eng. Geol., n°52, 1999, pp. 257-269

La Recherche (1997)
N°301 sept. 1997

LAY B., BISSON G. (1990)
L'analyse automatique d'images dans le domaine des céramiques
L'Industrie Céramique, n°852, sept. 1990, pp. 629-631

LEBON P. MOUROUX B. (1999)
Knowledge of the three French underground laboratory sites
Eng. Geol., n°52, 1999, pp. 251-256

LE CLEAC'H J.-M., VAN HASSELT B., CHEMIN P., DEVEUGHELE M., ARNOULD M., BRULHET J. (1991)
Relation texture-comportement de roches halitiques
C.-R. 7ème Con. Int. de Mécanique des Roches, Aix-la-Chapelle, 16-21 sept 1991, pp. 205-208

LE CLEAC'H J.-M., VAN HASSELT B., DEVEUGHELE M., ARNOULD M., BRULHET J. (1992)
Etude des micromécanismes de la déformation de roches halitiques
Structure et Comportement des Géomatériaux, Col. René Houpert, Nancy, 10-11 sept. 1992, pp. 351-357

LE CLEAC'H J.-M., GHAZALI A., DEVEUGHELE M., BRULHET J. (1993)
Experimental study of the role of humidity on the thermomechanical behaviour of various halitic rocks
3rd Conf. On the Mechanical Behaviour of Salt, Palaiseau, sept. 1993, pp. 231-236

LEMAITRE J., CHABOCHE J.-L. (1985)
Mécanique des matériaux solides
Dunod 1985

LE ROUX A. (1972)
Caractéristiques mécaniques des roches argileuses en relation avec leur texture
Bull. Liaison Labo. P. et Ch., n°61, sept.-oct. 1972, pp. 155-

LE ROUX A., TOUBEAU PH. (1986)
Importance des minéraux accessoires dans la terre stabilisée
5th Int. IAEG Con./Buenos Aires 1986, pp. 915-921

LE ROUX A., ORSETTI S. (2000)
Les réactions sulfatiques : conditions de formation, structure et expansion des minéraux secondaires sulfatés
Bull. Labo. P. et Ch., n°225, mars-avril 2000, pp. 41-50

LO H. B., CARDOTT B. J. (1995)
Org. Geochem., Vol. 22, N°1, 1995, pp. 73-83

MARSILY (De) G. (1997)
Le stockage profond exige encore des études complexes
La Recherche n°301 sept. 1997, pp. 70-74

MEIER P. M., TRICK T., BLÜMLING P., VOCKAERT G. (2000)
Self-healing of fracture within the EDZ at de Mont Terri rock laboratory : results after one year of experimental work
Int. Workshop on Geomechanics ANDRA/ENSMP, oct. 11-12th 2000, Paris, Abstract

MILLER J. D. A., KING R. A. (1975)
Biodeterioration of metals
Microbial aspects of the deterioration of materials, ed. Lovelock & Gilbert, Acad. Pr., 1975, pp. 83-103

MOUTALIB L. V. (1992)
Etude de la texture et de la forme d'objets géologiques par analyse d'images. Application aux roches salifères du Bassin Bressan
Thèse de Doctorat en Géologie de l'Ingénieur de l'ENSMP, juil. 1992

NASRI V., RAMONDENC P., MAGNAN J.-P. (1998)
Conception d'un système de renforcement pour le tunnel ferroviaire de la Nerthe
Bull. Labo. P. et Ch., n°217, sept.-oct. 1998, pp. 53-59

NGUYEN MINH D., BERGUES J., HOTEIT N. (1999)
Détermination du comportement mécanique des roches argileuses
C.-R. 9e Con. Int. de Mécanique des Roches, SIMR, Paris, France 1999, pp. 645-650

NOVA R. (1997)
On the modelling of the mechanical effects of diagenesis and weathering
Int. Soc. for Rock Mechanics, News journal, vol. 4, n°2, spring 1997, pp. 15-20

PATERSON M. S. (1978)
Experimental rock deformation-the brittle field
Springer-Verlag, 1978

PEJON O. J., LE ROUX A., GUINARD D. (1997)
Comportement à l'eau des roches argilo-marneuses, suivi du gonflement, importance de la minéralogie et des textures.
Bull. AIGI n° 55 av. 1997 pp. 105-119

PERAMI R., PRINCE W., ESPAGNE M. (1992)
Influence de la microfissuration thermique de roches sur leurs propriétés mécaniques en compression
Structure et comportement des géomatériaux, Col. René Houpert, 10-11 sept., 1992 Nancy, pp. 77- 86

POIZAT V., SCHROEDER CH. (1994)
Measuring the polishing aptitude of ornamental stones
7th Int. IAEG Con., 1994 Balkema Rotterdam, pp. 3537-3542

POMEROL C. (1974)
Le bassin de Paris
Géologie de la France, vol. 1, Vieux massifs et grands bassins sédimentaires, 1974, DOIN ed., pp. 230-258

PUURA E., NERETNIEKS I., KIRSIMÄE K. (1999)
Atmospheric oxidation of the pyritic waste rock in Maardu Estonia. 1 field study and modelling
Environmental Geology, n°39 (1), Nov. 1999, pp. 1-19

PYE K., MILLER J. A. (1990)
Chemical and biochemical weathering of pyritic mudrocks in a shale embankment
Quarterly Jour. of Engineering Geology, London, vol. 23, 1990, pp. 365-381

ROBERT A., SAÏTA A., COLOMB A., CRISTIA L., DARDARD B., ABOUT N., LEBISSONAIS H. (1997)
Modélisation numérique des effets du gonflement dans les ouvrages souterrains
Tunnels et ouvrages souterrains, N°143, sept./oct. 1997, pp. 301-306

ROBINET J.-C., AL-MUKHTAR M., RHATTAS M., PLAS F., LEBON P. (1992)
Modèle de transfert de masse dans les argiles à faible porosité. Application à l'effet de ventilation dans les galeries
Rev. Franç. Géotech. N°61, déc. 1992, pp. 31-43

ROGERS R. D., HAMILTON M. A., McCONNELL J. W., Jr (1993)
Microbially influenced degradation of cement solidified low-level radioactive wastes forms
Geoconfine 93, ed. Arnould, Barrès & Côme, 1993, Balkema, Rotterdam, pp. 257-263
ROUSSET G. (1992)
L'enfouissement de déchets radioactifs en formations géologiques profondes. Problèmes de recherche associés
Annales de l'ITBTP, n°507, oct. 1992, série : question générales 187 pp. 101-113
ROUBEUF V., MOSSER-RUCK R., CATHELINEAU M. (2000)
Réactivité d'un matériau argileux lors du creusement de galeries profondes : rôle de l'oxydation
Atlas com. par affiches, j. scientifiques CNRS/ANDRA, Nancy, 7-9 déc. 1999, vol. 2 pp. 51
RUSSELL D. J. & PARKER A. (1979)
Geotechnical, mineralogical and chemical interrelationships in weathering profiles of an overconsolidated clay
Quarterly Jour. of Engineering Geology, vol. 12, 1979, pp. 107-116
SASAKI K., TSUNEKAWA M., OHTSUKA T., KONNO H. (1998)
The role of sulfur-oxidizing bacteria Thiobacillus thiooxidans in pyrite weathering
Colloids and Surfaces A : Physicochem. and Eng. Aspects, n°133, 1998, pp. 269-278
SCHÜRING J., KÖLLING M., SCHULZ H. D. (1997)
The potential formation of acid mine drainage in pyrite-bearing hard-coal tailings under water-satured conditions : an experimental approach
Environmental Geology, n°31 (1/2), May 1997, pp. 59-65
SELVADURAI A. P. S., NGUYEN T. S. (1996)
Scoping analyses of the coupled thermal-hydrological-mechanical behaviour of the rock mass around a nuclear fuel waste repository
Engineering Gelogie, n° 47, 1996, pp. 379-400
STRUILLOU R. (1969)
Prévision de l'altérabilité des matériaux employés en Génie Civil
Bull. Labo. Routiers P. et Ch., n°42, déc. 1969, pp. 35-46
SULEM J. (1999)
Modèles Continus pour matériaux à microstructure
Act. Sém. Descartes 1998-1999, Polytech. Marne-la-Vallée, Presses de l'ENPC, pp. 17-32
SUZANNE K. (1999)
Caractérisation de l'espace poreux des argilites
DEA en Géomatériaux opt. Géologie de l'Ingénieur, CGI-UMLV-ENSMP-ENPC, juin 1999
SUZUKI K., ODA M., KUWAHARA T., HIRAMA K. (1995)
Material property changes in granitic rock during long-term immersion in hot water
Engineering Gelogie, n° 40, 1995, pp. 29-39
TAYLOR R. K. (1988)
Coal Measures mudrocks : composition, classification and weathering processes
Quarterly Jour. of Engineering Geology, London, vol. 21, 1988, pp. 85-99

THOMAS M. D. A., KETTLE R. J., MORTON J. A. (1989)
The oxidation of pyrite in cement stabilized colliery shale
Quarterly Jour. of Engineering Geology, London, vol. 22, 1989, pp. 207-218

THURY M., BOSSART P. (1999)
The Mont Terri rock laboratory, a new international research project in a Mesozoic shale formation, in Switzerland
Eng. Geol., n° 52, 1999, pp. 347-359

TOURENQ C., DURVILLE J.-L., MASSIEU E. (1997)
Les essais de caractérisation des roches et des granulats
Mémento des mines et carrières, 39e Ed., nouv. série, N°3, 1997, pp. 27_55

TROUILLER A., LEBON P. (1999)
La démarche scientifique de l'ANDRA dans l'Est de la France.
Actes des j. scientifiques CNRS/ANDRA, Bar-le-Duc, 20 et 21 octobre 1997, pp. 3-28

VAN EECKHOUT E. M. (1976)
The mechanisms of strenght reduction due to moisture in coal mine shales
Int. J. Rock. Mech. Min. Sci. & Geomech Abstr. Vol. 13, pp. 61-67 (1976)

VAN HASSELT B. (1991)
Evaluation quantitative du rôle de la texture dans le fluage du sel bressan
Thèse de Doctorat en Géologie de l'Ingénieur de l'ENSMP, déc. 1991

VUTUKURI V.S., LAMA R. D., SALUJA S. S. (1974)
Hanbook on Mechanical properties of rocks
Volume I, Trans Tech Publications, 1974

WHITTAKER B. N., SINGH R. N. SUN G. (1992)
Rock Fracture Mechanics : Principles, design and applications
Developments in Geotechnical Engineering 71 Elsevier 1992

WONG R. C. K. (1998)
Swelling and softening behaviour of La Biche shale
Canadian Geotechnical J. n° 35, 1998, pp. 206-221

WRIGHT H., LE CLEAC'H J.-M. (1999)
Observation directe en microcellule CGI des mécanismes d'endommagement lors de sollicitations thermo-hygro-mécaniques d'échantillons d'argilites
Rapport ANDRA/ARMINES DRP 0 EMP 98 001

WRIGHT H. (1999)
Observation directe de l'endommagement d'échantillons d'argilites lors de sollicitations thermo-hygro-mécaniques
ARBASS 99 (Ateliers de Recherche sur les Bassins Sédimentaires actuellement Journée des Doctorants Ecole Doctorale Géosciences et Ressources naturelles) Résumé des communications orales et des posters, Paris, 27 mai 1999, p. 145

WRIGHT H., LE CLEAC'H J.-M. (2000)
Altération et rupture d'échantillons d'argilite lors de sollicitations thermomécaniques et hygrométriques
Atlas des com. par affiches, j. scientifiques CNRS/Uni. HENRI POINCARE-Nancy 1/INPL-Nancy/ANDRA, Nancy, 7-9 déc. 1999, vol. 1, pp. 48

WRIGHT H., LE CLEAC'H J.-M., DEVEUGHELE M. (2001)
Altération et rupture d'échantillons d'argilite lors de sollicitations thermomécaniques en conditions humides contrôlées
Bull. Eng. Geol. Env. n°60, apr. 2001, pp. 59-67

XU T., WHITE S. P., PRUESS K., BRIMHALL G. H. (2000)
Modeling of pyrite oxidation in satured and unsaturated subsurface flow systems
Transport in Porous Media, n°39, 2000, pp. 25-56

YONG R. N., (1999)
Soil suction and soil-water potentials in swelling clays in engineered clay barriers
Eng. Geol. N°54, 1999, pp. 3-13

ZHAO X. L. & ROEGIERS J.-C. (1995)
Creep crack growth in shale
Rock Mechanics, Daemen & Schultz (eds), 1995 Balkema, Rotterdam, pp. 135-140

ANNEXE 1 : EVALUATION SOMMAIRE DU PROBLEME DE L'ALTERATION DES PYRITES AUTOUR DES GALERIES DANS LE SITE DE L'EST

1 GENERALITES ET BIBLIOGRAPHIE

Dans le cadre de nos expériences, les lames épaisses d'argilite de l'Est ont montré un comportement essentiellement lié à de la fissuration fragile ou plus ponctuellement de la fissuration de fluage. A cette échelle spatiale centimétrique et temporelle mensuelle, ce comportement est largement influencé par celui des pyrites qu'elles contiennent en faible proportion. La question est donc de savoir quel peut-être l'influence de ce phénomène dans les conditions *in-situ* et quelles solutions pourraient être envisagées pour y remédier.

On ne prétend pas pouvoir faire une prévision du comportement à long terme à partir du type d'essais réalisés dans cette étude mais nos résultats apportent un éclairage sur certains phénomènes généralement insuffisamment pris en compte et susceptibles de se développer autour d'une galerie aérée et équipée d'un soutènement discontinu, comme il semble être prévu dans le laboratoire souterrain de l'Est (ANDRA, 1997, Lebon et Mouroux, 1999) à l'échelle des temps humains.

Dans tout projet de génie civil les différents niveaux d'études géologiques et géotechniques permettent de reconnaître l'état actuel des terrains. Cet état est toujours susceptible d'évoluer dans le temps du fait des propriétés pétrophysiques intrinsèques des matériaux rocheux, des caractéristiques du massif, du changement des conditions de l'environnement et des interactions avec l'ouvrage. En particulier l'altérabilité de la matrice rocheuse, due à des processus physiques et chimiques interagissant fortement, a une incidence directe sur le comportement et la durabilité de l'ouvrage. Parmi l'ensemble des paramètres de l'altérabilité celui de l'altération des pyrites ne peut être négligé. Son importance relative est amplifiée dans le cas des matériaux rocheux tendres qui sont couramment rencontrés dans les différents types d'ouvrages réalisés à la surface de la terre.
Dans les matériaux rocheux argileux son action est, de plus, couplée à celle des phénomènes de transferts hydriques qui conduisent aux cycles de désaturation et resaturation à la base de la formation de nouvelles fissures et de la fragmentation du matériau.

Le problème de l'altération des pyrites, qui existe alors même que les quantités en présence de ce minéral sont très faibles, de l'ordre de quelques pour cent seulement, a été plusieurs fois étudié dans différents contextes. Dans les matériaux rocheux tendres même en dessous d'une

teneur de 0,5% (Nixon, 1978 *in* Taylor, 1988), le phénomène peut avoir des conséquences dommageables à court ou à long terme pour les ouvrages.
Il existe plusieurs exemples rapportés dans la bibliographie. On peut citer le cas des formations superficielles, (Chandler, 1972, Russell et Parker, 1979), des matériaux de construction où il est connu sous l'appellation de "cancer de la pierre" (Le Roux et Toubeau, 1986, Thomas *et al.*, 1989), du génie civil (Hawkins et Pinches, 1987, 1987, 1988, Burkart *et al.*, 1999, Baryla *et al.*, 2000), des barrages en terre, (Pye et Miller, 1990), des mines (Caldwell *et al.*, 1984, Taylor, 1988, Lo et Cardott, 1995, Schüring *et al.*, 1997, Puura *et al.*, 1999), des forages pétroliers, (Guigou, 1990, Graham et Robertson, 1995), des tunnels (Deletie *et al.*, 1990, Charpentier *et al.*, 2001) et des ouvrages souterrains (Dougherty et Barsotti, 1972, Coveney et Parizek, 1977).

2 EXPERIENCES DU GENIE CIVIL

2.1 Exemple d'un tunnel

Deletie *et al.* (1990) ont étudié le vieillissement d'une galerie alpine récente de 11 ans à l'intérieur de laquelle sont apparus, 7 ans après la mise en service un certain nombre de dégâts, matérialisés par l'éclatement en grandes plaques d'une surface allant jusqu'à 1 m^2, du revêtement en béton projeté de 10 cm d'épaisseur. La galerie d'un diamètre de 2,50 m traverse les calcaires bajociens pour finir dans des molasses helvétiennes où se localisent les désordres.

Les molasses sont un grès fin à éléments détritiques peu évolués avec une structure litée bien marquée. Elle est composée d'un ciment de calcite constituant 18,5% de la roche totale, d'argiles dont 50% d'illites, 30% de chlorites et 20% de smectites, de quartz, de feldspaths, de matières organiques et de moins de 1 % de pyrite dont l'altération est à l'origine des problèmes.

Les études faites à partir de 4 carottages montrent que les 10 premiers centimètres de molasse immédiatement derrière le béton ont perdu leur structure et leur cohésion et ont subi un gonflement. Les observations au microscope optique et au MEB montrent la formation de gypse sous des formes cristallines très variées, depuis des formes cryptocristallines jusqu'à des formes cristallisées automorphes de plusieurs dixièmes de mm de long.
De plus, suite à l'altération des pyrites, le béton sous-jacent a été contaminé par des solutions sulfatées issues de la molasse ce qui a entraîné l'amorce de phénomènes d'alcali-réaction.

En conclusion de leur étude les auteurs insistent sur la fragilité de l'équilibre des milieux naturels et invitent à faire une étude pétrographique approfondie pour éviter une dégradation prématurée des ouvrages.

2.2 Exemple d'entrepôts souterrains

2.2.1 Les faits observés

Coveney et Parizek (1977) ont étudié les désordres survenus dans des entrepôts souterrains de la ville de Kansas dans le Missouri 2 à 5 ans après le début de leur exploitation. Ces entrepôts sont ouverts dans des calcaires selon la méthode par chambres et piliers. La formation constituant le sol est l'argilite de Hushpuckney dans certains entrepôts alors que dans d'autres, cette formation constitue la base des piliers qui est alors renforcée par des anneaux en bétons.

Dans les premiers entrepôts les désordres se manifestent par un soulèvement du sol pouvant atteindre 20 cm et dans les autres par une rupture des anneaux en béton.
L'argilite de Hushpuckney est composée d'argiles, essentiellement de l'illite et de la chlorite, de quartz, de dolomite et de calcite. D'autres phases minérales telles que la pyrite, la blende (ZnS) et la magnétite (Fe^{2+}, $Fe_2^{3+} O_4$), sont présentes selon des proportions allant de 1 à 10%. La pyrite dans ces argilites est sous forme framboïdale et est généralement présente dans des proportions de 1 à 3 %.

L'étude permet d'écarter l'hypothèse d'un soulèvement du sol dû au gonflement des argilites suite à leur hydratation et l'hypothèse d'une déformation latérale sous l'effet du poinçonnement des piliers. Elle montre que le soulèvement du sol et la rupture des anneaux en béton sont dus à l'altération de la pyrite toujours active après plus de vingt ans d'exploitation des entrepôts. Cette altération se traduit par la formation de sulfates, essentiellement du gypse et par la déstructuration des argilites.

2.2.2 Les solutions proposées

Dans le cas des entrepôts de la ville de Kansas, Dougherty et Barsotti (1972) proposent, pour éviter tout problème, de ne pas construire dans les massifs contenant des sulfures. Sinon, lorsque que cela ne peut être fait autrement, ils proposent un ensemble solutions plus ou moins pertinentes qui sont reprises et discutées par Coveney et Parizek (1977) sur la base de la géologie du site et des contraintes économiques :

- excaver totalement la couche contenant des sulfures;
- construire la galerie à plus de trois mètres au–dessus de la couche contenant des sulfures;

- recouvrire immédiatement toute la section de l'ouvrage par une épaisseur de bitume dans le but de l'isoler de l'air avant de placer le soutènement;
- accélérer artificiellement le processus d'oxydation avant la construction;
- adapter l'architecture de l'ouvrage en prévision du soulèvement;
- adopter certaines dispositions constructives pour le plancher (plancher suffisamment lourd pour s'opposer au gonflement, plancher avec des pieux prenant appui dans une couche plus stable avec un espace suffisant entre lui et la couche sulfurée pour absorber le gonflement, plancher avec des tirants d'ancrage);
- intercaler une couche de calcaire pour inhiber la formation de mélantérite;
- reconstruire le plancher endommagé après excavation de la couche sulfureuse.

D'autres auteurs proposent des solutions du même type que précédemment. Penner *et al.* (1973) proposent de saturer le massif avec des solutions basiques (KOH) mais cette méthode engendre d'autres problèmes, en particulier la dissolution de certains minéraux (in Hawkins et Pinches, 1987). D'autres part, comme le démontre le cas des bétons, même en conditions basiques il semble bien que l'altération des pyrites ne puissent être endiguée (Divet et Davy, 1996, Divet, 2000, Le Roux et Orsetti, 2000).

3 LE RETOUR D'EXPERIENCES DU LABORATOIRE DU MONT-TERRI

Dans le laboratoire souterrain international du Mont Terri installé dans un ancien tunnel de reconnaissance géologique creusé en 1989 dans le nord de la Suisse dans des argiles de l'Aalénien – Dogger, des traces d'altération des pyrites ont été rapportées.
Ces argiles dites à Opalinus sont assez proches des argilites de l'Est mais sont toutefois moins raides et plus riches en minéraux argileux. Elles contiennent 40 à 80% de minéraux argileux selon les faciès et 1 à 2% de pyrite (Blümling *et al.*, 2000).

In-situ, un système de fissures interconnectées et sub-parallèles aux parois est mis en évidence dans la zone endommagée autour de la galerie de reconnaissance. Son extension à partir du parement de la galerie est d'environ 80 à 150 cm en fonction du faciès du matériau et la perméabilité mesurée y est nettement plus élevée que dans la roche saine (Cottour, 1998, Thury et Bossart, 1999, Forney *et al.*, 2000, Blümling *et al.*, 2000).

Thury et Bossart, (1999) soulignent que l'altération des pyrites est à l'origine de la déstructuration des carottes non protégées immédiatement après leur prélèvement. Ils rapportent aussi que des grains de gypse de taille millimétrique recouvrent la surface des fissures dans la zone endommagée *in-situ*.
Cette dernière observation est interprétée comme un colmatage des fissures d'endommagement (Homand et Cathelineau, 1999, 2000) et par suite comme un effet favorable par rapport aux propriétés hydromécaniques du massif. Il faut toutefois souligner

que dans leur étude, ces auteurs posent la question des mécanismes de la formation du gypse en termes d'apports d'eau séléniteuse et non en terme d'altération des pyrites.

Meier *et al.* (2000) ont réalisé des expériences pour étudier la cicatrisation des fissures dans la zone endommagée. Ils ont resaturé le massif autour de deux sites d'une galerie avec dans le premier cas de l'eau distillée et dans le deuxième cas avec une solution minéralisée dont ils ne précisent pas la composition. Dans les deux cas, ils mesurent une diminution des transmissivités après quelques mois mais les mécanismes mis en jeu ne sont pas encore identifiés.
Dans cette étude la question de l'altération des pyrites n'est pas soulevée mais il nous semble qu'il est possible de l'écarter dans la mesure où l'expérience d'assez courte durée s'est déroulée à saturation complète.

4 EXTRAPOLATION AUX CONDITIONS IN-SITU DANS L'EST

La question de l'évolution à long terme de la fracturation autour des galeries *in-situ* est une des principales questions posées dans la problématique du stockage en formations géologiques profondes de déchets radioactifs à haute activité.

Sur la base de nos essais et de la revue bibliographique effectuée, il y a lieu de considérer, contrairement à ce que l'on pourrait *a priori* admettre, que le comportement évolutif des argilites de l'Est n'est pas uniquement lié à l'influence de la phase argileuse et que les pyrites présentes en proportions considérées comme négligeables sont susceptibles malgré tout d'avoir une influence sur le comportement de l'ouvrage.

Pendant la durée de l'exploitation le centre de stockage devrait être ventilé, d'où des apports d'air et un degré hygrométrique inférieur à 100% ce qui entraînera la formation d'une couronne désaturée autour des parois de l'ouvrage (Robinet *et al.*, 1992). On prévoit que cette désaturation provoquera une nouvelle fissuration du fait des phénomènes de retrait qui seront engendrés (Giraud *et al.*, 1999).
Le creusement des galeries du laboratoire souterrain entraînera aussi l'évolution de l'environnement *in-situ* d'un milieu réducteur à un milieu oxydant pendant toute la durée de vie du laboratoire, pendant la durée d'exploitation de l'éventuel stockage et après sa fermeture jusqu'à ce que tout l'oxygène soit réduit. Le béton, qui est un matériaux fragile, se fissure pour s'accommoder aux déformations du massif et n'interdit donc pas que le massif soit mis durablement en contact avec l'oxygène.

Roubeuf *et al.* (1999) ont étudié les argilites de l'Est et concluent que les propriétés globales de ces dernières sont peu affectées par l'oxydation de la pyrite du fait que les phénomènes restent circonscrits au micro-site d'altération.

La méthodologie retenue pour l'étude expérimentale consistait à mettre les échantillons d'argilites en contact avec des solutions d'acide sulfurique avec un PH égal à 2 et selon des rapports massiques Liquide/Roche de 10/1 et de 100/1 pendant une durée de 1 à 21 jours.
Or la pyrite s'altère essentiellement en milieu humide et ouvert à l'atmosphère. Dans le cas de la saturation complète le processus devient négligeable puisque sa cinétique est imposée par la vitesse de diffusion de l'oxygène dans l'eau interstitielle qui est faible (Taylor, 1988, Schüring *et al.*, 1996, Puura *et al.*, 1999, Xu *et al.*, 2000).
De plus, aux PH bas, 1 à 3, la vitesse d'oxydation de la pyrite par l'oxygène diminue fortement et ce sont des bactéries acidophiles et aérobies qui contrôlent généralement l'ensemble de la réaction, en l'occurrence les Thiobacillus ferrooxidans (Miller et King, 1975, Rogers *et al.*, 1993, Sasaki *et al.*, 1998, Xu *et al.*, 2000).
Cette étude ne prend pas en compte les éventuelles implications mécaniques de l'altération des pyrites mais sa conclusion ne semble pas être directement transposable aux conditions *in-situ* et ne semble pas aller dans le même sens que les observations faites dans les ouvrages.

Chiarelli (2000) a fait une prévision de l'extension de la zone endommagée et de la zone plastifiée autour d'une galerie souterraine circulaire dans les conditions du site de l'Est. Ses résultats montrent que la zone plastique s'étend jusqu'à environ 4 à 5 rayons de la paroi et que l'endommagement s'étend sur environ 1 rayon à partir de la paroi. L'auteur prévoit que les variations thermiques et hygrométriques contribueront à étendre ces zones au cours du temps.

Il est très probable que les images données par les deux types d'échantillons de carotte étudiés ici soient représentatives des horizons de la couche du Callovo-Oxfordien où ils ont été prélevés. Dans cette hypothèse, il y aurait donc 1 à 2% de pyrite à 490 m de profondeur.

Dans un cadre de modélisation mécanique il est évident que l'on ne peut prendre en compte toute la complexité de la microstructure des argilites pour étudier le comportement macroscopique de l'ouvrage. Cependant, il ressort de nos résultats et du parallèle qui peut être fait avec des cas réels rapportés dans la bibliographie qu'en plus des effets liés aux variations des conditions thermiques et hygrométriques, il faudrait aussi tenir compte de l'évolution du front d'altération des pyrites sitôt que l'on se situe plusieurs années après le creusement.
Une fois le phénomène d'oxydation déclenché, il entraînera la déstructuration et la fissuration du matériaux ce qui se traduira par l'apparition d'éventuelles zones en rupture et par l'extension de la zone endommagée.
Dans cette hypothèse, il est toutefois possible qu'il y ait dans un second temps, un effet de colmatage des fissures d'endommagement comme cela peut-être parfois observé dans la nature (Geological Society Engineering Group Working Party Report, 1995), mais, il faudrait ensuite considérer les conséquences de l'élévation de la température.
Rappelons, que le gypse commence à se déshydrater à partir de 85°C sous humidité relative faible. Vers 105°C, il a perdu la moitié de son eau pour se transformer en hémihydrate appelé bassanite dans la nature. Les bénéfices liés au colmatage des fissures par le gypse pourraient

donc disparaître sous l'effet du dégagement de chaleur issus des fûts de stockage. Par ailleurs le gypse est relativement soluble dans l'eau.

Pour en tenir compte de l'effet de l'altération des pyrites, une première approche pourrait éventuellement consister à définir un facteur supérieur à 1 à appliquer sur l'extensions de la zone endommagée quelques années après le creusement. Il reste toutefois que notre étude n'apporte aucun élément permettant de quantifier avec plus de précision ce facteur.
A cet effet, il pourrait être intéressant de s'inspirer de la méthode Huder-Amberg (Robert *et al.*, 1997) pour définir une pression de gonflement liée à l'altération des pyrites. Cet essai devrait être de longue durée et réalisé sur des échantillons non saturés, en contact avec l'air et en tenant compte de l'anisotropie de structure des argilites.

Il paraît difficile de proposer des solutions à partir de l'étude bibliographique réalisée mais il semble opportun de s'orienter vers un moyen permettant de limiter au maximum la désaturation du massif autour de l'ouvrage afin de limiter l'exposition des pyrites à l'oxygène de l'air.

D'autres études sont cependant nécessaires pour évaluer de façon plus précise les effets *in-situ* de l'altération des pyrites et proposer des solutions adaptées aux problèmes qui pourraient éventuellement se poser.

ANNEXE 2 : ETUDE D'UNE LAME EPAISSE DE GRANITE

L'essai sur la lame épaisse de granite a été réalisé en parallèle avec ceux effectués sur les lames épaisses L6 et L7.

1 CONDITIONS DE L'ESSAI

Le chargement de la lame épaisse de granite est semblable à ceux des lames épaisses L6 et L7. La différence réside dans le niveau des paliers de contraintes qui sont fixés à 10 MPa au début de l'essai puis ensuite à 14 MPa.
La détermination de la déformation axiale de la lame épaisse de granite est rendue très difficile car elle reste très faible au niveau de contrainte choisi. N'ayant pas beaucoup d'information sur l'échantillon utilisé nous avons choisi des conditions suffisamment conservatrices pour espérer observer le comportement sur une durée de plusieurs mois. Au cours d'un précédent essai on avait atteint la rupture pour une contrainte de 10 MPa et une température de 95°C imposées pendant une durée de 60 jours.

2 RESULTATS

Il s'agit d'un granite à texture grenue commune pour ce type de roche. Il n'y a pas d'altération visible mais on observe des clivages préexistants dans les feldspaths à la surface de la lame épaisse.

Aucune déformation de fluage n'a été relevée et aucune évolution de la texture n'a pu être observée jusqu'au 132ème jours de l'essai. La contrainte axiale étant à 14 MPa, elle a alors été incrémentée selon une vitesse d'environ 0,1 MPa.s^{-1} jusqu'à la rupture qui est survenue brutalement à 39 MPa.
Conformément à ce qui est couramment observé sur ce type de matériaux rocheux, la rupture s'est effectuée selon deux fractures de traction parcourant toute la longueur de la lame épaisse.

Leur observation montre qu'elles sont intergranulaires et intragranulaires.
La propagation intergranulaire se fait suivant les joints de phases feldspaths/biotite ou les joints de phases feldspaths/quartz qui sont orientés de façon sub-parallèle à la direction de contrainte axiale de compression. De même, la propagation intragranulaire se fait suivant les plans de clivages des feldspaths et les plans de clivages de la biotite orientés comme précédemment (Figure 73 A, B).

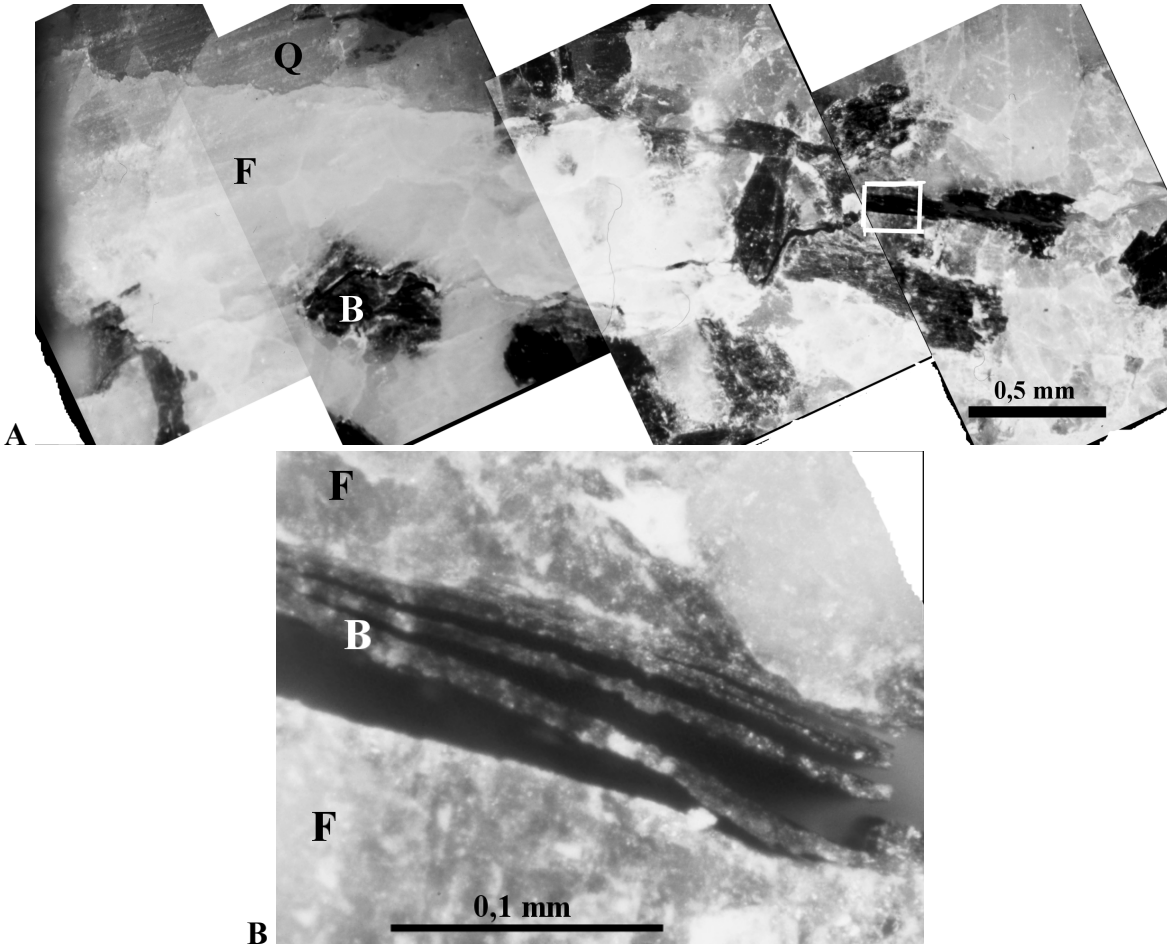


*Figure 73 : Microphotographies d'une lame épaisse de granite **A)** Vue partielle d'une fissure de rupture **B)** Détail de la vue A. Q : quartz ; F : feldspath ; B : biotite*