



HAL
open science

Fluage à long terme de l'argilite de Bure sous faible charge uniaxiale et en extension/compression triaxiale et compression uniaxiale avec suivi in-situ

Alexandre Dimanov, Michel Bornert, Hakim Gharbi, Jean Talandier

► To cite this version:

Alexandre Dimanov, Michel Bornert, Hakim Gharbi, Jean Talandier. Fluage à long terme de l'argilite de Bure sous faible charge uniaxiale et en extension/compression triaxiale et compression uniaxiale avec suivi in-situ. [Rapport de recherche] Laboratoire de Mécanique des Solides UMR7649; Andra. 2020. hal-03323357

HAL Id: hal-03323357

<https://hal.science/hal-03323357v1>

Submitted on 20 Aug 2021

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.



Document technique externe

Identification

D RP 0LMS 20 0001

Nom du FDR
FDR Name : HAVL-Argile

Diffusion * : Limitée

Émetteur/Originator	Date d'origine Original date :	Page
DRD/MFS	27/06/2020	1/93

Fluage à long terme de l'argilite de Bure sous faible charge uniaxiale et en extension/compression triaxiale et compression uniaxiale avec suivi in-situ

Documents associés/Associated documents :

Document répondant au cahier des charges mais dont le contenu traduit le point de vue du prestataire et n'engage que ce dernier.
This report concerns a study which was conducted for Andra. The conclusions and viewpoints presented in the report are those of the authors and do not necessarily coincide with those of the client.

Observations éventuelles du prescripteur :

Titulaire/Supplier

Laboratoire LMS

N° du marché :

Andra contract or order number :

Référence du titulaire
Supplier's identification

Visa Andra pour diffusion
OK Andra for distribution

Nom/Name : J. Talandier
Visa/Signature :

* CE DOCUMENT EST LA PROPRIÉTÉ DE L'ANDRA ET NE PEUT ÊTRE REPRODUIT OU COMMUNIQUÉ QUE SUIVANT LA MENTION INDIQUÉE CI-DESSUS EN DIFFUSION
Communicable : document pouvant être diffusé à tout public
Limitée : document pouvant être diffusé à tout le personnel Andra ainsi qu'au public averti
Andra : document pouvant être diffusé au seul personnel Andra
Confidentielle : document dont la diffusion est interdite à d'autres destinataires que ceux indiqués sur le document

Ind. Ind	Date Date	Nom/visa du rédacteur Written by ⁽¹⁾	Nom/visa vérificateur Reviewed by ⁽¹⁾	Nom/visa approbateur Approved by ⁽¹⁾
A	04/09/2020	A. Dimanov M. Bornert H. Gharbi	A. Dimanov 	A. Dimanov 

(1) Name and Signature

Table des matières

1	Contexte et objectifs	Error! Bookmark not defined.
2	-Provenance et préparation des échantillons	Error! Bookmark not defined.
3	- Tomographie à Rayons X	Error! Bookmark not defined.
3.1	<i>Tomographie RX de laboratoire</i>	<i>Error! Bookmark not defined.</i>
3.1.1	Tomographie pour les essais de fluage (en laboratoire et dans la mine)	Error! Bookmark not defined.
3.1.2	Tomographie RX pour les essais in situ MEB	Error! Bookmark not defined.
3.2	<i>Essais sous tomographie RX au synchrotron SOLEIL</i>	<i>Error! Bookmark not defined.</i>
3.2.1	Contexte et objectifs	Error! Bookmark not defined.
3.2.2	Essais mécaniques en compression uniaxiale : Montage expérimental	Error! Bookmark not defined.
3.2.3	Essais mécaniques en compression uniaxiale : Résultats	Error! Bookmark not defined.
4	- Essais uniaxiaux dans le MEB environnemental	Error! Bookmark not defined.
4.1	<i>Contexte et objectifs</i>	<i>Error! Bookmark not defined.</i>
4.2	<i>Protocole expérimental</i>	<i>Error! Bookmark not defined.</i>
4.3	<i>Résultats</i>	<i>Error! Bookmark not defined.</i>
4.3.1	Données mécaniques	Error! Bookmark not defined.
4.3.2	Cartes de déformation obtenues par CIN	Error! Bookmark not defined.
4.4	<i>Discussion</i>	<i>Error! Bookmark not defined.</i>
5	- Mises en place de essais de fluage au laboratoire	Error! Bookmark not defined.
5.1	<i>Essais triaxiaux classiques</i>	<i>Error! Bookmark not defined.</i>
5.2	<i>Essais de fluage en extension</i>	<i>Error! Bookmark not defined.</i>
5.2.1	Principe	Error! Bookmark not defined.
5.2.2	Protocole	Error! Bookmark not defined.
5.2.3	Résultats	Error! Bookmark not defined.
6	-Fluage longue durée sous faible charge	Error! Bookmark not defined.
6.1	<i>Protocole</i>	<i>Error! Bookmark not defined.</i>
6.2	<i>Résultats</i>	<i>Error! Bookmark not defined.</i>
6.2.1	Echantillons I1 - 45° & F1 - 90°	Error! Bookmark not defined.
6.2.2	Essais en cours : K1_45° & L1_90° : Charge 0.18 MPa	Error! Bookmark not defined.
7	-Synthèse/conclusions	Error! Bookmark not defined.

1 – Contexte et objectifs

La réunion du GL « Comportement THM Gaz des ouvrages et des composants », qui s'est tenue le 16.12.2014, a permis de dégager deux axes de recherche prioritaires en vue de la campagne R&D 2015-2017, portant sur les thématiques « comportement différé » et « anisotropie » des argilites. Il s'agit de mettre en évidence les relations entre les comportements mécaniques à court terme et les **comportements différés**, ainsi que les phénomènes liés à l'**anisotropie** structurale héritée et induite (stratification naturelle et endommagement d'excavation) de l'argilite COx.

Les objectifs des études à mener sont de permettre de développer des lois de comportement à long terme basées sur les mécanismes microphysiques mis en jeu, puis des lois simplifiées, adaptées au dimensionnement et à l'optimisation des ouvrages. Ces démarches sont conditionnées par le **comportement différé**. Ce dernier met en jeu différents mécanismes microphysiques (viscosité de la matrice argileuse, effets de gonflement/retrait et fissuration, propagation sous-critique de fissures...). Comprendre le comportement différé (fluage, fluage tertiaire et rupture différée) implique de hiérarchiser l'importance relative de ces mécanismes, de définir leurs conditions d'activation (conditions de chargements thermo-hydro-mécaniques, hygrométrie, seuil d'initiation/arrêt du fluage), de quantifier leurs effets cumulés en termes d'endommagement diffus, et de relier leur évolution à l'**anisotropie microstructurale** du matériau.

A l'issue des discussions, deux grands axes d'étude portant tout particulièrement sur les aspects d'anisotropie et de comportement différé ont émergé :

1) La caractérisation du comportement macroscopique, avec des essais « classiques », en lien avec l'expérimentation *in-situ* et la modélisation à l'échelle de l'ouvrage.

2) La caractérisation du comportement multi-échelle, avec des moyens d'investigation permettant d'améliorer la compréhension et de quantifier les processus physiques activés à des échelles allant du cm au nm, grâce à l'observation directe (MEB environnemental, MEB/FIB, microtomographie RX...) et à l'analyse d'images.

En accord avec les points clés précédemment cités, le LMS (Ecole Polytechnique) et le Laboratoire Navier (Ecole des Ponts) proposent de réaliser une étude suivant deux axes :

1 : a) Le fluage à long terme sous très faible charge déviatorique (recherche de seuil de plasticité) ; b) le fluage à long et moyen terme sous chargement classique en compression et en extension (recherche de critères de rupture différée). Dans les deux cas on prend en considération l'anisotropie structurale (axe de chargement variable par rapport à la stratification naturelle) et l'état hydrique (maintien au plus près de la saturation).

2 : Compression uniaxiale contrôlée avec suivi simultané par imagerie multi-échelle pour mesures de champs par corrélation d'images numériques (CIN): a) Investigations *in-situ* 2D par microscope électronique à balayage (MEB); b) Investigations *in-situ* 3D par Microtomographie RX. Dans les deux cas on prend en considération l'anisotropie structurale (axe de chargement variable par rapport à la stratification naturelle) et l'état hydrique (maintien au plus près de la saturation).

Tableau 1a : synthèse des essais contractuels

Tomographie RX de laboratoire:
• Avant / après essais mécaniques
Essais uniaxiaux en MEB environnemental (état saturé):
• 2 essais en compression (2 orientations) avec mesures de champs
Essais uniaxiaux en tomographie RX (synchrotron Soleil):
• 2 essais en compression (2 orientations) avec mesures de champs
Essais de fluage au laboratoire:
• 4 essais de fluage en extension (2 orientations)
• 2 essais de fluage « classique » (compression) pour référence
Essais de fluage faible charge en mine:
• 4 essais (2 orientations)

Tableau 2b : synthèse des essais non contractuels supplémentaires

Tomographie RX de laboratoire:
• Avant / après dé-confinement des cellules T1
Essais uniaxiaux en MEB environnemental (état saturé):
• 1 essais en compression (3 ^{ème} orientation) avec mesures de champs

Essais uniaxiaux de type DCDC en microscopie optique
• 3 essais en compression (3 orientations) avec mesures de champs
Essais uniaxiaux DCDC en tomographie RX (synchrotron Soleil):
• 2 essais en compression (2 orientations) avec mesures de champs
Essais d'hydratation/désaturation en tomographie RX (synchrotron Soleil):
• 4 essais (2 orientations) avec mesures de champs

Ce document est le rapport final de l'étude. Il présente la méthodologie appliquée, le déroulement expérimental, l'analyse et les résultats. Il détaille aussi les différents problèmes techniques rencontrés, ainsi que l'évolution des stratégies adoptées pour pallier aux difficultés en question. En particulier, il présente des approches nouvelles et des séries expérimentales (voir annexes) non initialement prévues, mais qui se sont révélées complémentaires, voire nécessaires.

2 -Provenance et préparation des échantillons

Les éprouvettes utilisées proviennent de cellules T1 fournies par l'ANDRA, issues de forages de 2016 à 2018. Par ailleurs, d'anciennes cellules (1996 et 2008) ont aussi été utilisées pour mettre au point les protocoles.

Tableau 3: récapitulatif des cellules T1 utilisées au cours de l'étude.

nom cellule	année forage (série de carottage)	scan cellule	teneur en eau moyenne	Essai réalisé
EST53654	2016 (A)	-	7,1	Fluage extension
EST53612	2016 (B)	-	6,31	(trop fissurés)
EST53619	2016 (D)	oui	6,91	Fluage mine Préliminaires MEB
EST28066	2007 (C)	-	5,04	Triaxial préliminaire
EST02258	1996 (E)	-	3,11	Triaxial / fluage préliminaire
EST30304	2008 (D*)	-	4,32	Triaxial préliminaire
EST56044	2017 (I)	oui	6,07	Fluage mine Autres essais
EST53629	2016 (H)	oui	6,8	Essais MEB
EST55518	2016 (F)	oui	6,07	Fluage mine Essais Soleil
EST53627	2016 (G)	oui	6,79	Fluage extension Autres essais
EST57158	2017 (J)	oui	7,15	Essais MEB
EST56053	2017 (J*)	oui	6,02	Essais autres
EST57899	2018 : Sans Confinement, Phi : 120 mm (K)	oui	6,33	Fluage mine Fluage extension
EST57904	2018 : Sans Confinement, Phi : 120 mm (L)	oui	6,82	Fluage mine Fluage extension
EST56042	2017 : Scannée, fracturée, non carottée	oui	-	-
EST56050	2017 : Scannée, fracturée, non carottée	oui	-	-
EST30305	2008 : Scannée, fracturée, non carottée	oui	-	-
EST57156	2017 : Scannée, fracturée, non carottée	oui	-	-
EST57896	2018 : Scannée, fracturée, non carottée	oui	-	-

Lors de l'ouverture de chaque cellule, les échantillons sont forés immédiatement sous flux d'air pour le refroidissement. Des débris sont ensuite utilisés pour mesurer la teneur en eau massique moyenne de chaque cellule. Nous avons carotté selon trois directions par rapport au litage, qui contient l'axe longitudinal des cellules. On désigne l'orientation des échantillons par l'angle entre le plan de stratification et l'axe des échantillons (soit aussi la direction de chargement). Un échantillon dit à 90° est un échantillon sur lequel la charge est appliquée perpendiculairement à la stratification. Un échantillon dit à 0° est un échantillon chargé parallèlement à la stratification. La troisième direction de chargement est à 45°.

Des échantillons de trois diamètres différents, 36 mm, 8mm et 4mm, ont été prélevés pour les essais de fluage (dits macroscopiques), les essais in situ MEB et sous tomographie RX (dits microscopiques), respectivement.

Les échantillons sont ensuite pesés et mesurés. Pour préserver leur état de saturation initiale ils sont enveloppés dans une feuille d'aluminium, puis enduits de paraffine et finalement emballés sous film plastique alimentaire à vide et conservés dans un dessiccateur, avec une humidité relative (HR) maintenue proche de 90% (Fig. 1).



Fig. 1. Préparation des échantillons : Ouverture de cellule T1 (a, b), carottage orienté en diamètre 36 mm (c,d), rectification et conditionnement (aluminium-paraffine-poche à vide) et stockage en dessiccateur à solution saline (e).

3 – Tomographie à Rayons X

3.1 Tomographie RX de laboratoire

L'étude se base de façon généralisée sur l'imagerie par tomographie RX en laboratoire. Suivant les différents essais, la résolution est adaptée à la taille des échantillons, qui sont scannés dans leur intégralité avant et après sollicitation mécanique.

Dès les premières observations avant essais nous avons détecté la présence de fissures méso- et macroscopiques, dans l'ensemble des échantillons. Suite à cette constatation, nous avons modifié le protocole de prélèvement et de caractérisation des éprouvettes. Les carottes reçues sont scannées entièrement. Les éprouvettes sont échantillonnées dans les zones exemptes de fissures visibles et scannées après prélèvement. L'annexe 1 fournit les détails du protocole.

Les scans RX systématiques réalisés sur toutes les carottes fournies sont effectués à la résolution de $45 \mu\text{m}^3$ par voxel. On élimine celles qui présentant un endommagement trop important (cinq carottes, cf. Tableau 2) et on sélectionne les zones « saines ». Les échantillons prélevés dans ces zones sont d'abord scannés avec un protocole simplifié, pour exclure ceux qui présentent des dommages liés au prélèvement.

Enfin, les échantillons retenus sont scannés avec un grand soin pour obtenir des images de qualité. Typiquement, pour un échantillon de diamètre de 36 mm on a une taille de voxel de $20 \mu\text{m}^3$ (scan de 12 h). Pour un diamètre de 8 mm on a une taille de voxel de $5 \mu\text{m}^3$, ce qui correspond aux plus petites particules détritiques (quartz et calcite) et se rapproche de la taille des particules d'argile.

Les éprouvettes sont également scannées après essai, dans les mêmes conditions, afin de comparer qualitativement les états initiaux et finaux et déterminer le mode d'endommagement. La corrélation de volumes numériques (CVD) est également appliquée pour mesurer les champs mécaniques complets, afin de mettre en évidence les hétérogénéités de déformation et d'identifier les processus de déformation et d'endommagement aux échelles accessibles selon la taille d'échantillon et la résolution de l'imagerie.

On peut noter que les échantillons ont un facteur de forme entre 1,5 et 2 et nécessitent d'être scannés par tranches, ce qui a entraîné le développement par Hakim Gharbi d'un protocole particulier de repositionnement des reconstructions pour éviter les artefacts de recouvrement aux « interfaces ».

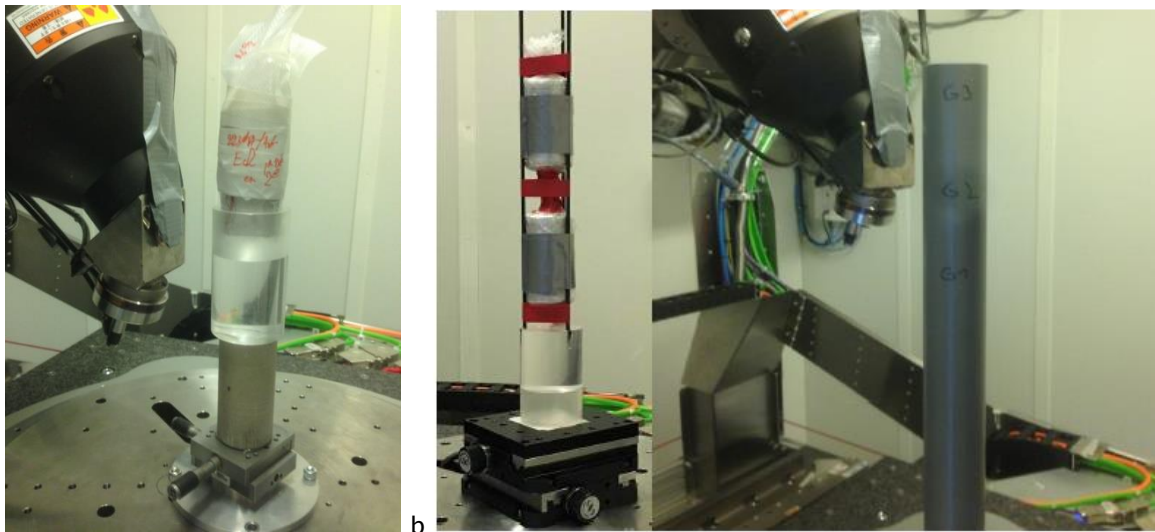


Fig. 2. Tomographie RX de laboratoire (Navier). a : scans individuels (12h). b : Installation permettant de scanner simultanément plusieurs échantillons de 36mm (cellule EST 53627).

3.1.1 Tomographie pour les essais de fluage (en laboratoire et dans la mine)

Tous les échantillons destinés à la réalisation des essais de fluage (diamètre 36 mm) ont été scannés avant les expériences. Les scans étant longs, un système a été mis en place pour scanner en une fois plusieurs échantillons (Fig. 2).

Les procédés habituels d'ouverture des cellules T1, de sous-carottage et de rectification des échantillons se sont révélés assez problématiques. La tomographie RX montre que la plupart des éprouvettes sont pré-fissurées, même si elles paraissent intègres à l'œil nu (Fig. 3, 4 et 5). Une procédure spécifique (non contractuelle) de scan RX des cellules T1 non ouvertes a été mise en place (voir annexe 1). Plusieurs carottes initiales se sont aussi révélées pré-fissurées, même en étant confinées dans les cellules T1. Grâce à la tomographie systématique nous avons pu sous-carotter dans les zones saines. Les échantillons les moins pré-endommagés ont été obtenus dans les deux dernières carottes, issues de la campagne de forage d'avril 2018 et fournies emballées en film plastique, sans conditionnement en cellule T1 (voir annexe 1).

En tout, quatorze carottes ont été scannées (voxel = $43 \mu\text{m}^3$). La plupart l'ont été après ouverture de leur cellule T1. Certaines l'ont été dans leur cellule T1, puis après dé-confinement. Quelques-unes se sont révélées totalement inutilisables (Fig. 5), d'autre au moins partiellement. Des échantillons d'essai ont été sous-carottés dans des parties en apparence saines, à la résolution d'imagerie. Il s'avère en effet, que certaines fissures sont difficilement détectables sans un examen minutieux (Fig. 6A, B et C). Notons aussi que pour les dimensions des carottes fournies, et pour une durée de scan acceptable, la résolution d'imagerie reste limitée avec une taille de voxel de l'ordre de quelques dizaines de micromètres.

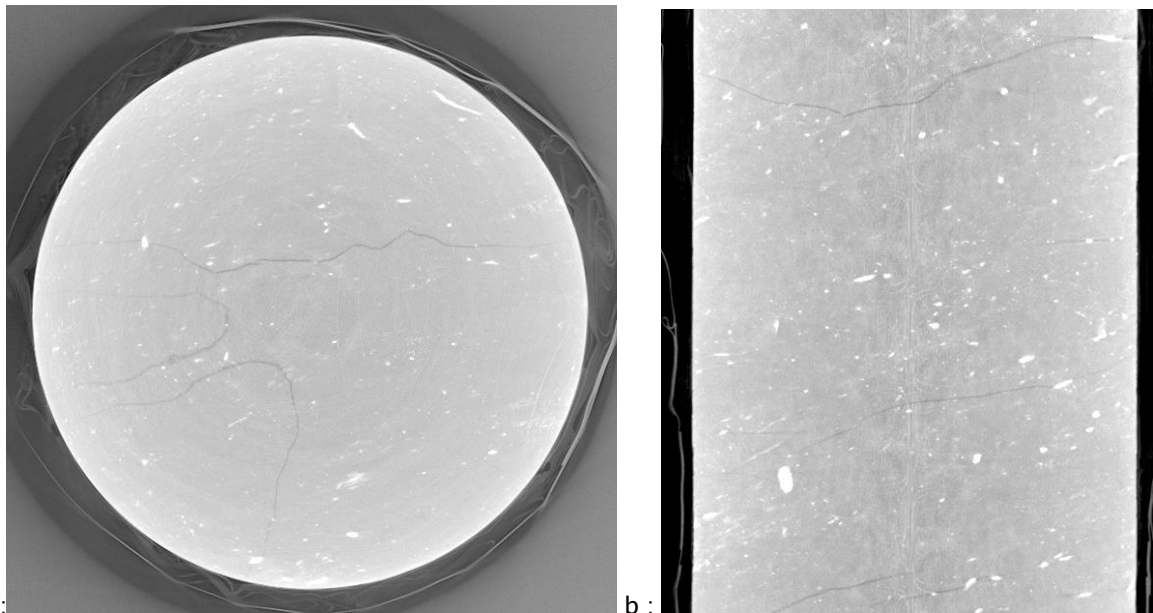
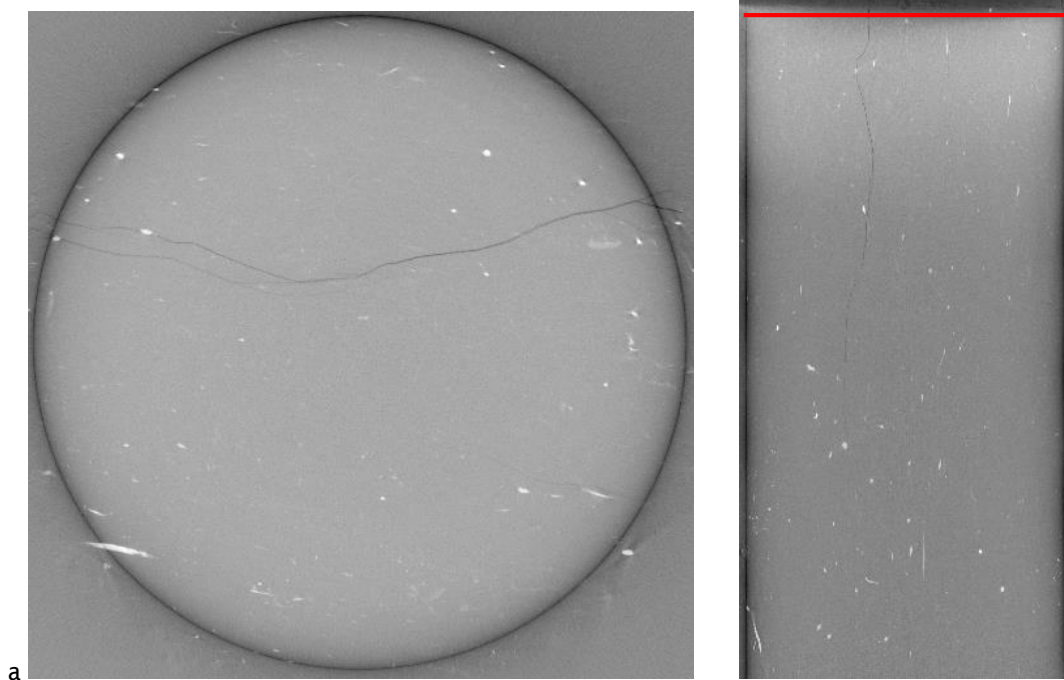


Fig. 3 : Imagerie en tomographie RX d'échantillons (diamètre 36 mm) prélevés sans pré-sélection dans la carotte A (cellule T1, procédure classique). La protection (aluminium, paraffine et film alimentaire) est visible sur le pourtour. a : Echantillon A2, 90°, scan hélicoïdal de 12 heures (5760 projections, voxel = 24 μm , 100 kV, 150 μA , sans filtre, Varian 2520). b : Echantillon A1, 45°, scan hélicoïdal de 12 heures (5760 projections, voxel=24 μm , 100 kV, 150 μA , filtre Cu, Varian 2520). Des fissures sont nettement visibles.

Deux carottes de 120 mm (EST57899 et 57904) nous ont été fournies peu après leur forage, enveloppées de film protecteur, mais sans conditionnement en cellule T1. Elles s'avèrent suite au scans RX être parmi les meilleures.

Par suite de cette investigation systématique de l'état d'endommagement des carottes et des éprouvettes, les procédures de coupe et de rectification des éprouvettes ont aussi évolué, permettant de limiter les endommagements liés à la préparation. Les procédures optimisées sont décrites en annexe.



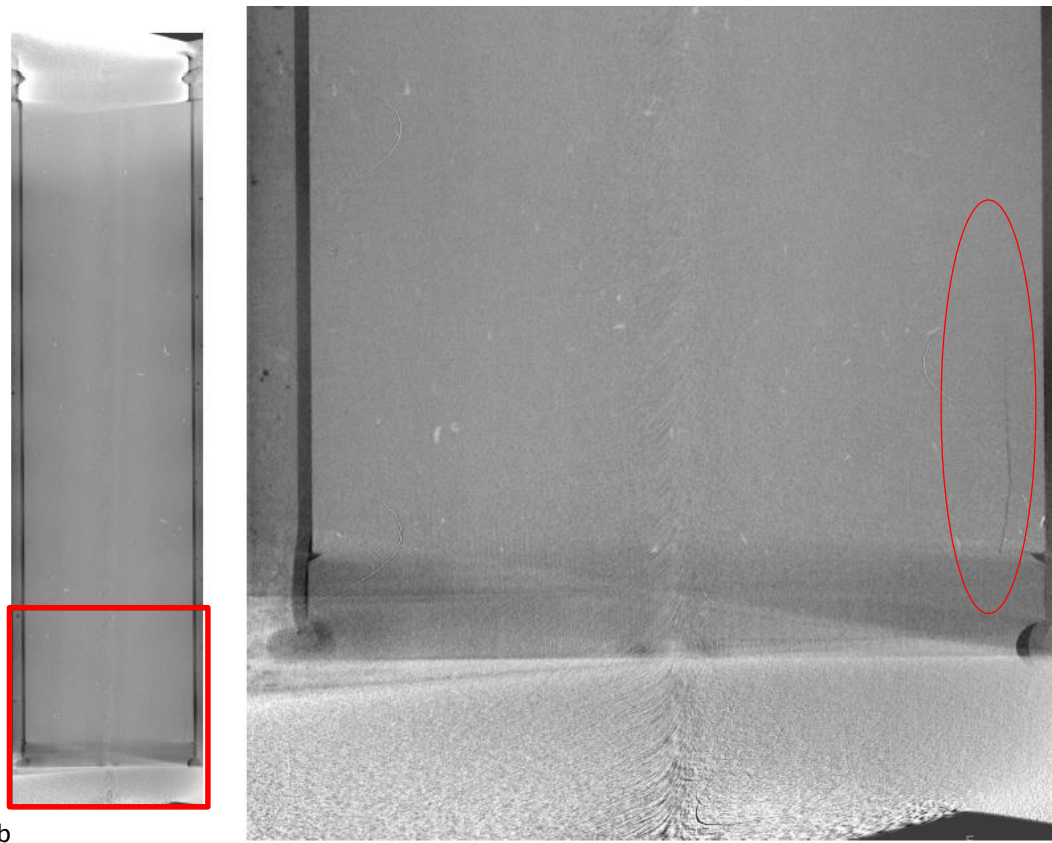


Fig. 4 : Mise en évidence de fissures préexistantes dans les carottes initiales des cellules EST 53619 et 55518, de diamètre 80 mm. Imagerie RX à 160 kV, 315 mA, filtre Cu (1,5 mm), Varian 2520, framerate 0,5 Hz.
 a : EST 53619 : section transverse et longitudinale de la moitié supérieure (environ 157 mm de haut). Le niveau de la coupe transverse correspond au tracé en rouge sur la coupe longitudinale. Voxel de 42 μm .
 b : EST 55518 : coupes longitudinales. L'encadré en rouge est agrandi à droite pour mettre en évidence une petite fissure. Scan hélicoïdal (7 tours), 10080 projections (1440x7), 90 heures de scan. Voxel de 50 μm , 1750x1750x7082 voxels (21,7 Gvoxels, équivalent à 43,4 Go).



Fig. 5. a : Pesée de carottes avant et après scans RX. b : Mise en évidence de fissures préexistantes dans les carottes initiales à la sortie des cellules EST 53627 et EST 53629 (très fissurée). Prélèvement de 3 échantillons de 36 mm et 19 échantillons de 8 mm dans EST 53627 (série G) et EST 53629 (série H).

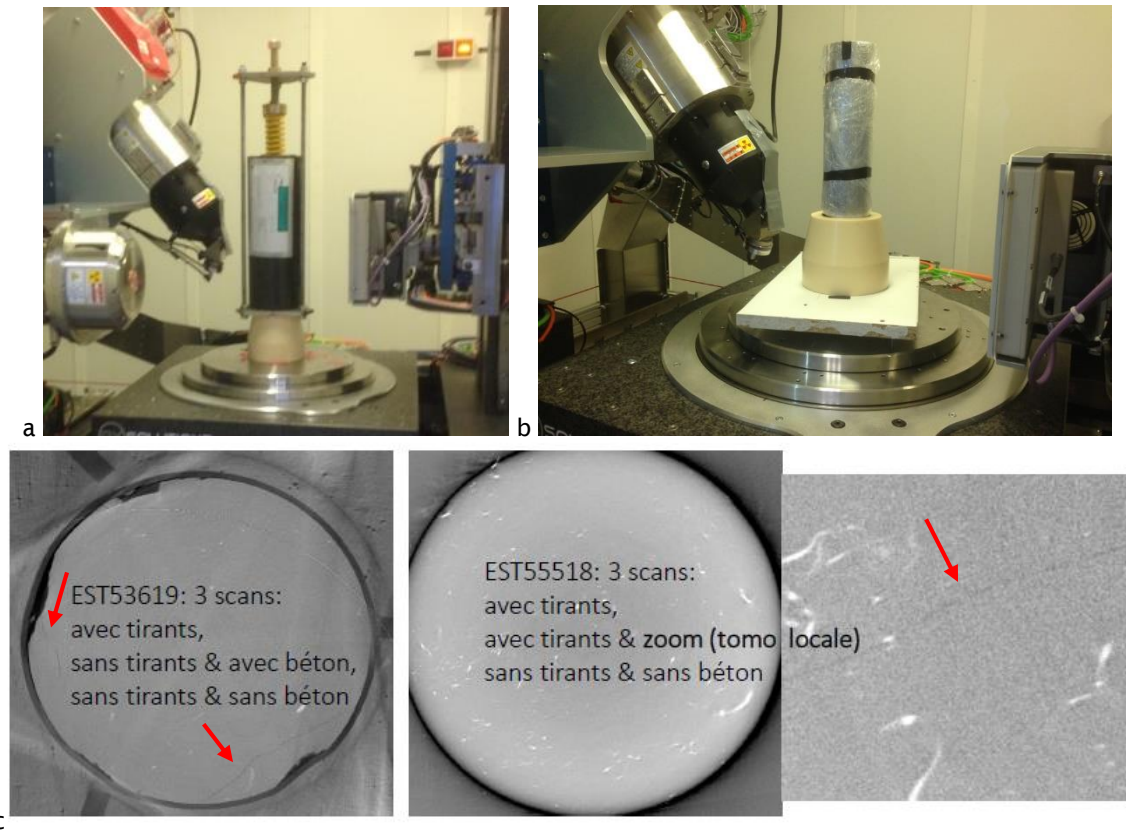


Fig. 6A. Scans des carottes EST55518 et EST53619. a : scan EST55518 : i) confinée dans la cellule T1 complète avec tirants, ii) idem, mais en tomographie locale avec agrandissement sur la zone endommagée. b : puis scan juste après ouverture de la cellule. c : exemples de sections transverses de reconstruction tomographique des carottes montrant des fissures préexistantes avant ouverture des cellules T1.

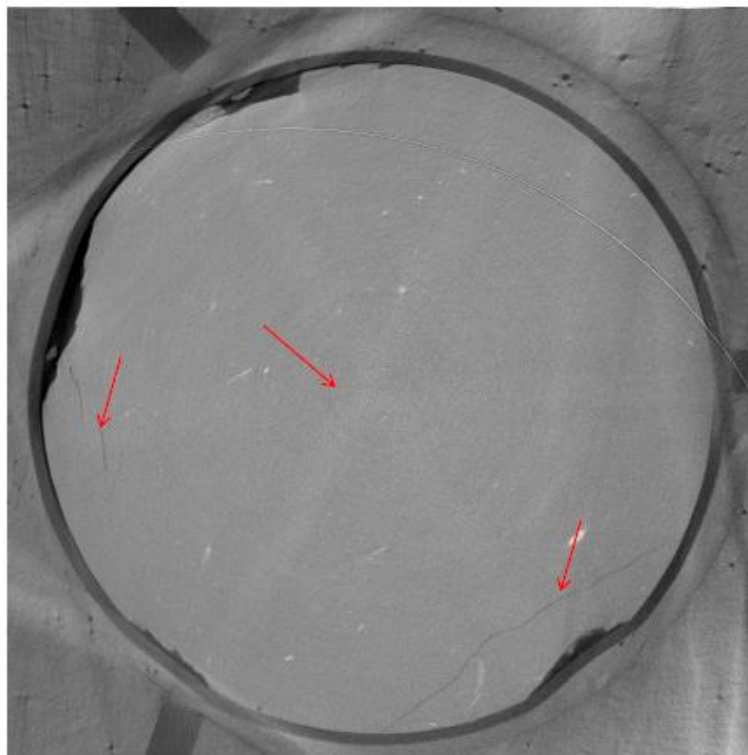


Fig. 6B. Investigation de carotte traditionnelle EST53619. Exemples de fissures dans la partie inférieure de. Conditions d'imagerie : 1440 projections (14 h de scan), $1750 \times 1750 \times 1220$ voxel³, voxel = 50 μ m, 160 kV, 315 μ m, Cu filtre (1,5 mm), Varian 2520, framerate 0,5 Hz, Aver 16. La fissure centrale est à peine perceptible.

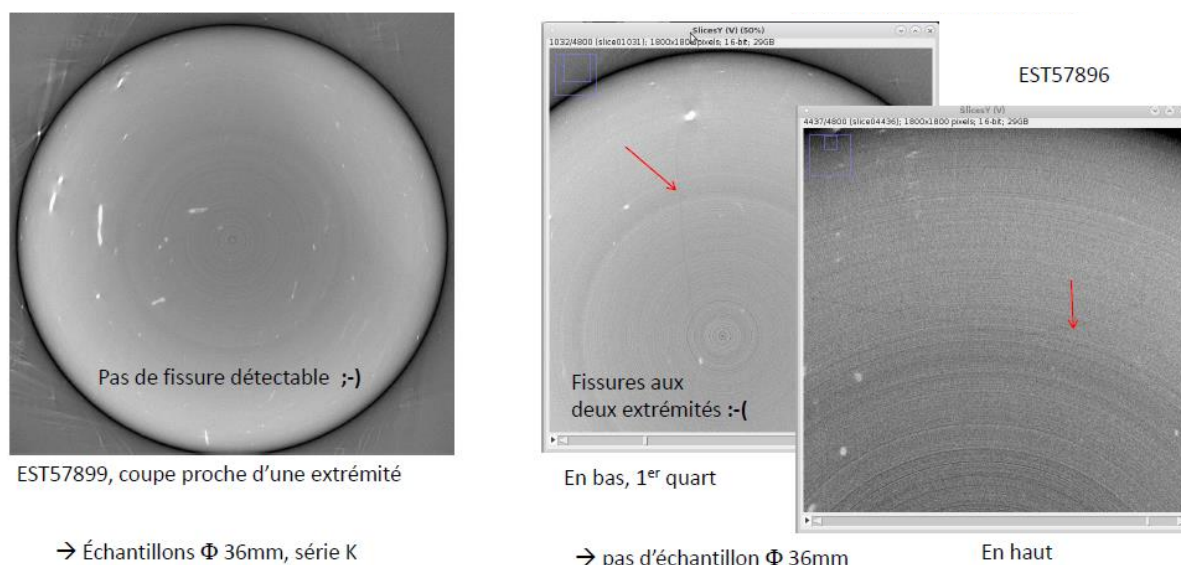


Fig. 6C. b et c : Investigation de carottes de 120 mm. Conditions d'imagerie : $1781 \times 1781 \times 5428$ voxels³, voxel = $65 \mu\text{m}$. a : EST57899, fournie exceptionnellement sans conditionnement en cellule T1. Pas de fissure détectable. Série d'échantillons K (diamètre 36 mm) pour essais de fluage. b : EST57896, traditionnelle, conditionnée en cellule T1, après ouverture de la cellule. Exemples de fissures se prolongeant à partir des parties inférieure et supérieure. Carotte inutilisée.

3.1.2 Tomographie RX pour les essais in situ MEB

La série de tests en chargement uniaxial in situ MEB a été réalisée sur 3 échantillons présentant les 3 orientations 0° , 45° et 90° (indiquant l'orientation de la contrainte uniaxiale par rapport à la stratification de la roche). De plus, deux tests en chargement uniaxial ont été réalisés in situ tomographie RX, sur des échantillons orientés à 0° et 90° . Les résultats mécaniques et les champs de déformation à l'échelle des éprouvettes et de la microstructure sont présentés par la suite. Ici nous présentons la présélection d'échantillons par tomographie RX de laboratoire et un exemple de l'utilisation des scans RX avant et après essai mécanique in situ MEB.

Les échantillons pour les essais in situ MEB ont 16 mm de long et 8 mm de diamètre. Dans un premier temps, ils ont été scannés après carottage avec une faible résolution (quelques dizaines de μm) afin de sélectionner ceux qui ne contiennent pas de fissures appréciables. Les scans sont réalisés simultanément sur plusieurs échantillons montés en série (Fig. 7). Il s'en suit la découpe en longueur, la rectification (parallélisme des faces d'appui), le polissage manuel des faces d'appui et du méplat d'observation (de largeur 4 mm). Le polissage à sec est progressif avec des tapis abrasifs jusqu'à la granulométrie de $0.3 \mu\text{m}$. Mais, le polissage mécanique induit des perturbations de la microstructure de surface. Notamment, des feuillets de cristallites d'argile arrachées sous l'effet de cisaillement tendent à s'étaler et modifient la morphologie de la surface (Wang et al, 2013 ; Dimanov et al, 2014). Aussi, pour obtenir un état de surface préservé, qui permette d'observer la microstructure, nous appliquons un polissage ionique au faisceau d'argon non focalisé sur quelques mm^2 dans la zone centrale du méplat. Le polisseur fonctionne en vide secondaire, aussi pour préserver l'état de saturation, les échantillons sont préalablement cryogénisés et placés sur une platine refroidie à l'azote liquide (voir les détails par la suite). L'observation des échantillons à l'échelle fine de la microstructure lors des essais in situ MEB est réalisée uniquement dans la zone polie au faisceau ionique.

Suite à la préparation les échantillons sont à nouveau scannés en tomographie RX, avec cette fois-ci une résolution de quelques μm , afin de vérifier un éventuel endommagement lors des procédures préparatoires. Les essais étant poursuivis jusqu'à la rupture, seuls les échantillons qui n'ont pas été trop fracturés et ont gardé une certaine cohésion sont à nouveau scannés en contraste d'absorption RX. La reconstruction en tomographie RX permet de réaliser une analyse par corrélation de volumes numériques et d'identifier les zones de localisation sur l'ensemble de l'éprouvette.

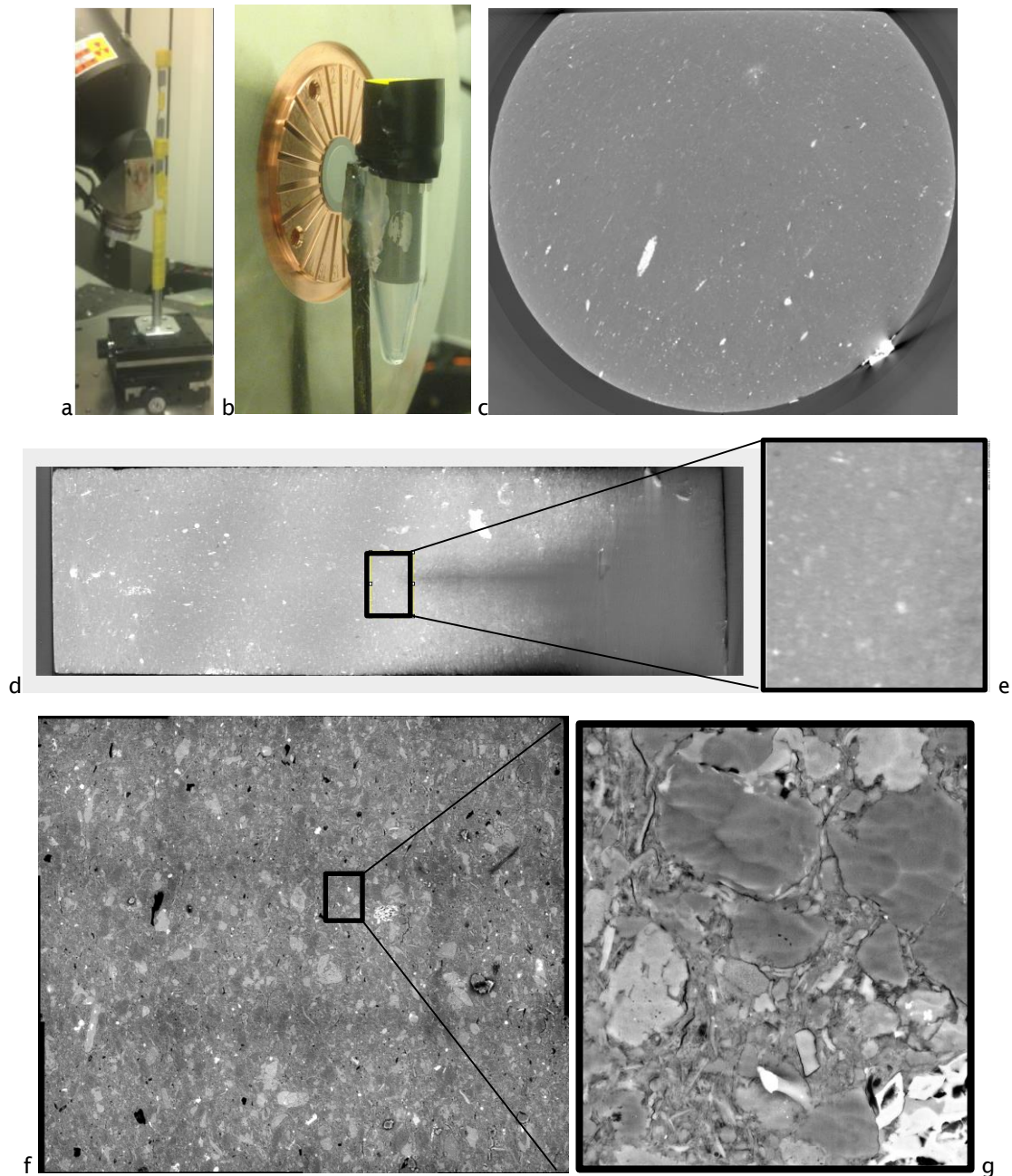


Figure 7a : (a) : Sélection d'échantillons de 4 et 8 mm de diamètre, prélevés dans les chutes saines issues des carottes scannées. Les échantillons (en capsules étanches) sont montés en série pour réaliser simultanément les scans de plusieurs échantillons. (b) : Imagerie de l'échantillon H7 de 8 mm de diamètre ($1750 \times 1750 \times 3600$ voxel³, voxel = $4,7 \mu\text{m}$), dont une coupe transversale est montrée en (c). (d) : coupe longitudinale de H7 entier. (e) : zoom sur la zone centrale observée au MEB. (f) : Reconstruction d'une zone de 1,2 mm de côté par 12 micrographies MEB. (g) : zoom sur une zone centrale de (f) à l'échelle de la microstructure.

Pour éviter les erreurs de repositionnement des tranches scannées (voir par la suite la tomographie RX au synchrotron Soleil) et pour des raisons de temps d'acquisition nous avons utilisé la méthode de scan hélicoïdale. Elle permet de scanner en une seule fois la totalité de l'échantillon, mais la résolution est moindre. Les tentatives de corrélations DVC (3D) sur ces données présentent d'importantes erreurs aléatoires et des artefacts liés à ce type de scan (Fig. 7b). Toutefois, la valeur de la déformation moyenne axiale donnée par la DVC est très proche de la valeur CIN (MEB) et les artefacts (indiqués par les flèches rouges, Fig. 7b) mis à part, la sollicitation est macro-homogène.

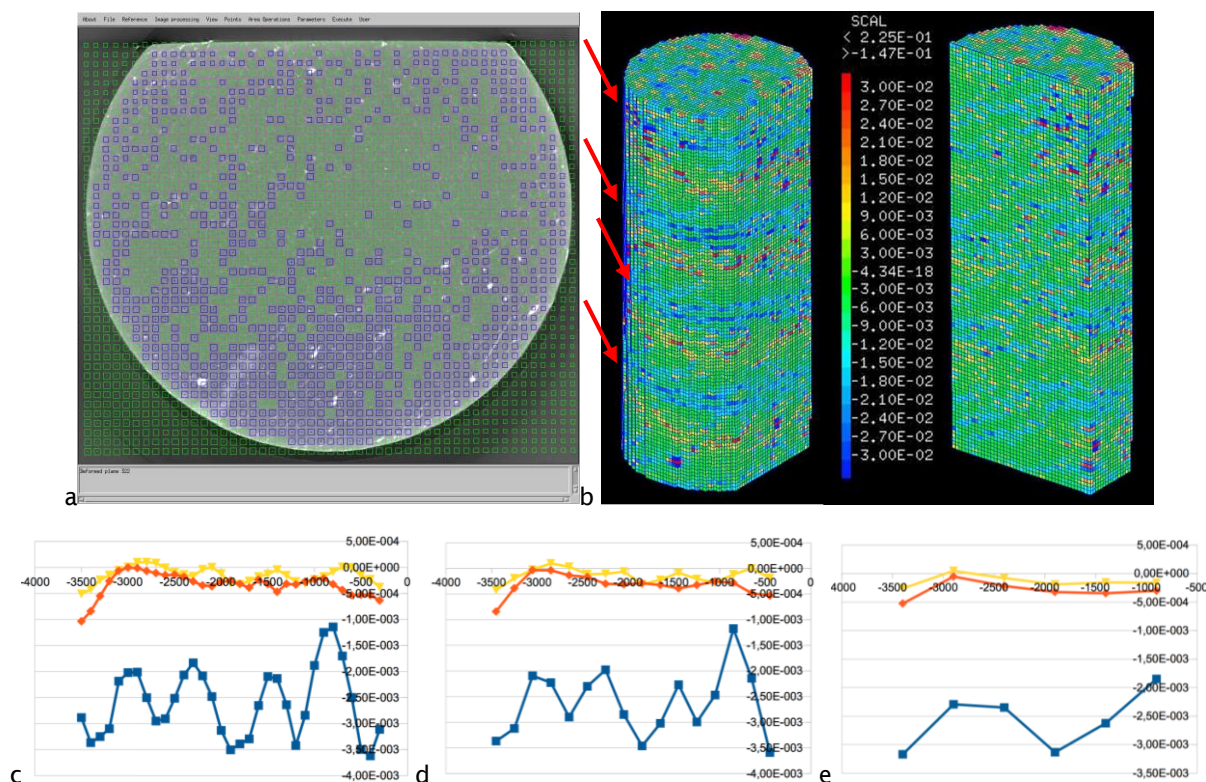


Figure 7b : (a) : Exemple de grille de corrélation CIV (3D) avant/après essai MEB sur l'échantillon H7 (grille 51x44x111, pas de 30 voxels, 250 000 points). (b) : Représentation 3D de la composante axiale (Scan hélicoïdal de 42 heures, 1750x1750x3600, Voxel de 4,7 μm). (c), (d), (e) : Représentation graphique des composantes de déformation le long de l'axe de l'échantillon, moyennées sur tranches de 0,5, 1 et 2 mm, respectivement (en bleu : ezz (axiale), en rouge : exx, en jaune : eyy). Les fluctuations périodiques de la composante axiale (ezz et flèches en(b) indiquent des artéfacts liés au scan hélicoïdal. Néanmoins, la déformation est globalement macro-homogène et la valeur axiale moyenne (env. 0,26%) est très proche de la valeur obtenue par CIN sur imagerie 2D au MEB.

3.2 Essais sous tomographie RX au synchrotron SOLEIL

3.2.1 Contexte et objectifs

Une étude du comportement micromécanique des argilites de Bure sous chargement uniaxial a été réalisée par tomographie RX au synchrotron SOLEIL (Saint Aubin). L'imagerie en contraste d'absorption est utilisée pour réaliser des reconstructions volumiques et l'application de la corrélation de volumes numériques permet d'obtenir des mesures de champs de déformation 3D et d'identifier les localisations et modes d'endommagement.

Cette étude s'inscrit dans la démarche d'identification des mécanismes de déformation et d'évaluation des effets d'anisotropie. En particulier, nous cherchons à généraliser les observations réalisées in situ optique et MEB, en confrontant les champs de déformation 2D et 3D. La ligne de lumière Psiché permet d'obtenir pour des échantillons de 4 mm de diamètre des reconstructions 3D avec une résolution de l'ordre du μm , c'est-à-dire intermédiaire à celles de l'échelle macroscopique abordée par analyses 3D sur échantillons de diamètre 36 mm et microscopique étudiée au MEB (taille de pixel de la centaine de nm). De fait, ces essais sont très complémentaires à ceux des essais réalisés par MEB ou par tomographie RX en laboratoire.

Le programme expérimental a été divisé en quatre parties distinctes :

- 1) Optimisation des conditions d'imagerie et comparaison 2D MEB / 3D Tomo RX : échantillon F2 (Fig. 8).
- 2) 4 essais hydriques transitoires de saturation/désaturation (35% entre et 95% de HR), dans deux directions de transfert (0 et 90°). Échantillons : F21, F22, F29 et F31. Imagerie des échantillons complets.

- 3) 2 essais mécaniques en compression simple (état hydrique initial) pour deux orientations (0° et 90°). Echantillons F23 et F30. Imagerie des échantillons complets.
- 4) 2 essais mécaniques en compression simple d'échantillons avec trous cylindriques pour deux orientations (0° et 90°). Echantillons F10 et F24. Imagerie haute définition de la zone du trou.

Les essais des points 2) et 4) ne sont pas contractuels. Ils ont été menés en complément des études des effets d'anisotropie. Les résultats sont décrits succinctement en annexes 2 et 3.

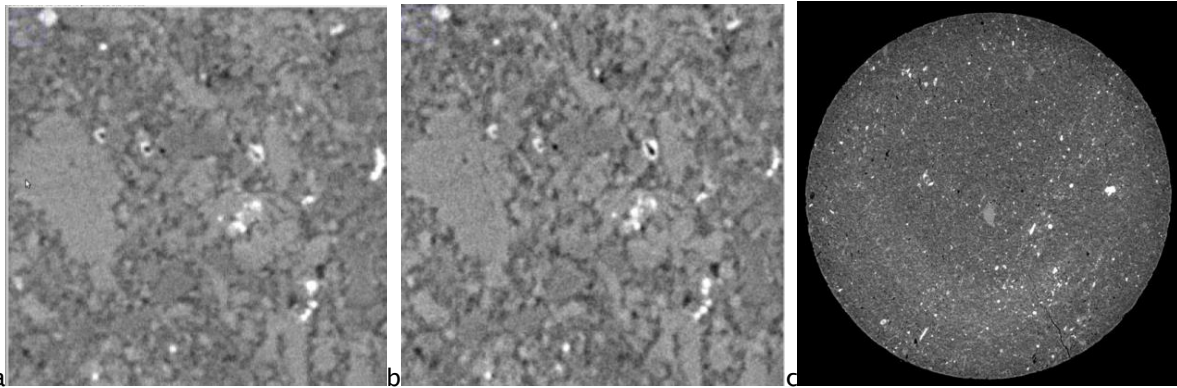


Figure 8 : Réglages de faisceau rose de la ligne Psiché (échantillon F2) : a : détail d'une image à 28 keV, d = 40mm. Taille du champ env. 150 micromètres. b : le même détail d'image à 40 keV, 40mm (conditions gardées pour l'ensemble des essais). c : exemple de coupe transverse complète d'un échantillon de 4 mm de diamètre (fissuré).

Conditions d'imagerie (en contraste d'absorption) :

Faisceau rose à spectre d'énergie centré sur : 28 keV ou 40 keV (condition sélectionnée).

Distances axe de rotation / scintillateur : d = 60 mm ou 40 mm (condition sélectionnée).

Rotation de 360° : Taille capteur = 1/2 échantillon, 4700 projections → résolution doublée 1,29 µm.

Image typique à haute résolution

- champ unique : 3648x3648x2048 à résolution de 1,29 µm (soit ~ 4,7x4,7x2,6 mm³)

- champs multiples : jusqu'à quatre images superposées

Rotation sur 180° : échantillon complet » → résolution simple 2,35 µm.

Image typique à résolution standard (essais en compression simple)

- champ unique : 2048x2048x1200 à résolution de 2,35 µm (soit ~ 4,8x4,8x2,8 mm³)

- échantillon complet en 4 champs

Table des échantillons prélevés dans la carotte EST55518. En rouge les échantillons retenus :

nom	orientation	diamètre foré	diamètre réel	longueur	masse	utilisation
F1	90	4mm				test meca
F2	90	4mm				test EDS
F3	90	4mm				
F4	90	4mm				
F5	90	4mm				test trou
F10	0	4mm				test meca trou
F11	0	4mm	3,5	8,46		test meca
F12	0	4mm				
F13	0	4mm	3,55	8,54		test meca
F14	0	4mm	3,58	8,4		test meca
F21	90	4mm	3,59	5,42		test RH
F22	90	4mm	3,56	4,92		test RH
F23	90	4mm	3,58	8,16		test meca
F24	90	4mm	3,56	8		test meca trou
F29	0	4mm	3,61	4,91		test RH
F30	0	4mm	3,55	8,22		test meca
F31	0	4mm	3,52	5,04		test RH
F32	0	4mm	3,56	8,27		test meca
F33	45	4mm	3,51	8,47		test meca
F34	45	4mm	3,44	7,13		test meca
F35	45	4mm	3,53	8,5		test meca
F36	45	4mm	3,54	8,29		test meca
F37	45	4mm	3,58	7,16		test meca

3.2.2 Essais mécaniques en compression uniaxiale

Montage expérimental

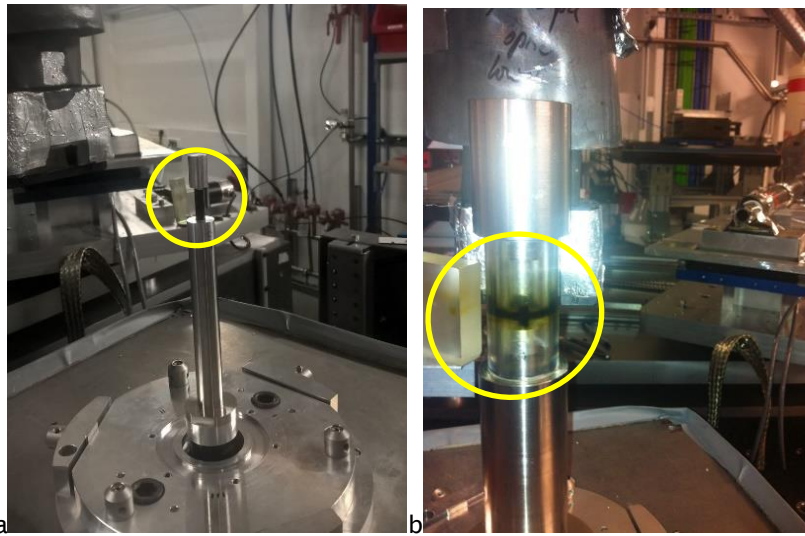
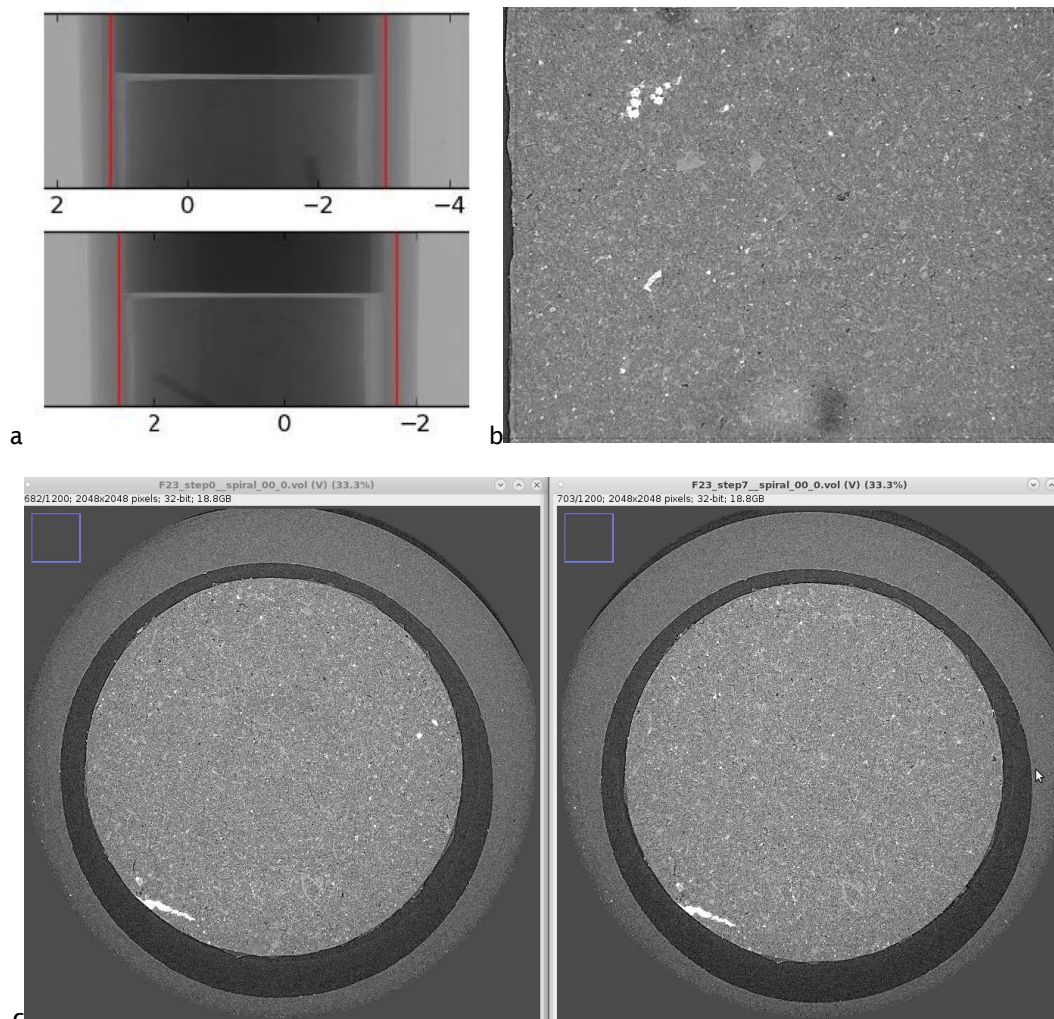


Figure 9A : Dispositif expérimental d'essais mécaniques à SOLEIL : a : Montage de la machine uniaxiale sur la platine de la ligne et de l'échantillon (F29), recouvert par une jaquette polymère noire (cercle jaune) qui sert à l'isoler de l'atmosphère ambiante (préservation de sa teneur en eau) et à le centrer dans l'alignement des pistons. b : fermeture de la cloche en polycarbonate qui reprends les efforts de compression transmis au piston inférieur par le vérin électromécanique (sous la platine). Noter la tranche noircie du polycarbonate, qui correspond à la partie irradiée.



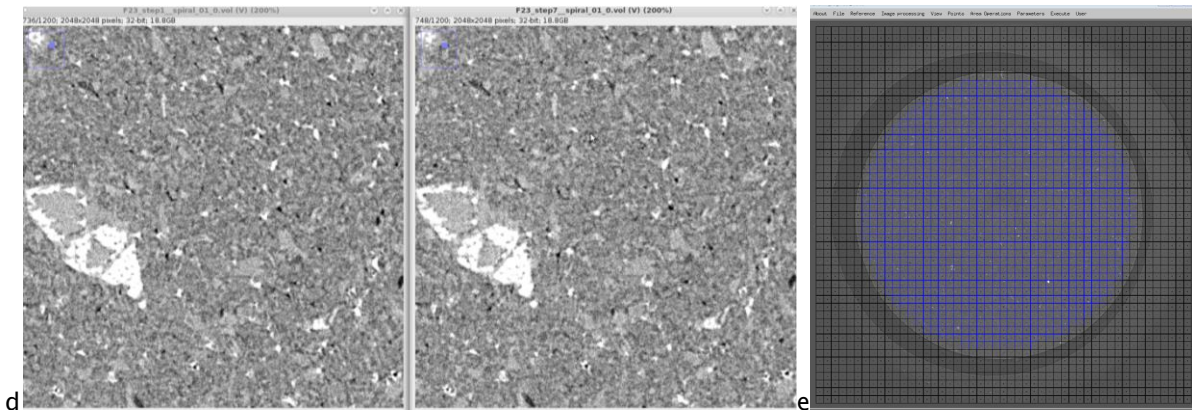


Figure 9B : (a) : Observation par radiographie de l'échantillon monté dans la presse et vérification de l'alignement. Le piston en aluminium (gris foncé) est en haut. (b) : tranche partielle longitudinale du volume de l'échantillon reconstruit (résolution $2.4 \mu\text{m}$) (c) : tranches transverses des reconstructions en début (étape 1) et en fin (étape 7) de chargement de l'échantillon F23. On voit l'échantillon au centre, la jaquette polymère autour avec interstice entre les deux (ce dernier est rempli de graisse). d : agrandissement (mêmes étapes) à l'échelle de la microstructure. (e) : Grille de points de mesure appliquée pour la corrélation d'images volumique.

Deux essais mécaniques en compression simple ont été réalisés sur deux orientations 0° et 90° . Les essais sont réalisés sur des échantillons de petite taille (diamètre $\sim 4 \text{ mm}$, longueur $\sim 8 \text{ mm}$). L'échantillon est placé dans une fine jaquette en polymère souple afin de minimiser la perte en eau en cours d'essai. La jaquette déborde sur les pistons, ce qui facilite le montage de la colonne de chargement (Fig. 9A). Une attention particulière est portée au polissage des surfaces d'appui de l'échantillon afin de minimiser le frottement sur les pistons. Les échantillons sont ensuite chargés axialement par incréments, en déplacement contrôlé de $\sim 1 \mu\text{m/s}$ (conditions similaires à celles des essais in situ MEB). Suite à chaque incrément, les échantillons sont scannés intégralement en quatre tranches, avec une résolution de $2.4 \mu\text{m}$ (taille de voxel de $2,35 \mu\text{m}$) et une définition de $2048 \times 2048 \times 1200 \text{ voxel}^3$, codées en 32 bits (20 Go), soit un total de 77 Go par étape de chargement. Sans corrélation de volumes numérique, l'observation à l'œil nu ne permet pas d'apprécier les localisations (Fig. 9B).

Résultats

Nous avons déformé sous chargement axial en déplacement contrôlé deux échantillons cylindriques, F23 et F30, dont les axes sont orientés respectivement à 90° et 0° par rapport au plan de stratification naturelle. Le chargement est réalisé par étapes, avec tomographie RX complète entre chaque étape.

L'échantillon F23 est orienté à 90° , présente une longueur de 7,75 mm et un diamètre de 3,58 mm. Il est sollicité en compression uniaxiale en 7 étapes, avec imagerie en tomographie RX entre chaque étape de chargement. Les étapes quatre et cinq constituent un cycle complet de décharge et recharge. La courbe de chargement obtenue par mesure de la force et du déplacement machine est représentée en bleu en Fig. 10). Elle présente un comportement classique, avec une phase de mise en place (serrage) de la colonne de chargement (faible écrouissage initial), puis un fort écrouissage lors de la déformation en déplacement contrôlé à $1 \mu\text{m/s}$. La courbe brute (bleue) peut être corrigée de la souplesse de la machine, laquelle a été évaluée par un essai réalisé avec un échantillon d'aluminium de la même taille. Le résultat est donné en rouge. Le cycle de décharge/recharge après la troisième étape donne alors un module d'élasticité de 7 GPa (Fig.10). La courbe verte correspond aux déformations calculées par corrélation de volumes numériques (DVC). Elle correspond assez bien à la courbe corrigée (rouge), à la mise en place initiale près. Noter en particulier la proximité des modules d'élasticité apparents obtenus sur les deux courbes, lors du cycle de décharge/recharge : 7 GPa pour la courbe corrigée et 7,4 GPa pour la courbe calculée.

L'analyse par DVC permet aussi de moyenniser les déformations sur l'ensemble de l'échantillon et de recalculer une courbe de chargement contrainte-déformation intrinsèque, montrée en vert sur la Figure 10. Notons que cette courbe est proche de celle corrigée de la souplesse de la machine (en rouge). Surtout, il faut noter que la courbe calculée ne présente pas de phase de serrage. C'est la conséquence de la pré-sélection des échantillons ne présentant pas de fissuration initiale notable. De plus, la pente des phases de premier chargement et de la charge-décharge sont très proches, ce qui démontre qu'il n'y a pas eu d'endommagement notable introduit par la sollicitation au moins jusqu'à l'étape 4, malgré une déformation plastique résiduelle d'environ 0,2 %.

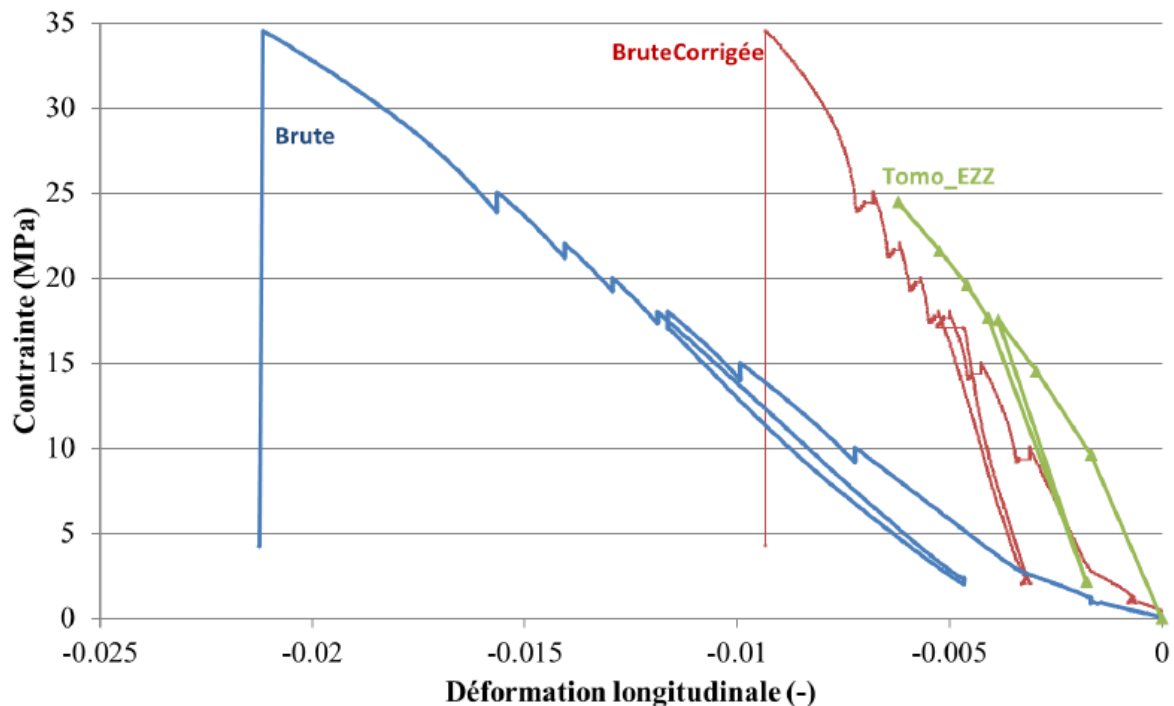


Figure 10 : Courbes contrainte déformation de l'essai F23. En bleu la courbe brute issue du capteur de déplacement, en rouge la courbe corrigée de la déformation de la machine, en vert la courbe issue du calcul de déformation axiale par corrélation d'images volumiques. La décharge après la 3eme étape permet de calculer un module d'élasticité de 7 GPa (courbe rouge, corrigée) et de 7.4 GPa (courbe verte, calculée par corrélation d'images volumique).

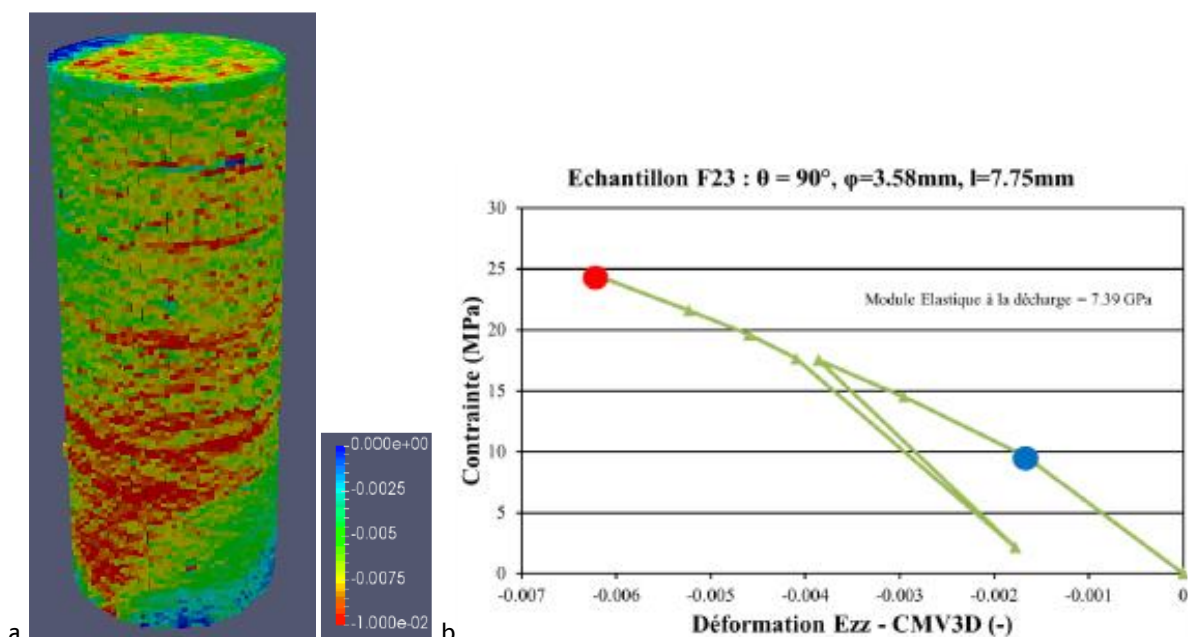


Figure 11A : a : Carte volumique de la composante axiale de déformation de l'essai F23 (90°) en fin de chargement (étape 7) obtenue par DVC (corrélation d'images volumiques entre les étapes 1 et 7, avec une base de mesure de 70 μm). b : courbe de chargement axial calculée par DVC.

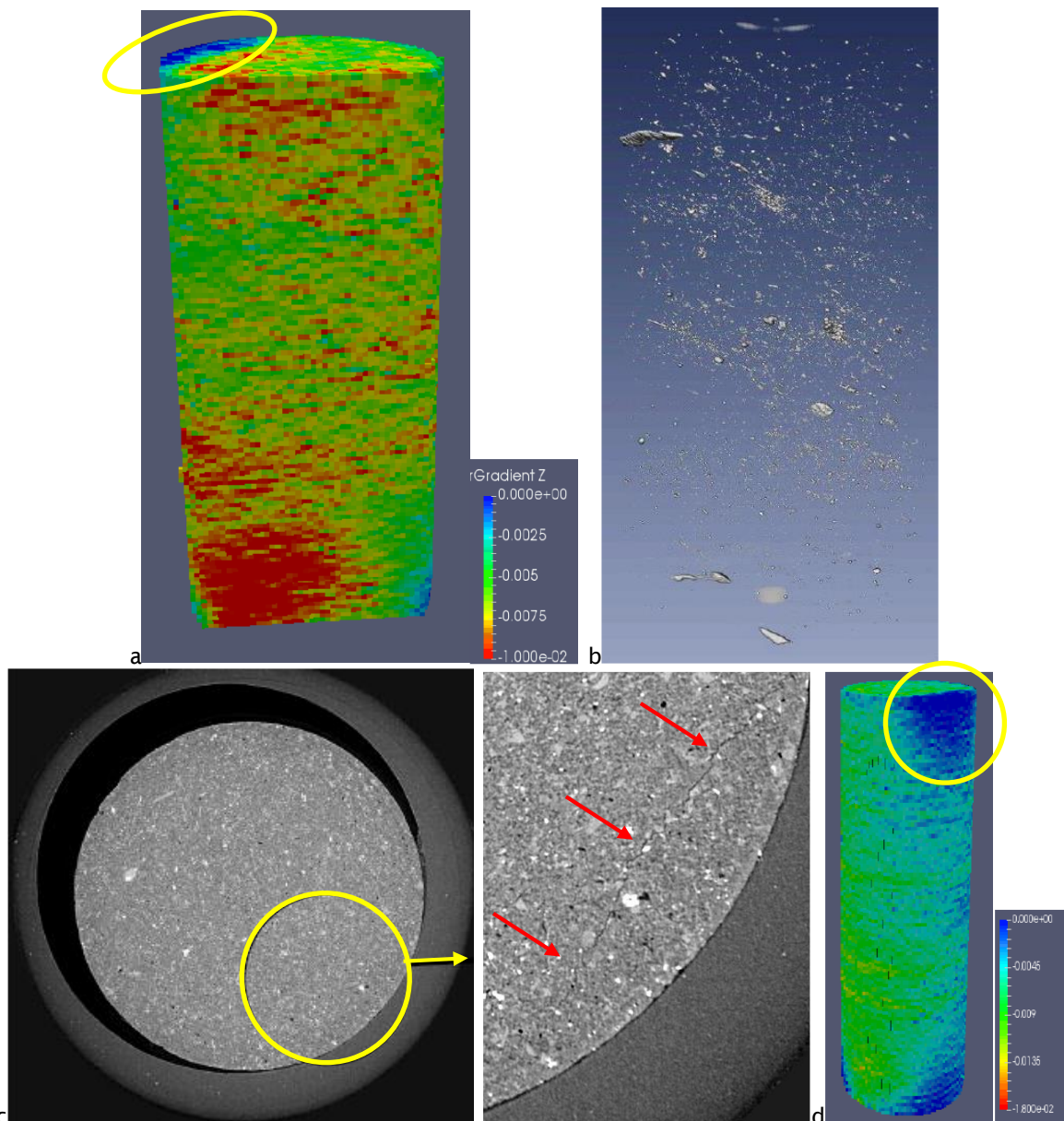


Figure 11B : Mise en évidence des hétérogénéités de déformation et de microstructure. a : coupe longitudinale de la carte de déformation axiale de l'essai F23 (90°) entre les étapes 1 et 7 (base de mesure 70 μm). La déformation localise fortement en bas de l'échantillon. b : reconstruction volumique des inclusions denses (calcite, pyrite). On voit une forte hétérogénéité le long de l'axe de l'échantillon. Le bas de l'échantillon montre une faible concentration d'inclusions, ce qui suggère que la localisation de déformation observée en (a) est liée à une zone riche en matrice argileuse. c : mise en évidence d'une fissure préexistante en bord d'échantillon, proche de la surface d'appui supérieure. d : carte de déformation axiale finale (échelle de couleurs différente de celle en (a)), du côté opposé à celui montré en (a). La fissure montrée en (c) explique la faible déformation en haut (cercle jaune) par un effet de déchargement au bord de l'éprouvette.

Les données expérimentales d'imagerie ont pu être traitées avec succès par corrélation de volumes numériques. Des exemples de résultats sont donnés en Figures 11 et 12 sous la forme champs de déformation (équivalente : i.e. le second invariant du tenseur de déformation) calculés avec une base de mesure de 70 μm (i.e. la résolution de la carte de déformation). Les résultats montrent un comportement macro-homogène, avec une sollicitation relativement homogène le long de l'axe de l'échantillon, ce qui atteste des bonnes conditions de la mise en chargement de l'éprouvette. Mais, il y a des fluctuations à l'échelle du mm, probablement en lien avec les hétérogénéités de composition, comme le suggère le rendu 3D des particules les plus absorbantes (Fig. 11Bb). En général, la déformation est plus intense (au-delà du %) dans les zones les plus riches en argile et plus pauvres en ce types de particules. Il y a aussi des hétérogénéités locales plus fines, moins bien résolues, et probablement en lien avec la microstructure de type composite (matrice argileuse plus inclusions minérales). Noter en haut de l'échantillon une petite zone périphérique non déformée (en bleu), clairement en lien avec la présence d'une fissure préexistante montrée en Fig. 11Bd.

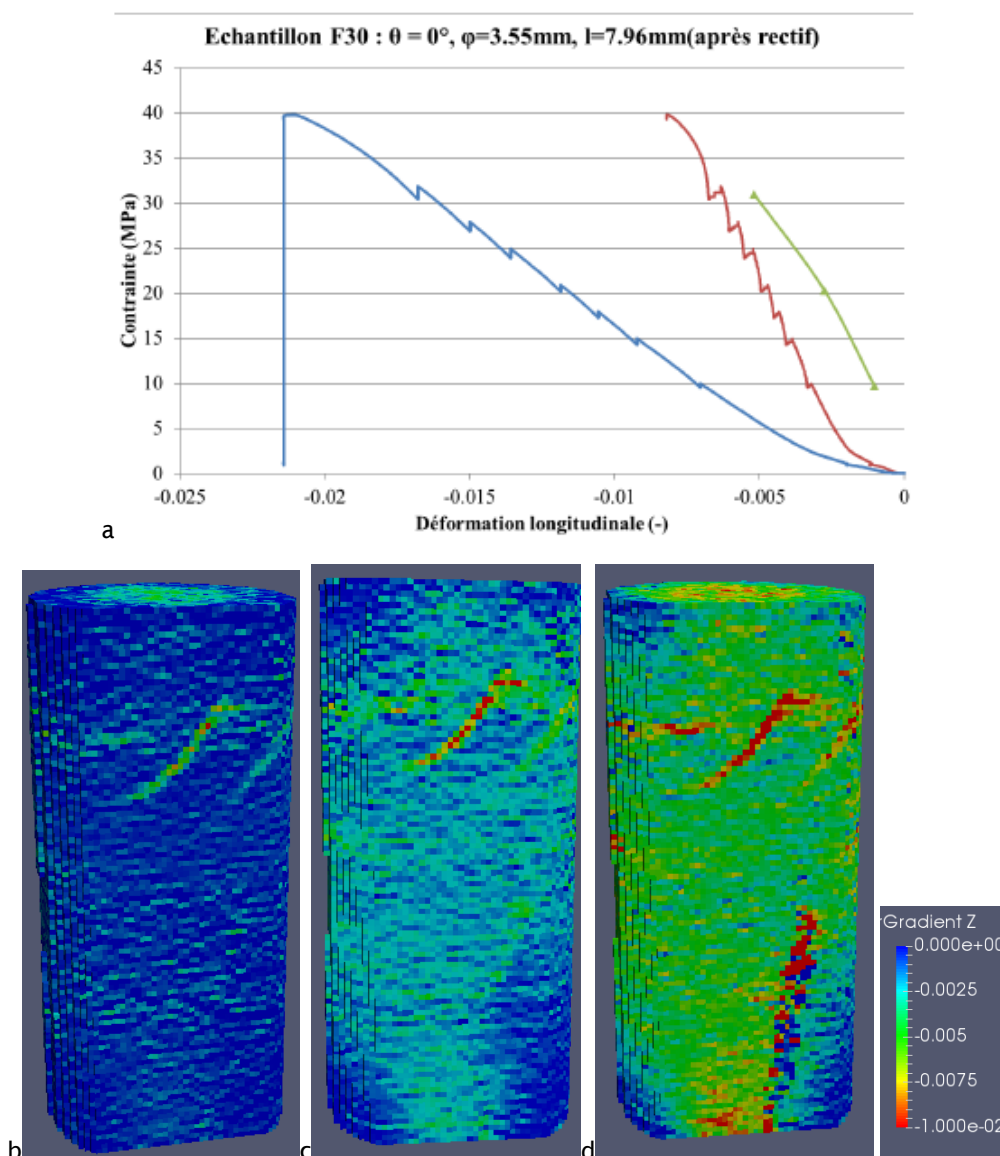


Figure 12 : Courbes de chargement et cartes de déformation longitudinale obtenue par corrélation de volumes pour les étapes 1, 4 et 7 de l'échantillon F30. La forte localisation verticale est liée à la présence d'une veine de pyrite. Les localisations diagonales sont le fait de fissures préexistantes. Elles s'activent dès le début de chargement.

L'échantillon F30, orienté à 0° , présente une longueur de 7,96 mm et un diamètre de 3,55 mm. L'essai uniaxial comprend 8 étapes de compression, avec imagerie en tomographie RX entre les étapes. Les résultats mécaniques macroscopiques (Fig. 12) montrent que l'échantillon F30 est un peu plus résistant que l'échantillon F23 à déformation comparable : à environ 2 % de raccourcissement global la résistance de F30 est de 40 MPA, contre 35 pour l'échantillon F23. Pour F30, il n'y a pas eu de cycle de charge-décharge pour l'estimation du module élastique. Mais, en considérant les données pour l'échantillon F23 (Fig. 10) on constate que le module élastique apparent en début de chargement (courbe rouge, corrigée en souplesse machine et hors mise en place) est de 5,9 GPa, c'est à dire sous-estimé d'environ 20 % par rapport à celui obtenu par le cycle charge-décharge. Si on applique une correction équivalente au module apparent en début de chargement pour l'échantillon F30, on obtient une valeur de 8,4 GPa. On peut donc conclure que le matériau offre un module élastique et une résistance plus importants pour l'orientation à 0° , par rapport à l'orientation à 90° . Ce constat est en accord avec la plupart des études antérieures. Par ailleurs, la corrélation DVC montre pour F30 un comportement macro-homogène, avec quelques localisations persistantes et quelques zones peu déformées, dont une (en bas, à droite, Fig. 12c) préfigure le développement d'une fracture (Fig. 12d).

En conclusion, les essais confirment la représentativité des échantillons de taille millimétrique, ainsi que les effets attendus en termes d'anisotropie mécanique et d'hétérogénéité de microstructure.

4 – Essais uniaxiaux dans le MEB environnemental

4.1 Contexte et objectifs

Les argilites recouvrent une large partie des bassins sédimentaires. Elles sont définies comme étant des roches constituées d'une part importante de minéraux argileux. Leur nature sédimentaire (stratification) et la forme de leurs « grains » en plaquettes (particules formées par l'empilement de feuillets de phyllosilicates) leurs confèrent des propriétés pétrophysiques (écoulement et transport diffusif) et mécaniques (résistance, fluage) anisotropes. Cette partie du travail concerne la mise en évidence des mécanismes de déformation de ces roches à l'échelle de la microstructure (particules et agrégats), ainsi que les rôles des hétérogénéités locales (minérales et structurelles), et à plus grande échelle celui de la structure stratifiée.

Habituellement les études en laboratoire sont menées aux échelles macro- à mésoscopique, sur des échantillons de taille pluri-centimétrique. Certaines études portent sur l'anisotropie des propriétés macroscopiques, comme l'élasticité (Thomsen, 1986 ; Cholach and Schmitt, 2006 ; David et al., 2007) et la résistance mécanique (Niandou et al., 1997, Abdi et al., 2015), ainsi que la dépendance de cette dernière avec la saturation hydrique (Vallès et al., 2008), ou encore avec la température (Masri 2014). D'autres études portent sur l'anisotropie de propriétés pétrophysiques comme la perméabilité ou encore la résistivité électrique.

Quelques études portent sur les mécanismes de déformation à l'échelle mésoscopique (Sarout, Bonnelye 2017). Cependant, très peu d'études s'attachent à identifier l'hétérogénéité de déformation et les micro-mécanismes actifs. Une étude précédente au LMS (Wang, 2013), basée sur la mesure de champs mécaniques in situ MEB, a permis de mettre en évidence l'hétérogénéité de déformation aux échelles microscopiques, sans pour autant permettre l'identification des mécanismes physiques mis en jeu à l'échelle de l'agrégat de particules. Le problème provient des difficultés à préparer les échantillons de façon à permettre d'observer clairement la microstructure fine des argilites, notamment à l'état saturé. En effet, les techniques de découpe et de polissage habituellement appliquées aux différentes classes de matériaux, roches y compris, ne sont pas adaptées à la réactivité et la finesse de la microstructure de l'argilite. Cette dernière est facilement perturbée par le polissage mécanique et par la désaturation en eau. Les observations à l'échelle du MEB en sont faussées.

Quelques études récentes (Desbois et al., 2015) utilisant les techniques de cryogénie et de reconstruction 3D à partir de coupes sériées au faisceau ionique, ont pu montrer la complexité de la microstructure et particulièrement celle du réseau microporeux. La limite de leur approche est liée aux conditions statiques. L'optique de notre étude est précisément de combiner les approches de mesures de champs mécaniques in situ SEM avec les techniques de cryogénie et de polissage ionique, afin de pouvoir mettre en évidence l'activation des mécanismes de déformation élémentaires à l'échelle de la particule et de l'agrégat.

4.2 Protocole expérimental

Table des échantillons

nom échantillon	diamètre	orientatiton
H1	8mm	0°
H2	8mm	0°
H3	8mm	0°
H4	8mm	0°
H5	8mm	0°
H6	8mm	0°
H7	8mm	0°
H8	8mm	90°
H9	8mm	90°
H10	8mm	90°
H11	8mm	90°
H12	8mm	90°
H13	8mm	90°
H14	8mm	45°
H15	8mm	45°
H16	8mm	45°
H17	8mm	45°
H18	8mm	45°
H19	8mm	45°

Les essais in situ MEB sont réalisés sur des échantillons de 8 mm de diamètre, forés selon différentes orientations par rapport à la stratification. Les échantillons sélectionnés sans fissuration visible sont ensuite scannés en tomographie RX de laboratoire (résolution d'environ 1 μm), de façon ne sélectionner que des échantillons sains.

Les échantillons sont découpés à la scie diamantée lente (à sec) avec rapport de forme entre longueur et diamètre compris entre 1,5 et 2. On réalise sur chaque échantillon un méplat par polissage manuel, jusqu'à une taille de grains de 0,3 μm . La procédure (réalisée à l'air libre) dure moins de 25 mn. Le polissage final est réalisé par abrasion ionique à l'état cryogénique, afin de préserver l'état de saturation de l'échantillon dans la chambre à vide du polisseur. L'échantillon est collé (colle carbone, non polluante) sur le support en acier inox du polisseur et l'ensemble est plongé dans un bain d'azote liquide. La cryogénisation permet de figer l'eau interstitielle à l'état amorphe, sans changement de volume, et donc sans perturbation du milieu poreux (Desbois et al., 2015). L'assemblage cryogénique est introduit dans le polisseur et placé sur une platine refroidie par un réservoir d'azote liquide. Au cours du polissage, l'échantillon est maintenu à environ -150°C. Le polissage révèle toujours un excellent état de surface, qui rend distinctement visibles les différentes phases, la porosité et même les particules d'argile en agrégats (Fig. 13). Il a été observé sur deux échantillons tests que la procédure de cryogénie permet de ne perdre qu'environ 1% d'eau (0,95% dans un cas et 0,96 % dans l'autre) pour une durée de polissage de 3h. La figure 13 montre que les échantillons polis au faisceau ionique sans cryogénie perdent la quasi-totalité de leur eau après 3 h de polissage. Leur état de surface est d'ailleurs caractérisé par de nombreuses microfissures, qui attestent de la déshydratation subie dans le vide.

Nous avons conservé la même procédure de cryogénisation et les mêmes paramètres de polissage pour tous les échantillons destinés aux essais. Les échantillons sont scannés avant essai mécanique en tomographie RX de laboratoire, à haute résolution (env. 1 μm) afin de caractériser l'état initial de l'échantillon préparé.

Les essais mécaniques ont été réalisés selon la procédure suivante : l'échantillon est inséré entre les mors (pistons) de la platine de chargement mécanique. L'envers de l'échantillon et un des mors sont instrumentés avec des sondes de température (PT100), collées à la laque d'argent. La platine est positionnée dans le MEB. La circulation d'un mélange eau et alcool à la température de -2,8 °C refroidit les mors et l'échantillon à $T \sim 2$ °C, ce qui correspond pour une pression résiduelle de la chambre $p = 625$ Pa à ~ 90 % RH.

Deux sondes de mesure de température (PT100) sont collées sur l'échantillon et sur l'un des pistons, permettant le monitoring en direct de la température de l'échantillon, et donc celui de la HR locale. La pression dans la chambre est maintenue à 600 Pa tout au long de l'expérience, ce qui correspond à une HR d'environ 90 % pour une température d'échantillon proche de 0 °C.

Un grossissement x300 fournit un champ d'observation large d'environ 400 μm , qui permet d'appréhender l'essentiel de la microstructure, mais qui reste trop local pour interpréter les résultats mécaniques. Pour avoir un recul suffisant, à l'échelle de l'éprouvette, nous réalisons 12 clichés de zones adjacentes de 390 μm de large (taille des images : 4096*3775 (1 pixel $\sim 0,1$ μm) que nous assemblons afin de couvrir des zones d'observation de plusieurs mm^2 . Ces zones correspondent approximativement aux parties centrales des éprouvettes, mais leur emplacement précis dépend aussi de l'orientation de la stratification et de la qualité du polissage. Une des 12 images est de très haute qualité. Une petite zone centrale (50 μm de large) est imagée à très fort grossissement et en très haute qualité. La corrélation d'images est ensuite réalisée sur l'ensemble ou seulement sur une partie des images, selon l'intérêt des observations faites.

La procédure de chargement mécanique par paliers successifs est présentée dans la Fig. 14. Le chargement est arrêté pendant environ 15 mn avant la prise d'images, afin que les relaxations s'estompent avant l'acquisition.

Enfin, nous réalisons une analyse en tomographie RX après essai.

Le protocole d'essais mécaniques sur argilite in situ MEB s'est largement amélioré au cours de cette étude. D'une part, le polissage ionique sous cryogénie permet une observation résolue à l'échelle fine de la matrice argileuse à l'état quasiment-saturé. On peut maintenant voir les feuillets au sein des particules d'argile et mettre en évidence des mécanismes de déformation tels que le glissement relatif de particules.

D'autre part, la méthode de refroidissement des échantillons a été améliorée. Les échantillons ne sont plus enfermés dans une chambre refroidie, qui limite les zones accessibles à l'observation. Ils sont mieux refroidis et de façon plus homogène par contact direct avec des pistons refroidis par circulation de fluide réfrigérant. En baissant la température on peut baisser la pression de la chambre et améliorer la qualité d'imagerie tout en conservant un état quasi-saturé de l'éprouvette. L'ensemble de la surface de l'échantillon peut être observée (Fig. 14).

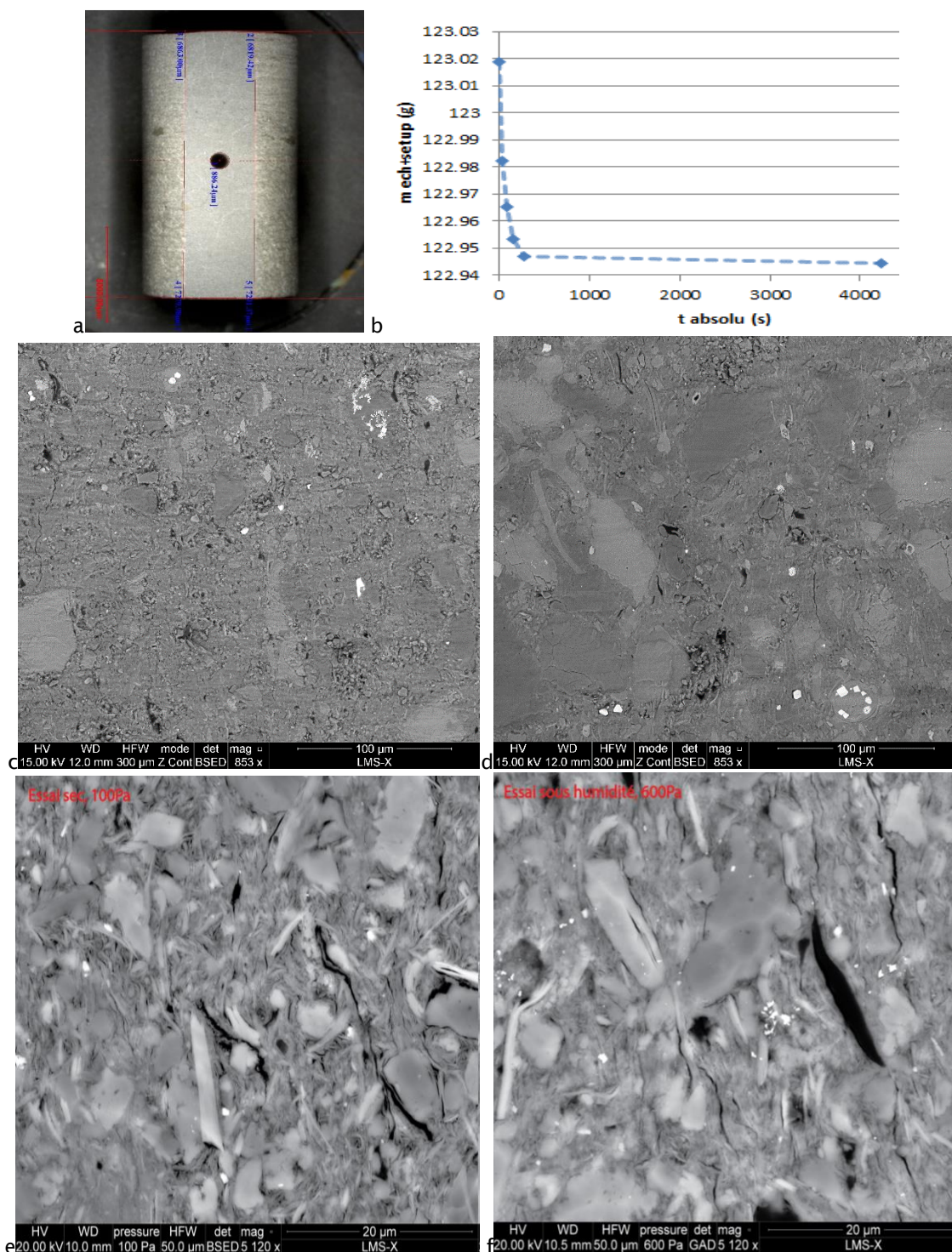


Figure 13 : (a) : taille typique d'échantillon (8 mm de diamètre) avec méplat d'observation (ici, avec trou central pour concentrer les contraintes, type de géométrie utilisé pour des essais complémentaires non contractuels, voir annexe). (b) : perte en eau pendant le polissage ionique sans cryogénéisation. (c) : état de surface après polissage manuel. (d) : état de surface après polissage ionique sous cryogénie. (e) : imagerie MEB à sec (pression résiduelle 100 Pa). On voit le retrait de la matrice argileuse au centre, avec formation de contrastes forts liés à la porosité inter- et intra-particules du fait de la perte d'eau. Avec le retrait de l'argile on voit nettement la structure en feuillets des particules argileuses. (f) : imagerie MEB sous HR = 70% (pression résiduelle 600 Pa). L'image montre globalement moins de contrastes locaux forts, car la matrice argileuse conserve son eau. On voit moins bien la structure en feuillets des particules d'argiles qui restent hydratées et gonflées.

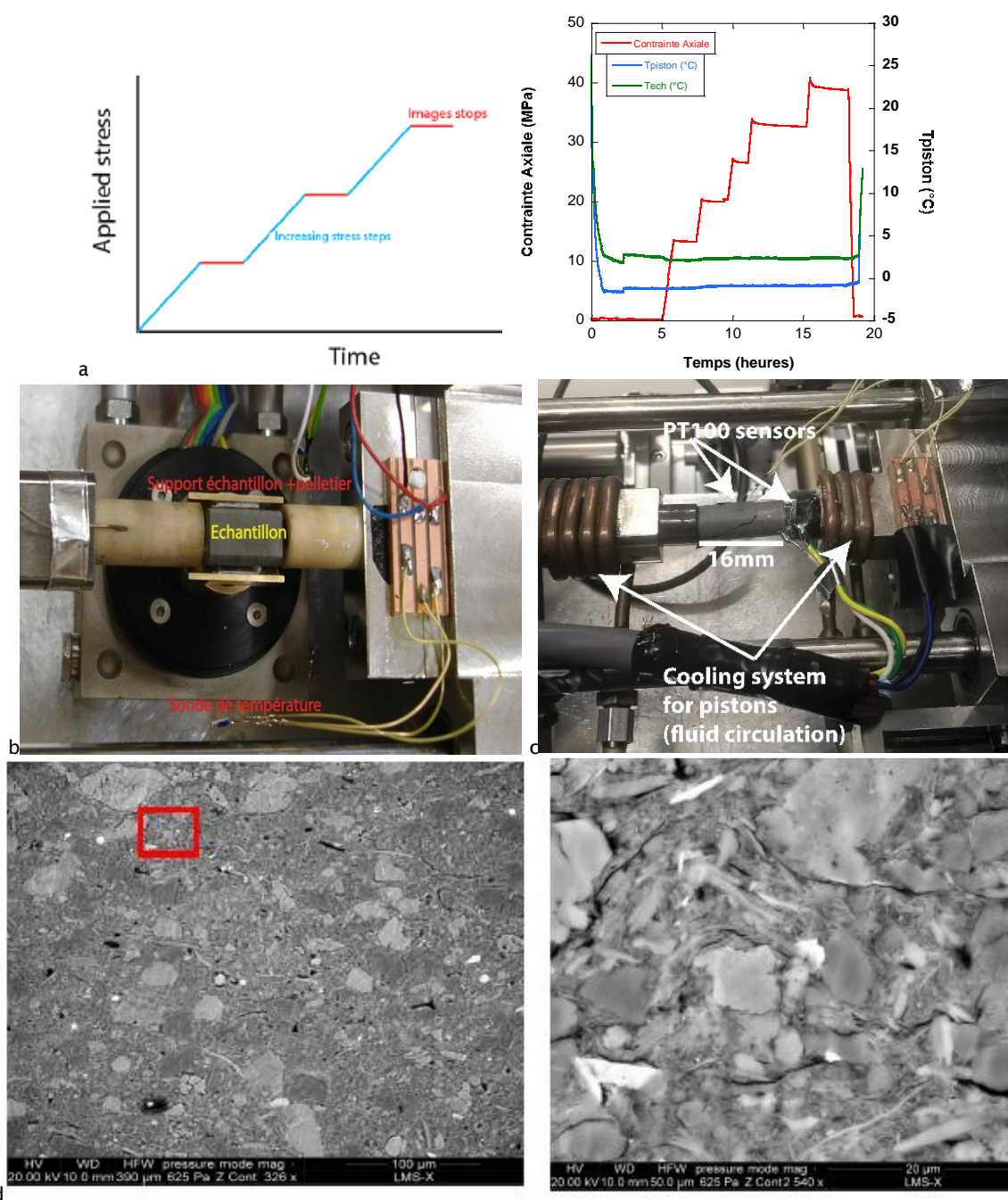


Figure 14 : a : Trajet de chargement typique pour les essais in situ MEB. En rouge : la contrainte axiale résulte d'étapes de déplacement à vitesse contrôlée ($1 \mu\text{m/s}$), suivies d'un temps de relaxation et d'imagerie. En bleu et vert les températures mesurées aux pistons (refroidis) et sur l'échantillon (voir (b)). b et c : platine de chargement axial in situ MEB avec deux systèmes de refroidissement. b : L'échantillon repose dans une coupelle en laiton fixée sur une platine à effet Peltier. c : Un circuit réfrigérant refroidit les pistons. Deux sondes Pt100 contrôlent la température au niveau d'un piston et de l'échantillon (longueur 16 mm, diamètre 8 mm). d : exemples de champs d'investigation à l'échelle de la microstructure (échantillon H7, orienté à 0°): à gauche champs large (0,4 mm) correspondant à l'encadré pointillé de la Fig. 17, à droite agrandissement du champ dénoté par le cadre rouge. La stratification est horizontale. On discerne la structure feuilletée des particules de la matrice argileuse. On voit aussi la perturbation de la stratification autour des particules détritiques (quartz et calcite). Les nuances de gris au sein de la matrice argileuse résultent de la porosité intra- et inter-particules argileuses.

4.3 Résultats

Trois essais micromécaniques ont été réalisés sur échantillons d'orientations 0° , 90° et 45° . La convention des orientations reste la même que celle définie précédemment, c'est-à-dire qu'elle est définie

par l'angle que forme le plan de stratigraphie de l'argilite avec l'axe des échantillons cylindriques, et donc avec la contrainte axiale. L'échantillon orienté à 90° subit une charge axiale appliquée perpendiculairement à sa stratification. On applique aussi la convention mécanique classique, à savoir que la compression est négative. Pour toutes les images MEB présentées, la contrainte axiale est appliquée horizontalement.

Nous présentons ici les courbes de température (contrôle de HR), de contrainte axiale (basées sur la mesure du capteur de force), ainsi que les courbes de contrainte - déformation axiale obtenues sur la base des déformations planes calculées par CIN (voir ci-dessous). La machine étant relativement souple, nous n'utilisons les données du capteur de déplacement que comme indicateur au cours des essais. De ce fait, les courbes de déformation représentent la réponse locale des zones d'intérêt observées. Ces dernières sont cependant assez étendues par rapport aux hétérogénéités de microstructure pour être considérées représentatives.

4.3.1 Données mécaniques

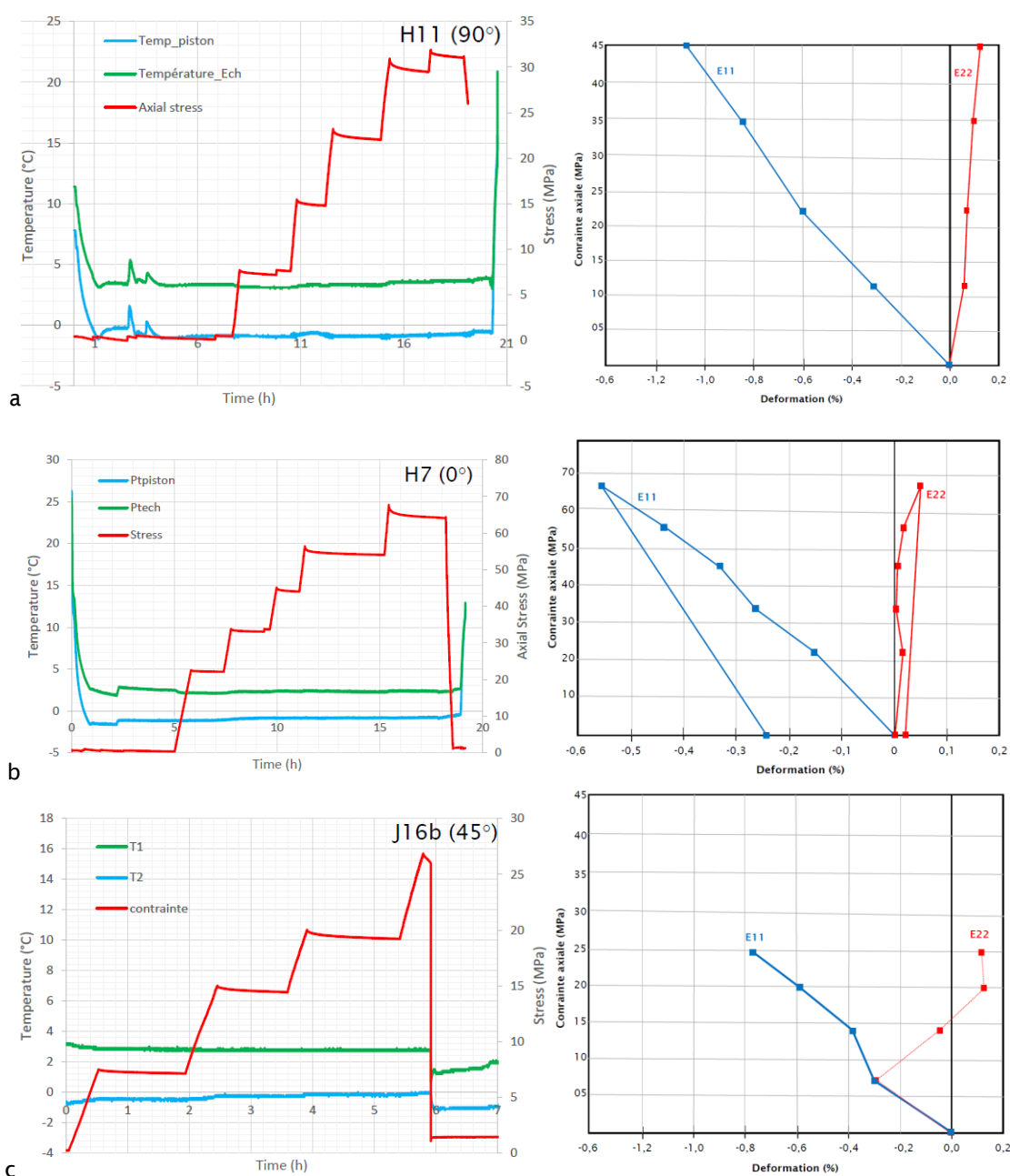


Figure 15 : Courbes de chemin de chargement (contrainte en rouge) et de températures relevées par sonde PT100 sur l'échantillon (vert) et sur un des pistons refroidis (en bleu) au cours du temps. Courbes de déformations de Green Lagrange axiale (E11) et transverse (E22) calculées par CIN sur la région d'intérêt. a : échantillon H7 (0°), $S_{max} = 67,7$ MPa. b : H11(90°), $S_{max} = 31,6$ MPa. c : J16b (45°), $S_{max} = 26,8$ MPa.

On peut constater que le système de régulation de la température permet d'obtenir des conditions stables tout au long des essais. Les contraintes maximales appliquées avant rupture sont de 67,7 MPa, 31,6 MPa et 26,8 MPa pour les orientations 0°, 90° et 45°, respectivement (Fig. 15 et 16). La résistance la plus faible correspond à l'orientation 45°, ce qui est en accord avec la littérature à propos d'un matériau isotrope transverse. La résistance pour l'orientation 0° est étonnamment élevée. La déformation transverse pour l'orientation 45° présente une anomalie en début de chargement.

Dans le cas de l'échantillon H7 (0°), la résistance à la rupture est étonnamment importante (env. 68 MPa). D'après la littérature, un tel niveau correspondrait davantage à celui d'un matériau partiellement saturé. La teneur d'eau n'ayant pas été mesurée a posteriori, un doute subsiste quant à la préservation de l'état hydrique. Cependant, l'état de surface n'indique aucun signe d'endommagement lié à la perte d'eau. Aussi, la grande résistance observée serait plus liée à l'orientation de l'échantillon.

La courbe déformation - contrainte pour l'échantillon orienté à 45° (J16b) pose un problème d'interprétation. On constate qu'en début de chargement la déformation transverse est négative, indiquant un apparent raccourcissement. Cela peut provenir d'un artefact de grandissement lié à une importante déformation hors plan. En effet, nous avons constaté a posteriori que l'échantillon n'a pas été placé de façon à visualiser la trace de la stratification et que la rupture de l'échantillon est apparue sur la surface latérale. Il est possible que l'essentiel des déformations aient été localisées en glissement dans la stratification, entraînant une importante déformation hors plan lors du raccourcissement de l'échantillon. Ceci expliquerait l'apparente déformation transverse négative en début de chargement, mais pose dans tous les cas des questions sur l'interprétation des déformations planes calculées.

Dans le cas de l'échantillon H11 (90°), après un premier chargement axial, nous avons dû décharger suite à un problème technique. L'essai a dû être repris le lendemain. Du fait de cet incident, l'échantillon a subi une perturbation hydrique, car à l'ouverture de la chambre du MEB l'humidité relative au niveau de l'échantillon (refroidi) a pu monter momentanément de façon considérable. Nous n'avons pas pu estimer cette variation, mais nous avons constaté l'ouverture de nombreuses microfissures en surface (voir imagerie ci-après), ce qui peut être signe d'une rapide prise d'humidité (Wang, 2013). Cependant, la courbe de chargement obtenue par la suite, et notamment la résistance de l'échantillon, indiquent que le matériau n'a pas dû subir des endommagements en profondeur et que la microfissuration a dû se limiter à un effet de « peau ». L'échantillon orienté à 90° (H11) présente des résultats en bon accord avec l'étude antérieure de Linlin Wang (2013), dont une courbe de chargement et une carte de déformation typiques sont montrées en Figure 16. Cette étude micromécanique était basée comme la présente sur des mesures de champ in situ MEB, en conditions de HR contrôlé, mais sur de plus petites zones d'intérêt et sans polissage ionique. On peut constater la bonne correspondance de résistance à déformation axiale comparable (environ 35 MPa à 1% de raccourcissement). Notre courbe de chargement (Fig. 15a) diffère de celle de Wang (2013, Fig. 16) en ce qu'elle ne présente pas d'inflexion. On ne peut pas se prononcer fermement sur les raisons de cet aspect. Elles pourraient refléter des différences dans le chemin de chargement. Dans notre cas le nombre de pas de chargement est inférieur et le temps d'acquisition des images beaucoup plus long (large zone d'intérêt), ce qui permet plus de relaxation et possiblement retarde l'endommagement. Par ailleurs, il y a des différences entre les dispositifs de contrôle de la HR, mais aussi entre les modes de préparation des échantillons et entre leur géométrie. Les éprouvettes de Linlin Wang sont des parallélépipèdes, ils sont donc découpés et polis sur toutes les faces, ce qui augmente le temps d'exposition à l'humidité ambiante. Nos éprouvettes sont carottées cylindriques et un seul méplat est poli. Le polissage final est réalisé sous cryogénie. Il est envisageable que nos éprouvettes ont subi moins d'endommagement liés aux variations d'humidité lors des phases préparatoires.

Nos mesures des déformations planes et des niveaux relatifs de contrainte à la rupture sont cohérentes avec le comportement des roches isotropes transverses. Pour les orientations 0° et 90°, les courbes indiquent un comportement relativement anisotrope des argilites de Bure. L'échantillon orienté à 90° présente une beaucoup plus forte composante ϵ_{11} dans l'axe de chargement que celui orienté à 0°, ce qui indique une forte capacité de compaction dans le plan de stratification. La composante transverse ϵ_{22} reste proportionnellement plus faible dans les deux cas.

Les mesures de champs par CIN (16b) permettent de mettre en évidence les hétérogénéités de déformation et d'identifier les mécanismes locaux. Par exemple la Fig. 16c montre majoritairement des mécanismes de fermeture/ouverture de fissures aux interfaces matrice - particules et au sein de la matrice. Plus marginalement s'active du cisaillement, de la compaction d'agrégats argileux et de la flexion de lamelles. Le lecteur est invité à voir une animation « avant-après » dans le document ppt joint.

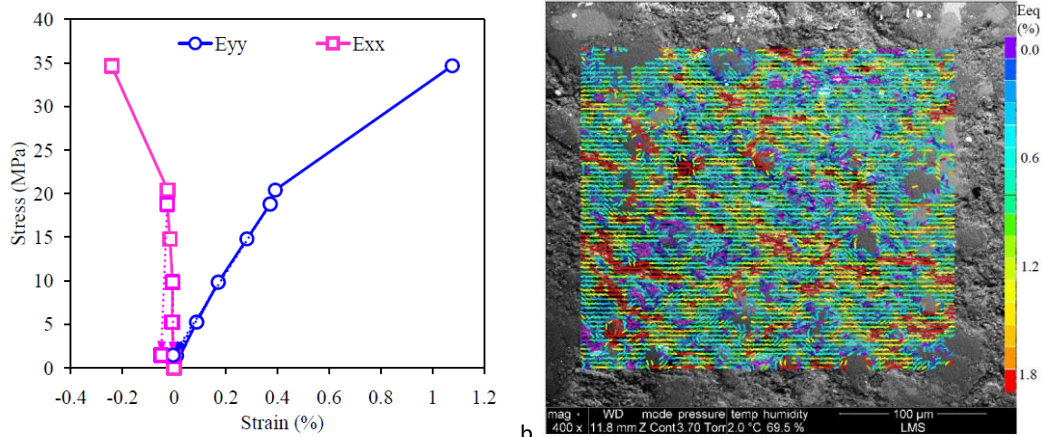
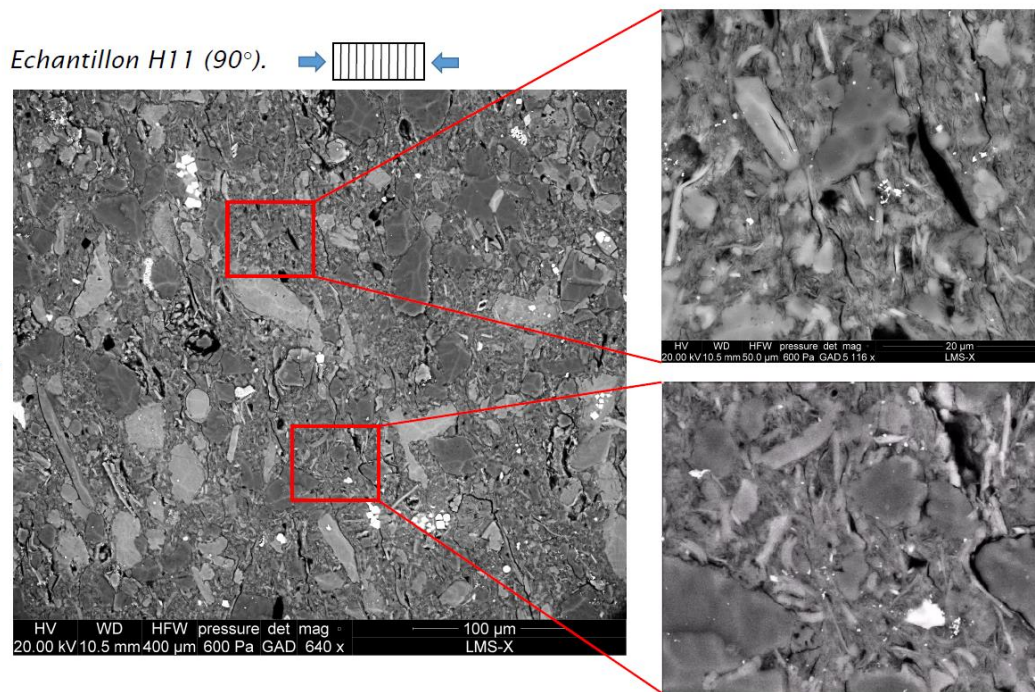
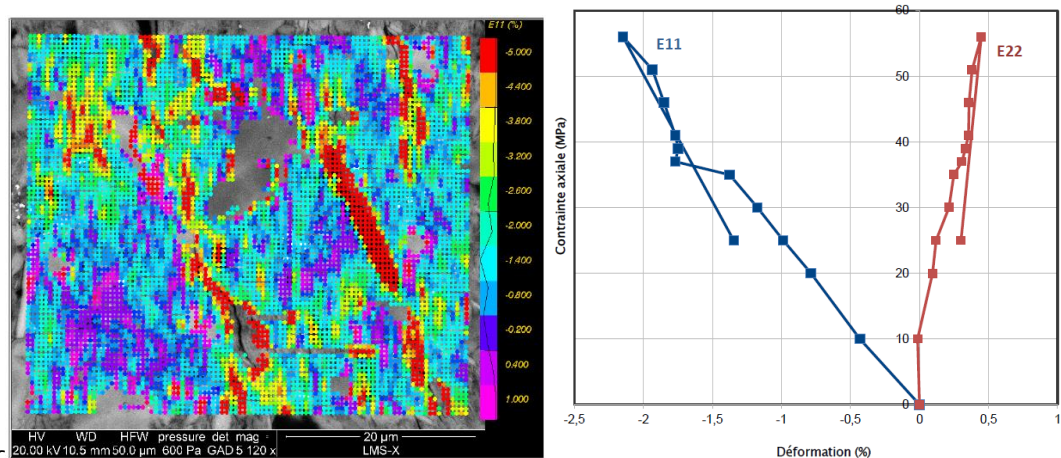


Figure 16a : pour comparaison, issu de l'étude de L. Wang (2013). a : Courbes de déformations de Green-Lagrange calculées par CIN pour un échantillon orienté à 90° et maintenu à 70% de HR (à noter que Eyy est la déformation axiale avec une convention de signe apposée à la nôtre). b : carte de déformation équivalente. La stratification est horizontale et la compression verticale.



a



c

Figure 16b : Exemple pour l'échantillon à 90° (H11). a : zone d'intérêt, avec deux grandissements. b : grille de calcul des déformations planes. Noter que la qualité de préparation de surface permet de réduire la base de mesure et d'obtenir pour les champs de déformation une résolution spatiale inégale. c : champs de déformation e11 correspondant à la zone de grandissement 1 et courbe de chargement calculée correspondante.

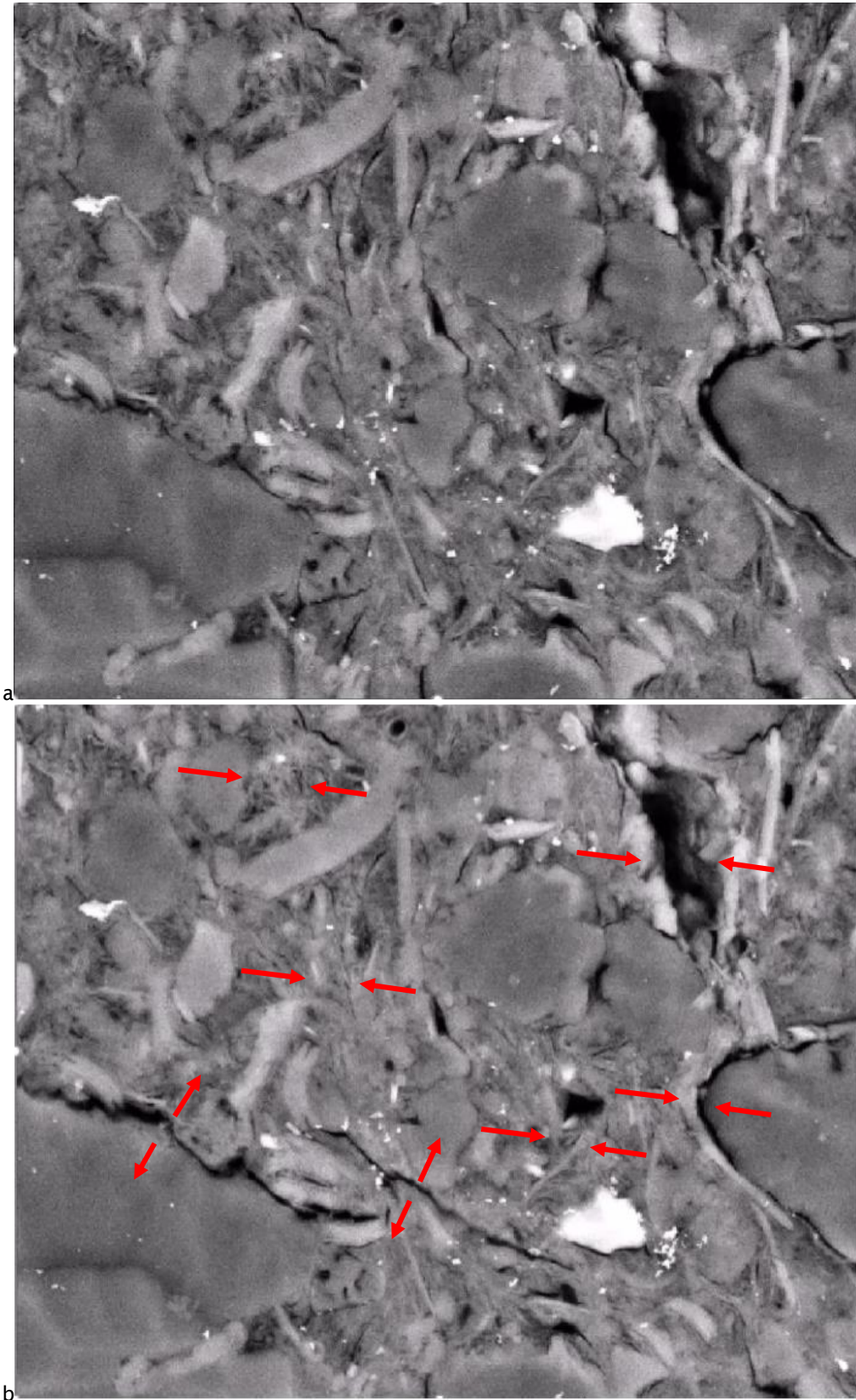


Figure 16c : Echantillon H11 (90°), zone de grandissement 2. a : avant chargement mécanique. b : après chargement. Mécanismes : majoritairement fermeture/ouverture de fissures aux interfaces matrice - particules et dans la matrice. Plus marginalement cisaillement, compaction d'agrégats argileux et flexion de lamelles. Voir animation dans le document ppt joint.

4.3.2 Cartes de déformation obtenues par CIN

Dans toutes les cartes de déformation qui suivent, la direction de compression est horizontale. Le protocole établi nous permet de reconstruire à partir des 12 images, acquises successivement à chaque étape de chargement, les champs de déformations planes sur une large zone d'intérêt d'aire $>1\text{ mm}^2$ (Fig. 17). La CIN est réalisée avec un domaine de corrélation de 60 pixels.

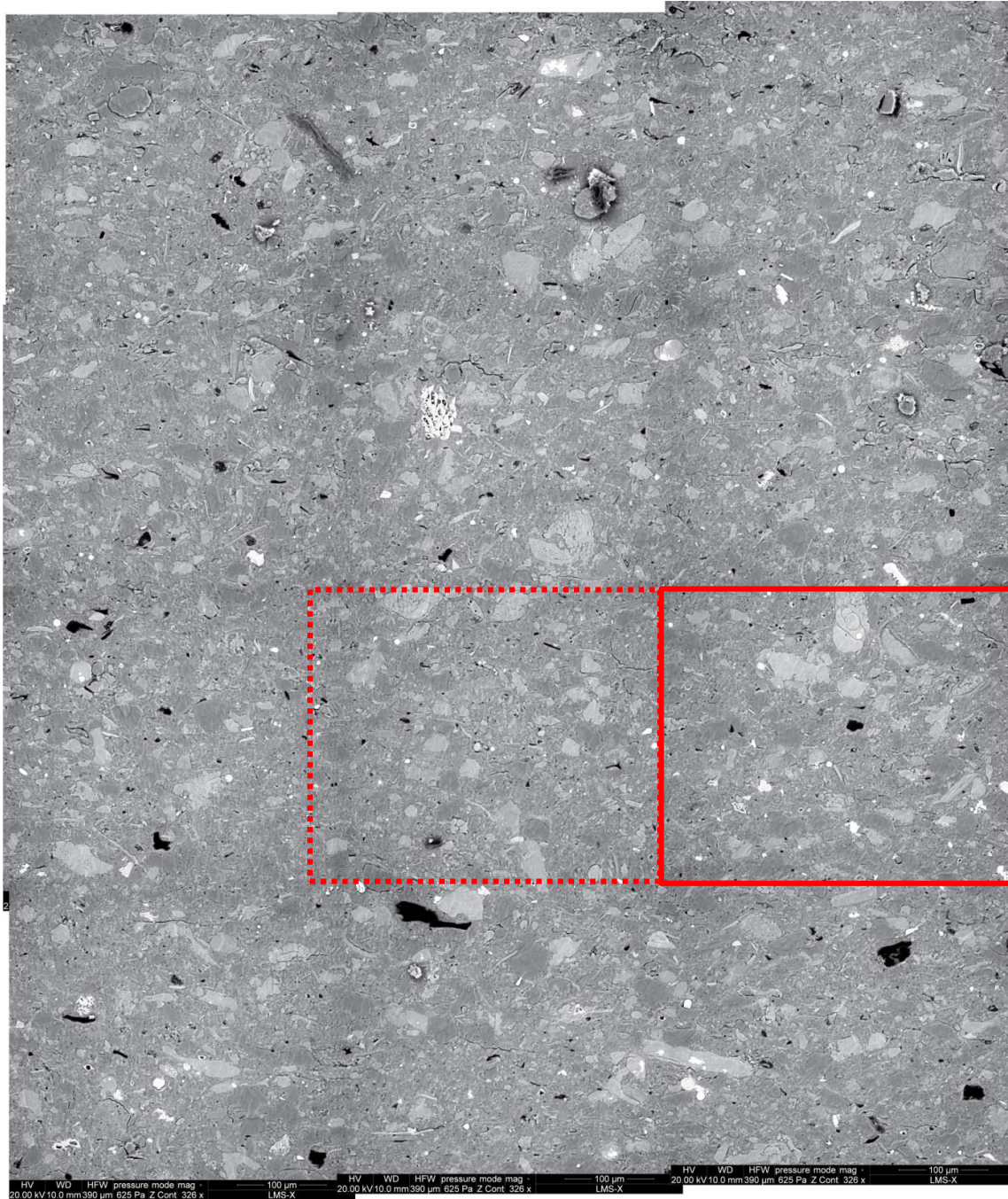


Figure 17 : Echantillon H7 (0° , direction de chargement horizontale). La surface d'observation d'environ 1 mm^2 , située au centre de l'échantillon, est reconstituée sur la base de 12 images à fort grandissement, comme celle indiquée par l'encadrement rouge. On voit les zones de raccord, qui apparaissent plus foncées du fait des scans superposés sur les zones frontalières, ce qui induit une certaine contamination aux volatiles organiques résiduels, présents en traces dans la chambre du MEB. La zone encadrée correspond aux champs de déformation montrés en Fig. 17A et 17B.

Nous présentons ci-dessous (Fig. 17A/B) l'évolution des composantes e_{11} et e_{22} au cours du chargement, dans une petite zone. Par la suite nous montrons toutes les composantes de la déformation plane à l'état final, sur toute la zone d'intérêt, pour les trois échantillons H7, H11 et J16b (Fig. 18 à 26).

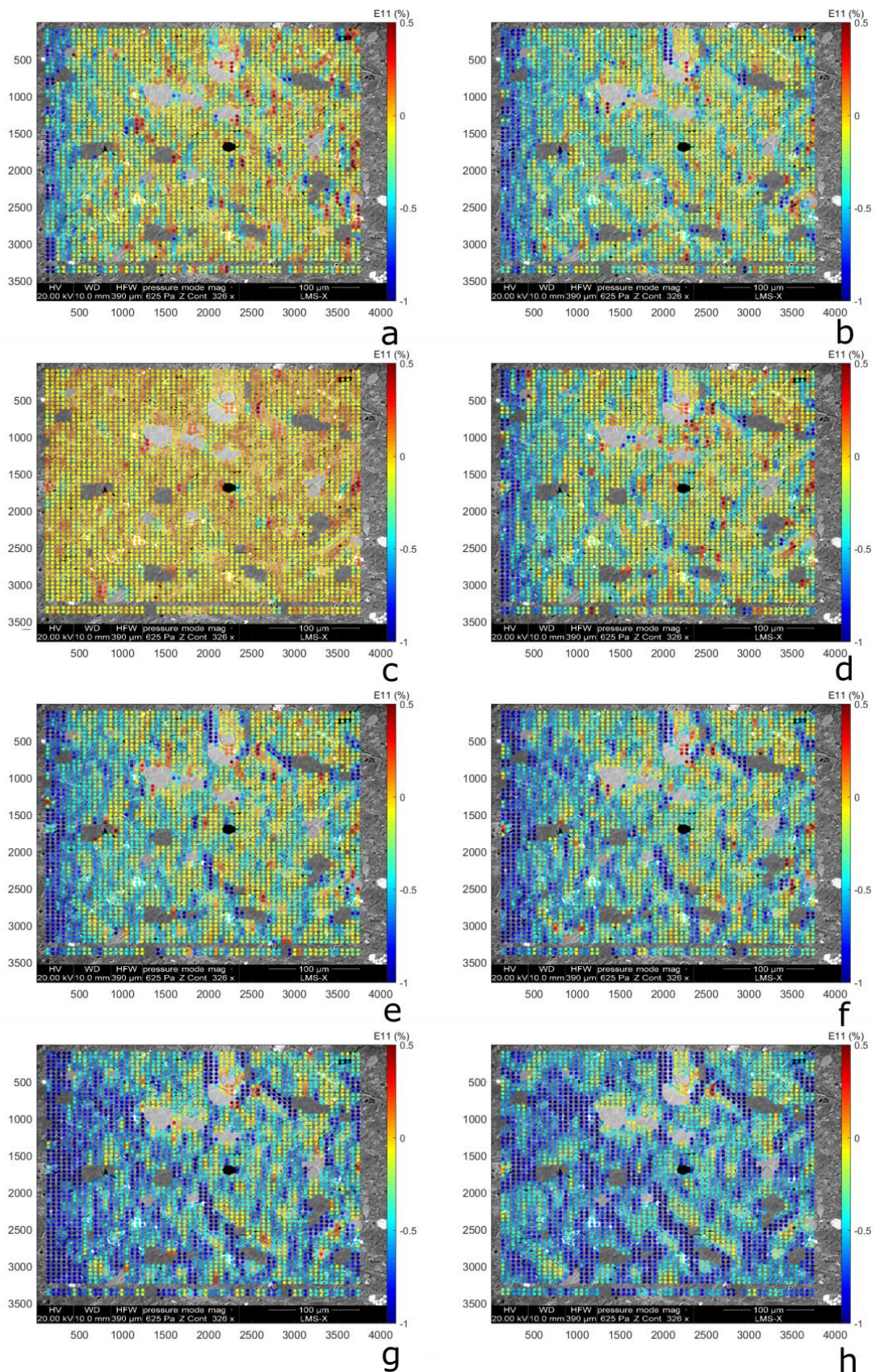


Figure 17A : H7-0°. Petit champ à grande résolution (encadrement rouge de la Fig. 17), évolution incrémentale de la déformation E_{11} (horizontale) au cours de l'essai a) step 1, b) step 2, c) step 0bis, d) step 2bis (\Rightarrow l'échantillon a subi une charge décharge en raison d'un problème expérimental), e) step 3, f) step 4, g) step 5, h) step 6. Notons qu'avec le code couleurs choisi les localisations apparaissent en bleu.

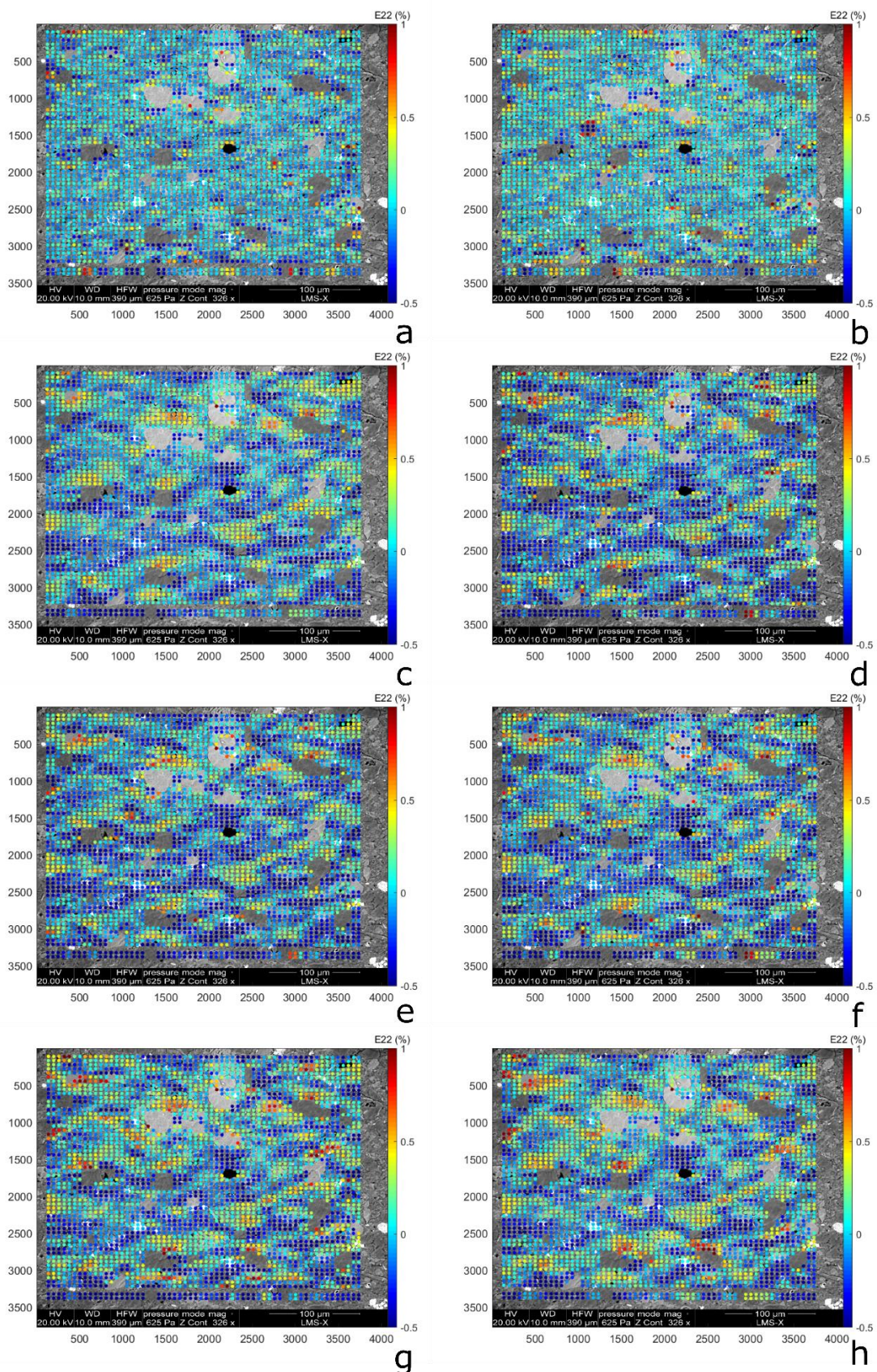


Figure 17B : H7-0°. Petit champ à grande résolution, évolution incrémentale de la déformation E22 (verticale) au cours de l'essai a) step 1, b) step 2, c) step 0bis, d) step 2bis (=>l'échantillon a subi une charge décharge en raison d'un problème expérimental), e) step 3, f) step 4, g) step 5, h) step 6. Notons qu'avec le code couleurs choisi ici les localisations apparaissent en bleu.

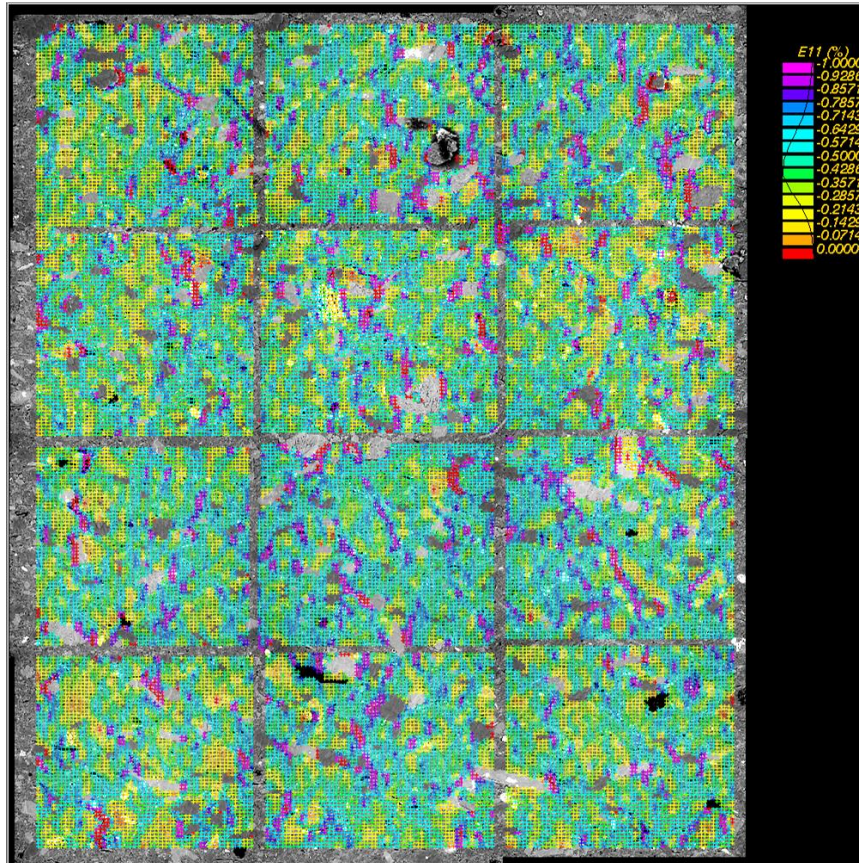


Figure 18 : Echantillon H7 (0°) – Carte finale des déformations de Green Lagrange E11 (horizontales). Les zones de raccord des 12 champs d'observation ont été exclus du traitement CIN à cause des inévitables distorsions d'image associées au raccordement qui provoquent des erreurs.

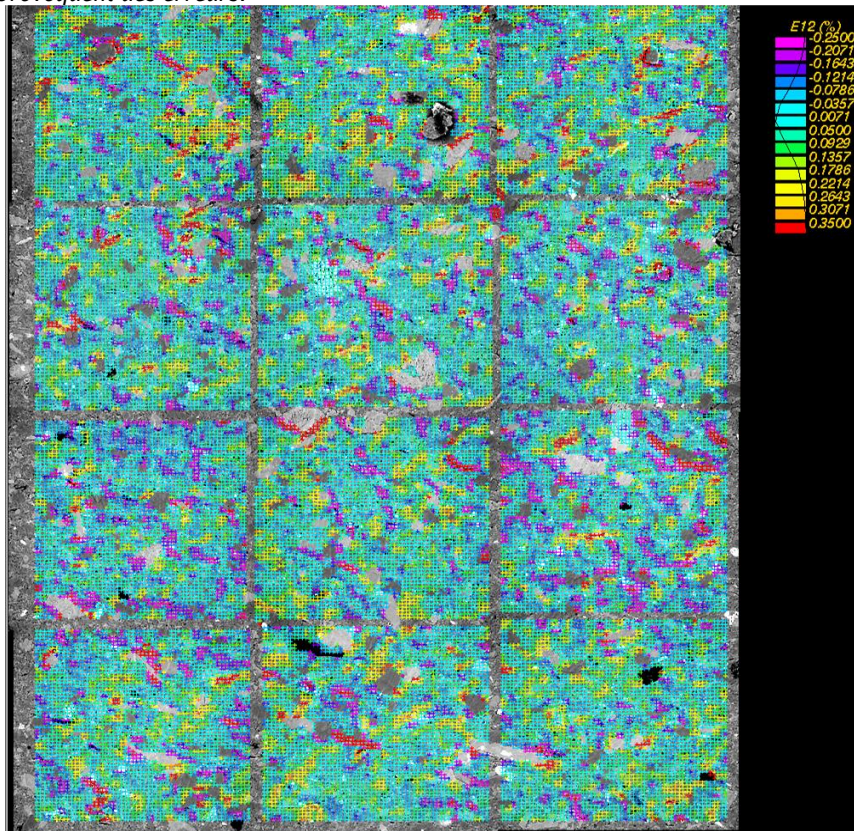


Figure 19 : Echantillon H7 (0°) – Carte finale des déformations de Green Lagrange E12 (cisaillement)

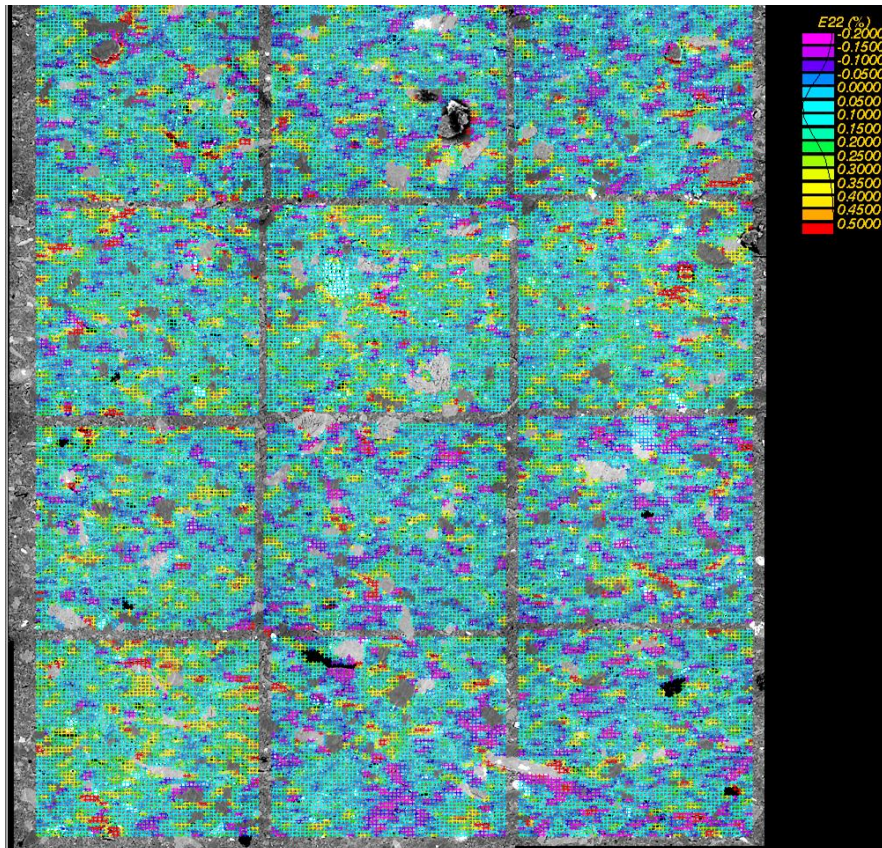


Figure 20 : Echantillon H7 (0°) – Carte finale des déformations de Green Lagrange E22 (verticales)

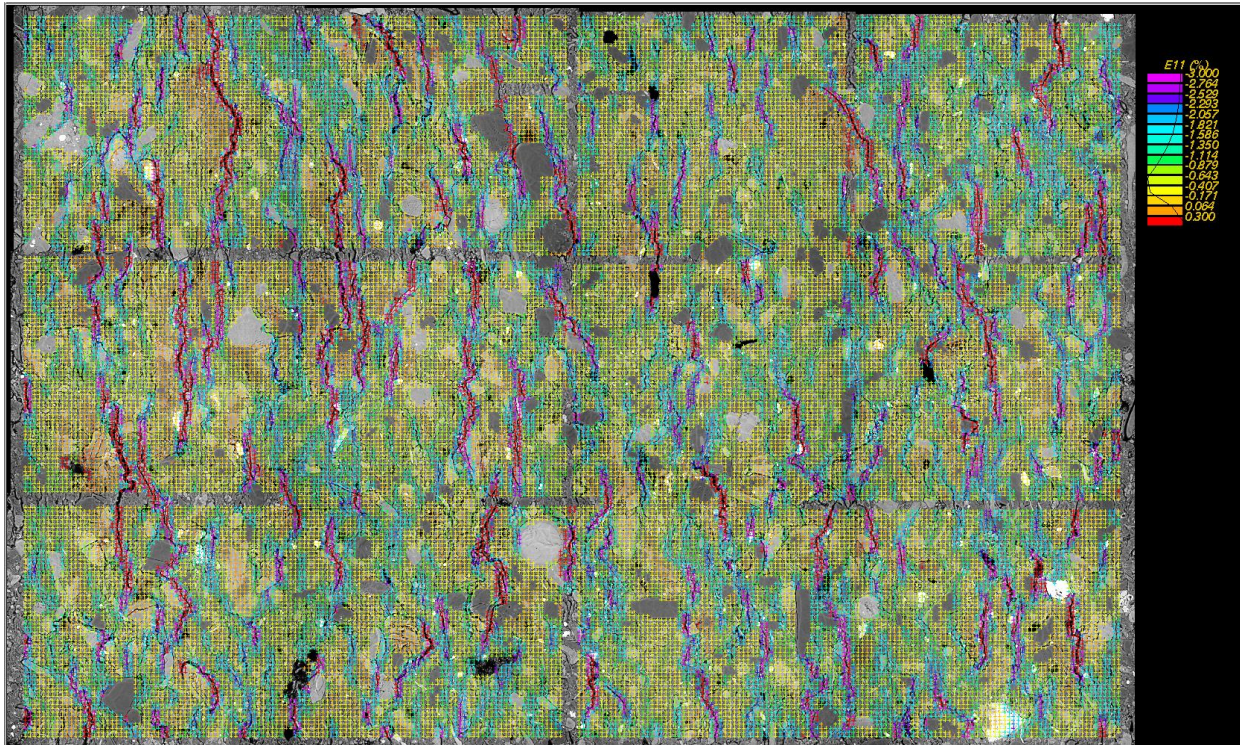


Figure 21 : Echantillon H11 (90°). Chargement horizontal. Carte finale des déformations de Green Lagrange E11 (horizontales). Noter l'état de microfissuration qui fait peser un doute sur l'état de saturation.

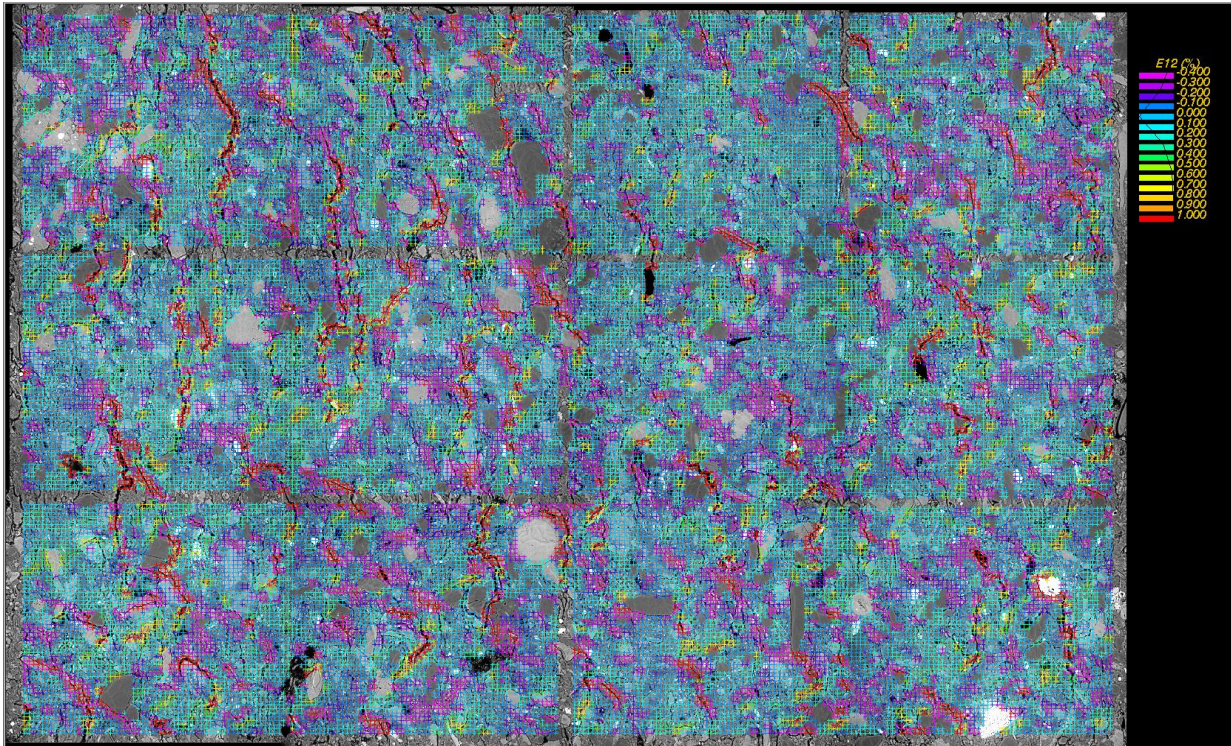


Figure 22 : Echantillon H11 (90°). Carte finale des déformations de Green Lagrange E_{12} (cisaillement)

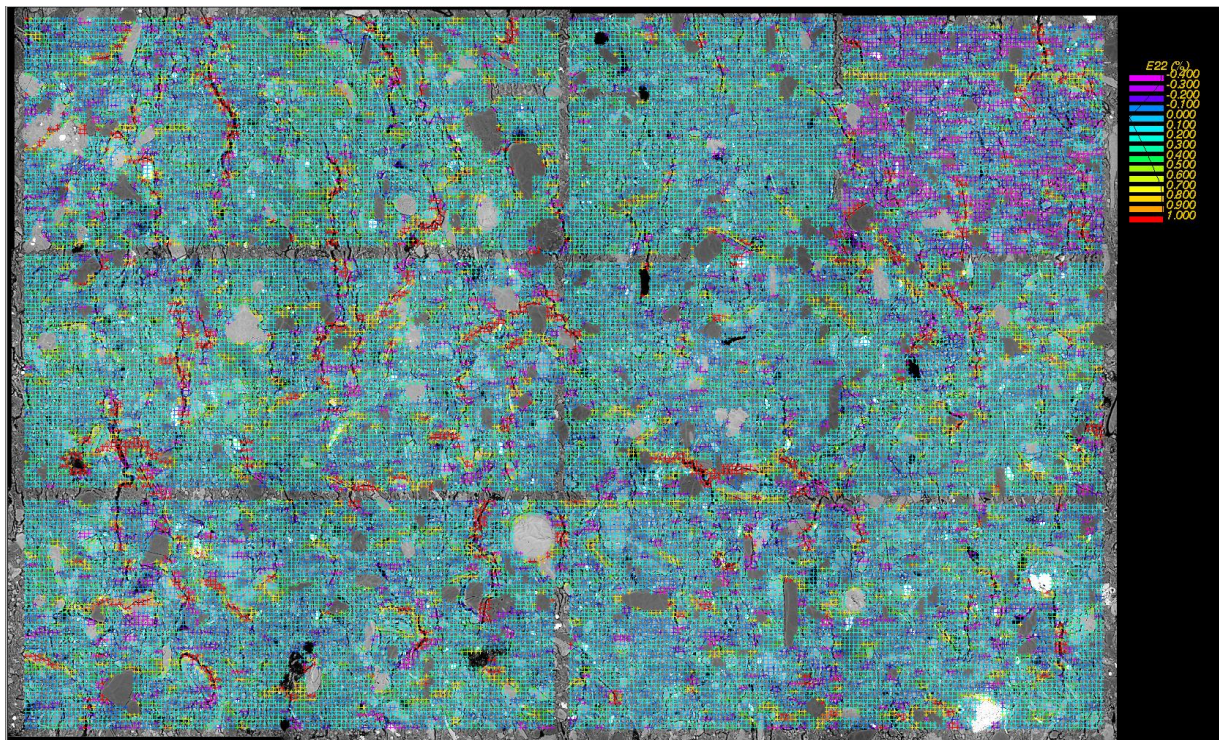


Figure 23 : Echantillon H11 (90°). Carte finale des déformations de Green Lagrange E_{22} (verticales)

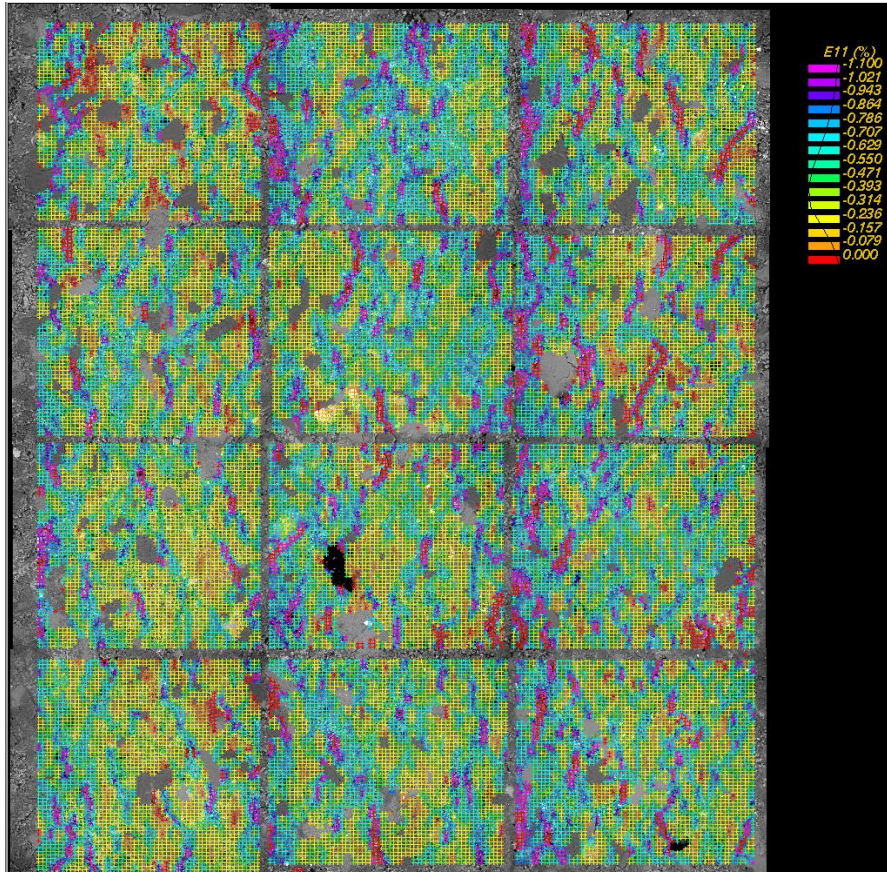


Figure 24 : Echantillon J16b (45°). Carte finale des déformations de Green Lagrange E11 (horizontales)

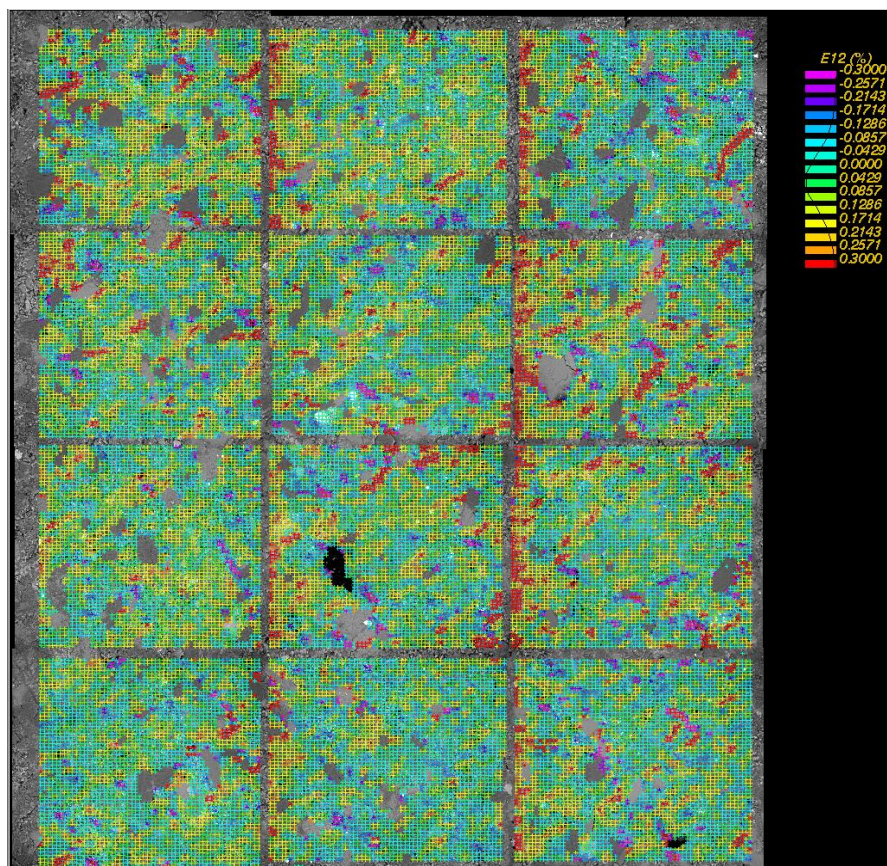


Figure 25 : Echantillon J16b (45°). Carte finale des déformations de Green Lagrange E12 (cisaillement)

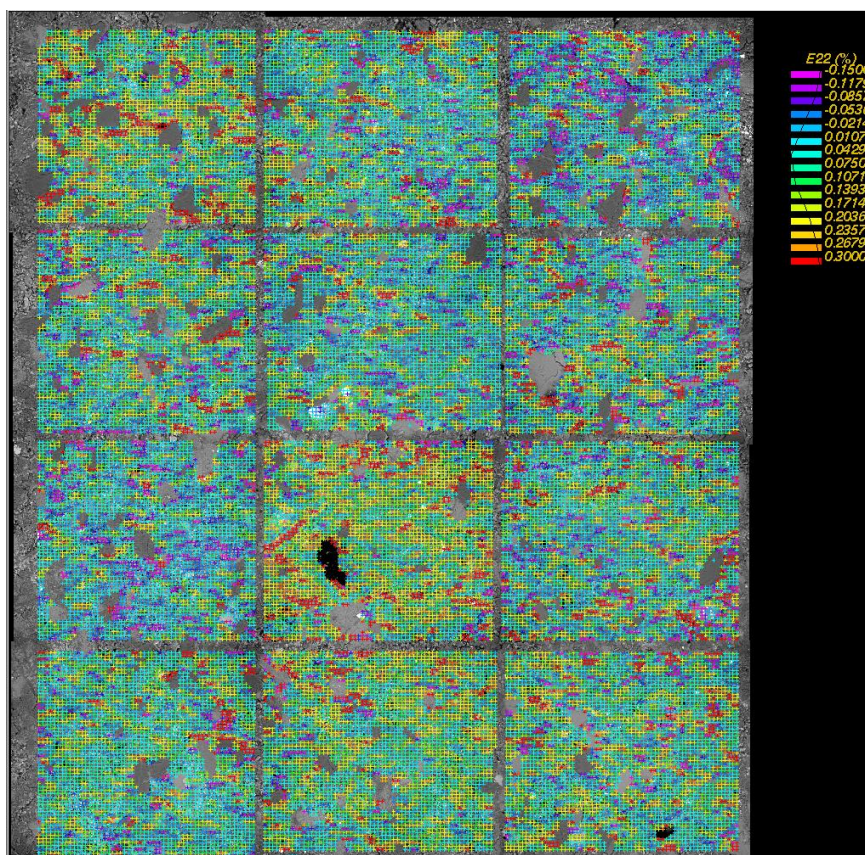


Figure 26 : Echantillon J16b (45°). Carte finale des déformations de Green Lagrange E22 (Verticales)

Les figures ci-dessus (Fig. 17A et B) présentent les déformations par étape dans une petite zone de l'échantillon H11, qui a subi une première charge/décharge (images a et b des séries de cartes), puis de nouveau un cycle de chargement (six étapes ultérieures). On peut constater sur ces images que la localisation de la déformation sur les échantillons est relativement précoce (dès les deux premières étapes) et que par la suite de l'essai on ne perçoit qu'une intensification des patterns déjà existants. La partie élastique de la déformation est donc très faible (comme on peut le constater lors de la phase de charge décharge, et l'on notera que cet effet semble plus important sur E22 que sur E11).

En général, les cartographies des déformations montrées ci-dessus permettent de voir d'abord que la déformation moyenne est relativement homogène sur des zones d'intérêt de l'ordre du mm². Ceci donne une idée du volume élémentaire représentatif (VER) du matériau qui constitue la roche saine, c'est-à-dire sans fissures préexistantes étendues, et correspondant à la même stratification de la formation géologique, c'est-à-dire avec la même composition minéralogique. Ceci valide le choix de travailler sur des éprouvettes de petite taille, pour peu que l'on puisse éviter les méso-hétérogénéités, comme les veines de pyrite. Ce propos est cependant à modérer du fait d'hétérogénéités locales de distribution spatiale des particules détritiques, comme le montre la figure 11. L'étude systématique en tomographie RX permet de sélectionner les échantillons en évitant ce type d'hétérogénéités.

Par ailleurs, la cartographie permet de détecter les localisations à l'échelle de la microstructure et d'identifier les types de mécanismes locaux qui s'y activent. Par la suite nous montrons des exemples, qui mettent en évidence des mécanismes d'ouverture, de fermeture ou de glissement de microfissures, dans la matrice argileuse ou aux interfaces argile-inclusions minérales. On montre l'évolution entre la configuration initiale et la dernière étape de chargement. On peut visualiser les déplacements en faisant défiler les pages des images avant - après.

On peut observer clairement des figures de déformation différentes en fonction de l'orientation de la stratification par rapport à la contrainte appliquée. On constate que l'orientation à 0° présente une faible compaction dans la direction de chargement, mais d'importantes ouvertures transverses de microfissures alignées dans les plans de stratification. Au contraire, l'orientation à 90° montre une forte compaction dans les plans de la stratification, le long des fissures préexistantes /reste encore à déterminer l'origine de ces fractures). L'orientation 45° présente quant à elle clairement une forte composante en cisaillement, alignée avec la stratification. Ces observations confirment les remarques sur les courbes contrainte déformation.

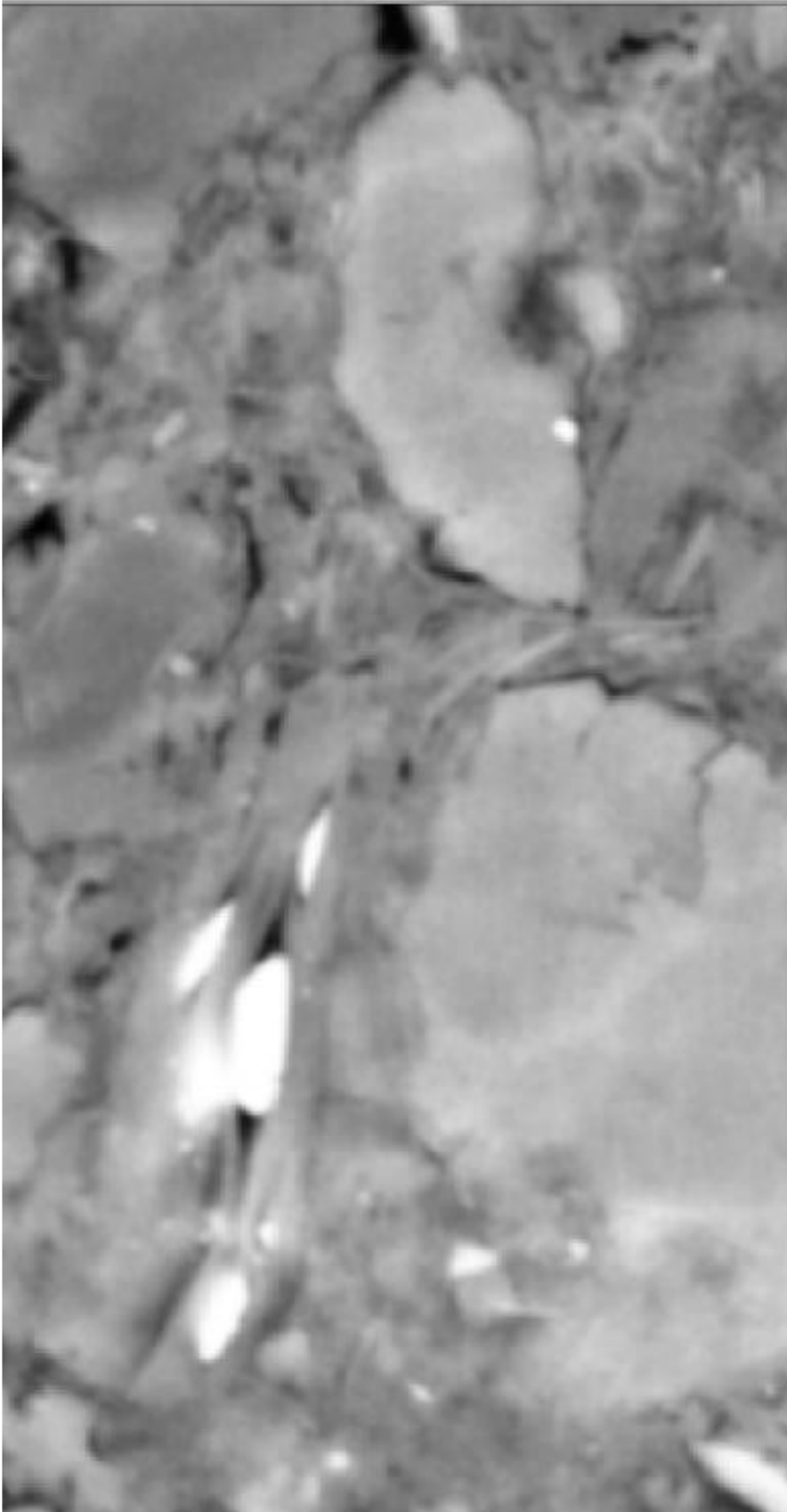


Figure 27a : Echantillon H7 (0°). a : étape 0. b : étape 7. Largeur du champ : env. 50 μm . Compaction : fermeture de fissures d'interface autour des particules détritiques et de porosité intra- et inter-particules d'argile, cisaillement compactant dans une zone argileuse. Direction de chargement verticale.

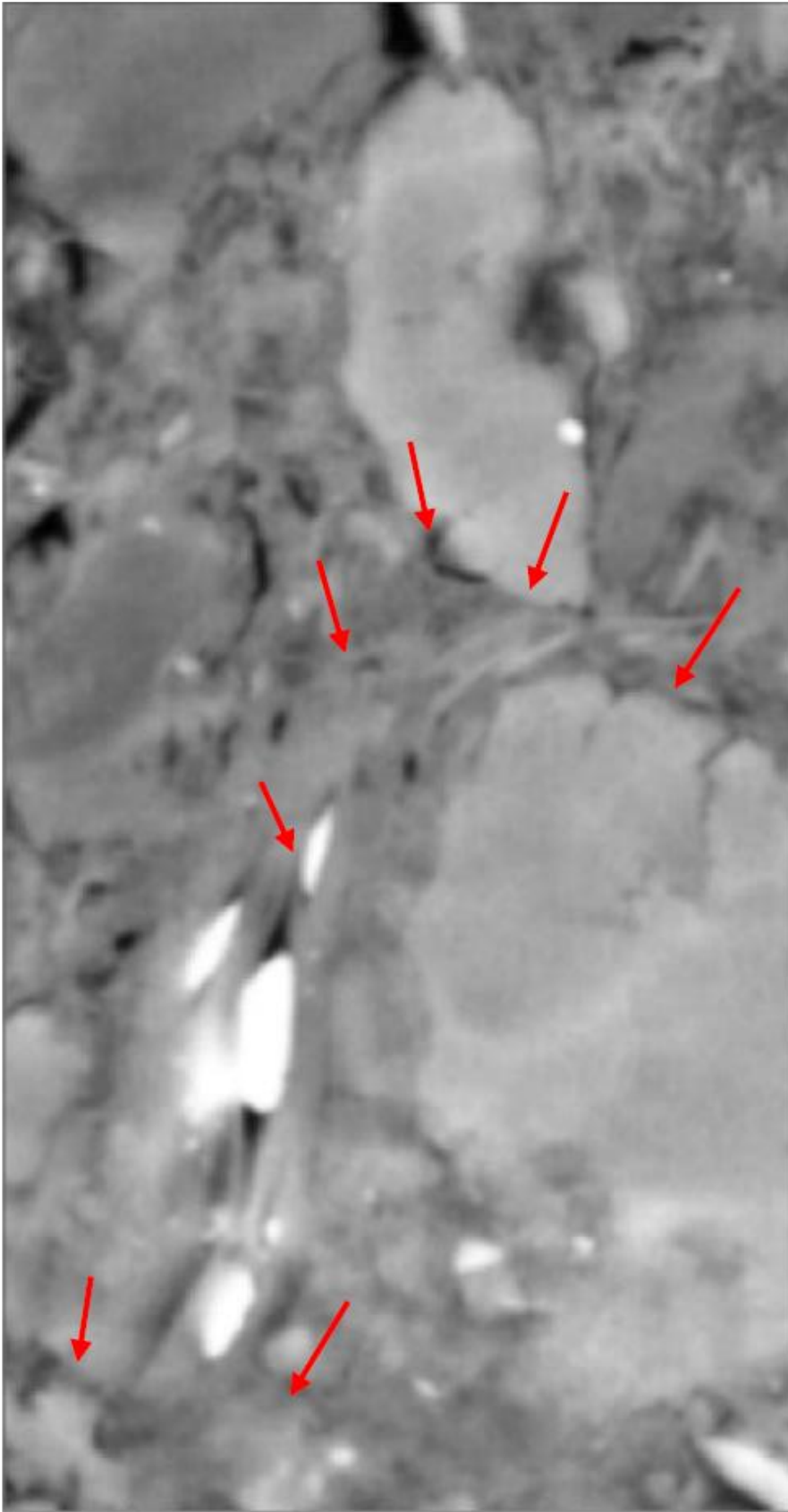


Figure 27a : Echantillon H7 (0°). a : étape 0. b : étape 7. Largeur du champ : env. 50 μm . Compaction : fermeture de fissures d'interface autour des particules détritiques et de porosité intra- et inter-particules d'argile, cisaillement compactant dans une zone argileuse. Direction de chargement verticale.

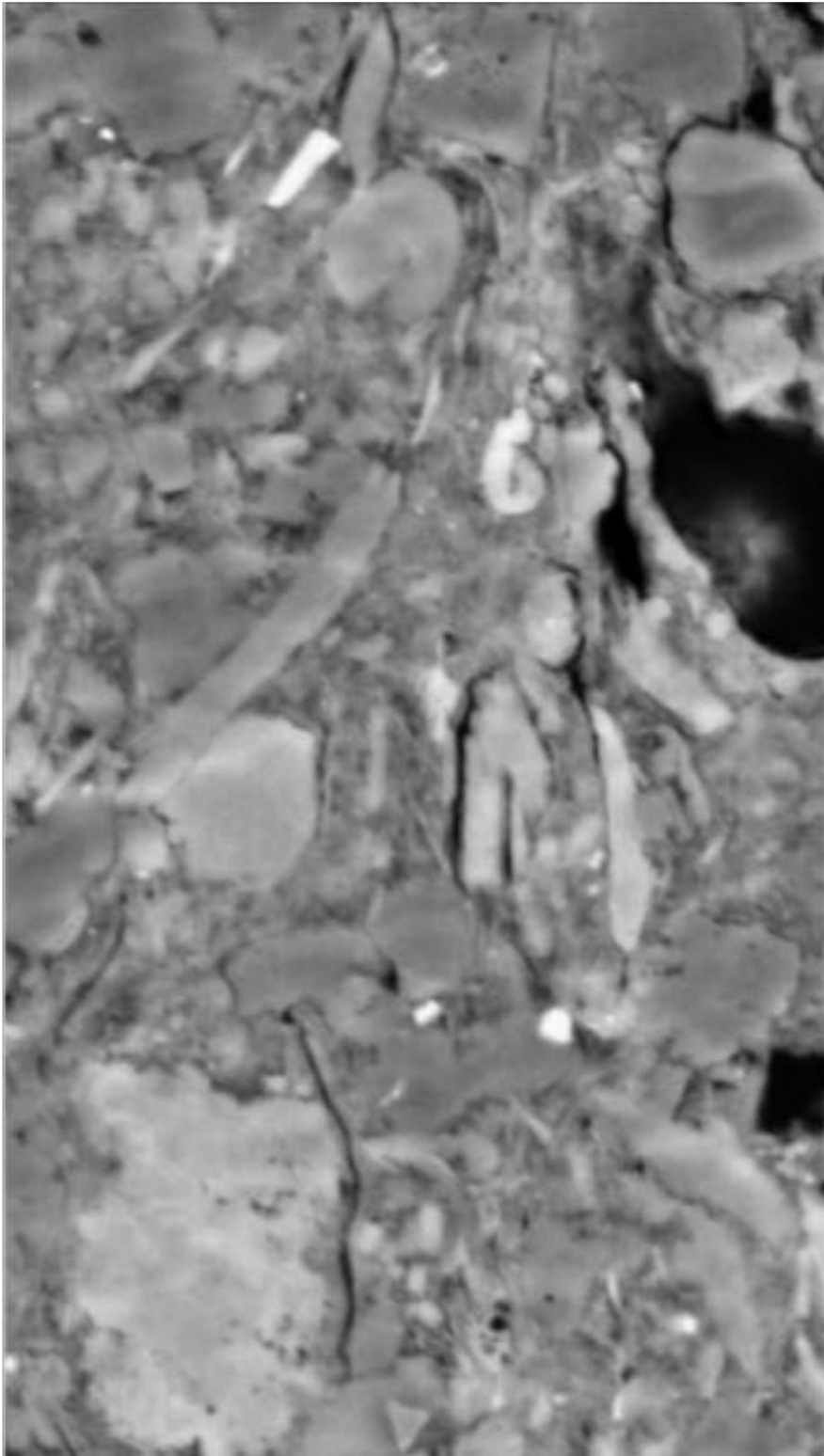


Figure 27b : Echantillon H7 (0°). a : étape 0. b : étape 7. Largeur du champ : env. 50 μ m. Chargement vertical. Glissements relatif de particules, ouverture/fermeture de microfissures matrice-particules et inter-matrice

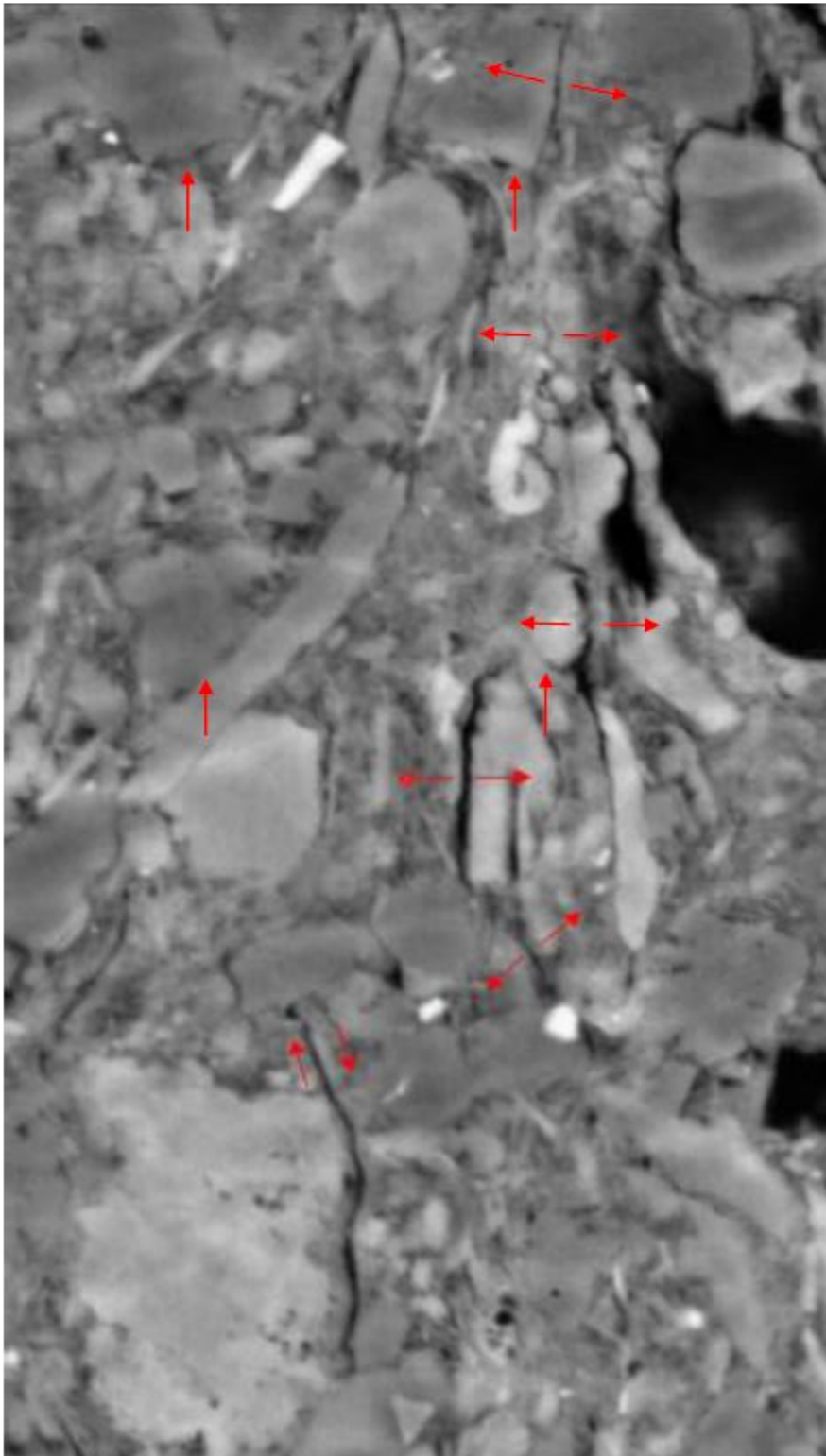


Figure 27b : Echantillon H7 (0°). a : étape 0. b : étape 7. Largeur du champ : env. 50 μm . Chargement horizontal. Glissements relatif de particules, ouverture/fermeture de microfissures matrice-particules et inter-matrice

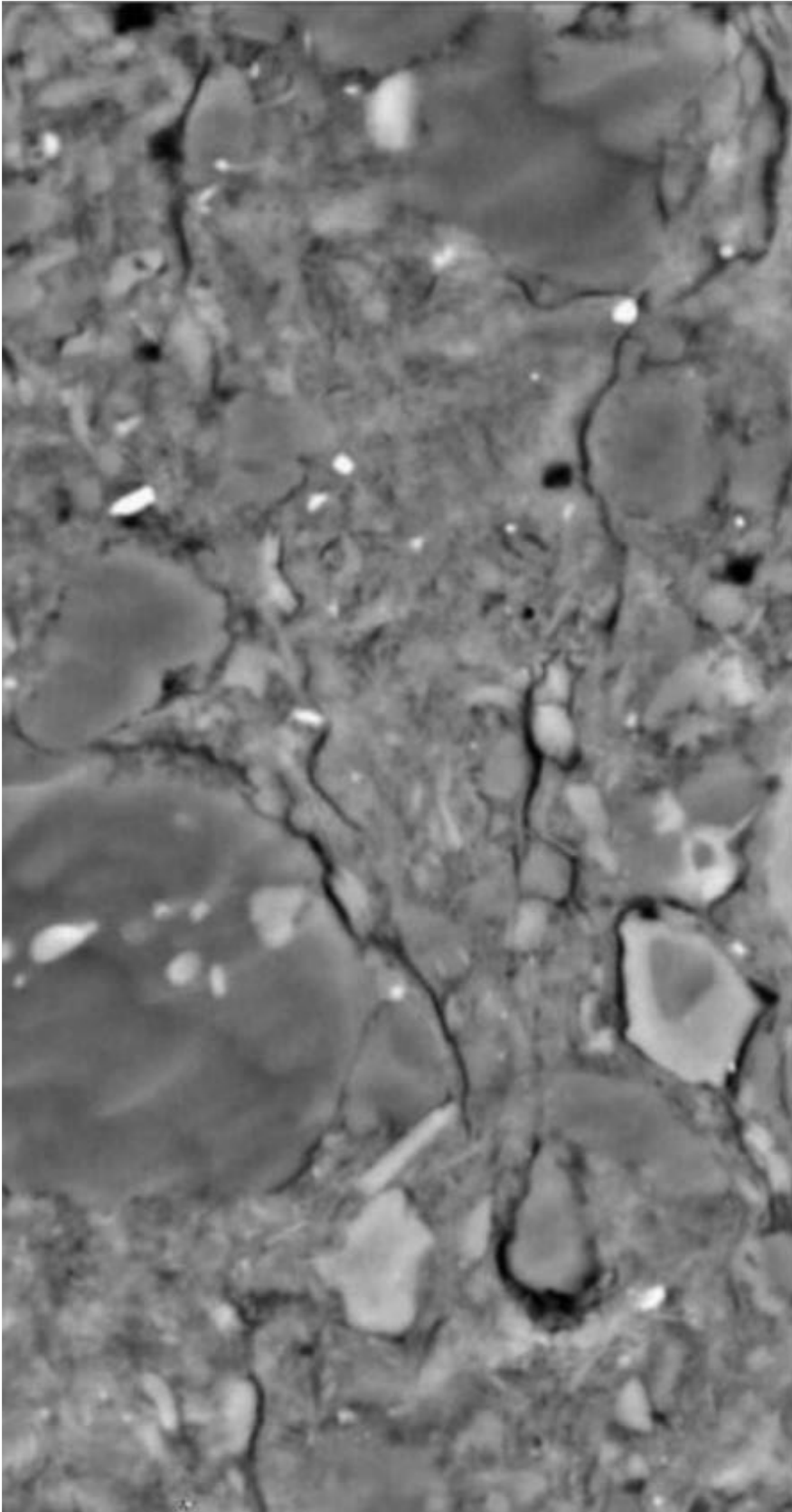


Figure 27c : Echantillon H7 (0°). a : étape 0. b : étape 7. Largeur du champ : env. 50 μ m. Compactions et ouvertures à l'interface matrice - quartz. Chargement vertical.

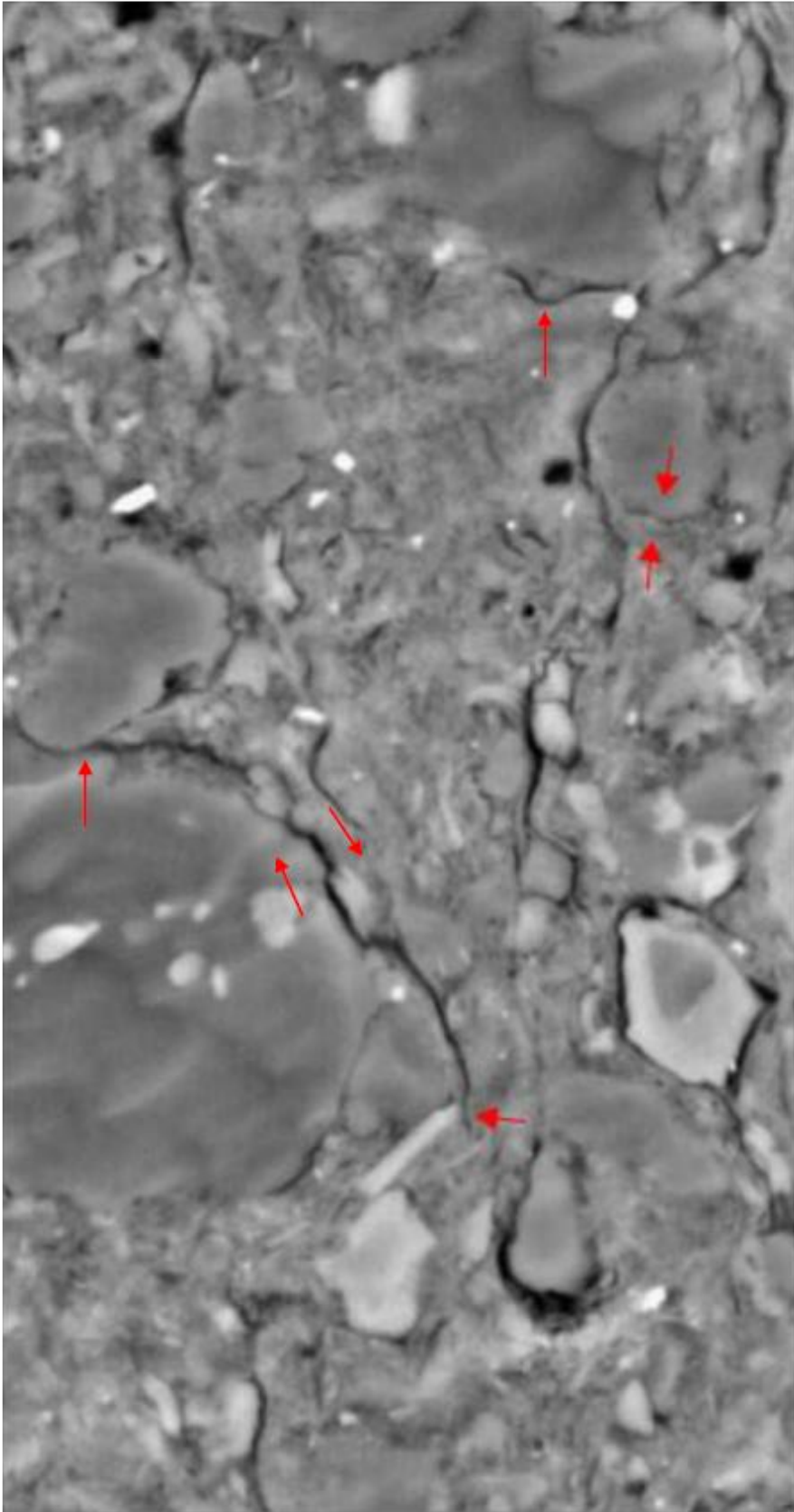


Figure 27c : Echantillon H7 (0°). a : étape 0. b : étape 7. Largeur du champ : env. 50 μm . Compactions et ouvertures à l'interface matrice - quartz. Chargement vertical.

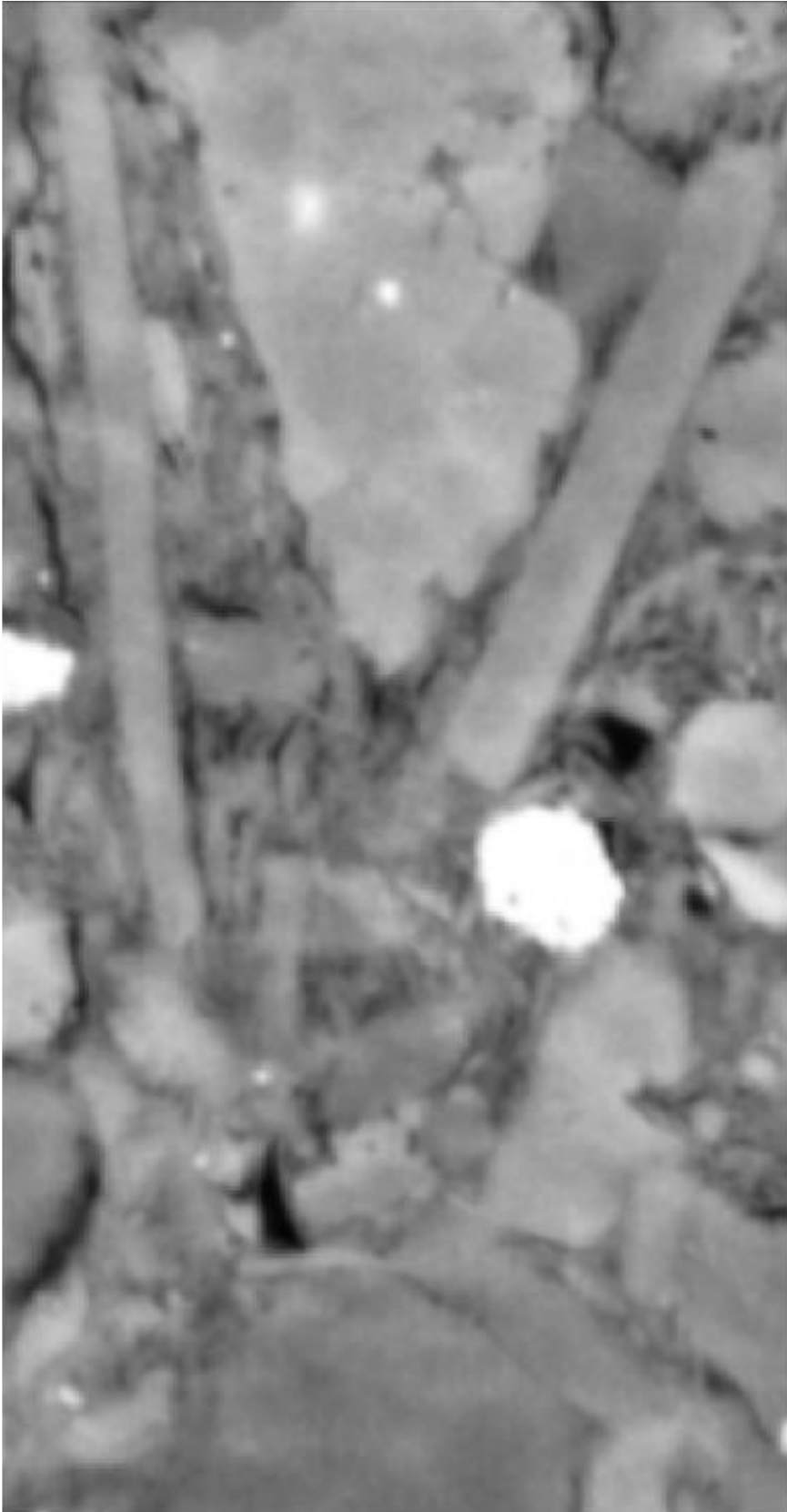


Figure 27d : Echantillon H7 (0°). a : étape 0. b : étape 7. Largeur du champ : env. 50 μ m. Compactions et ouvertures à l'interface matrice - quartz. Chargement vertical.

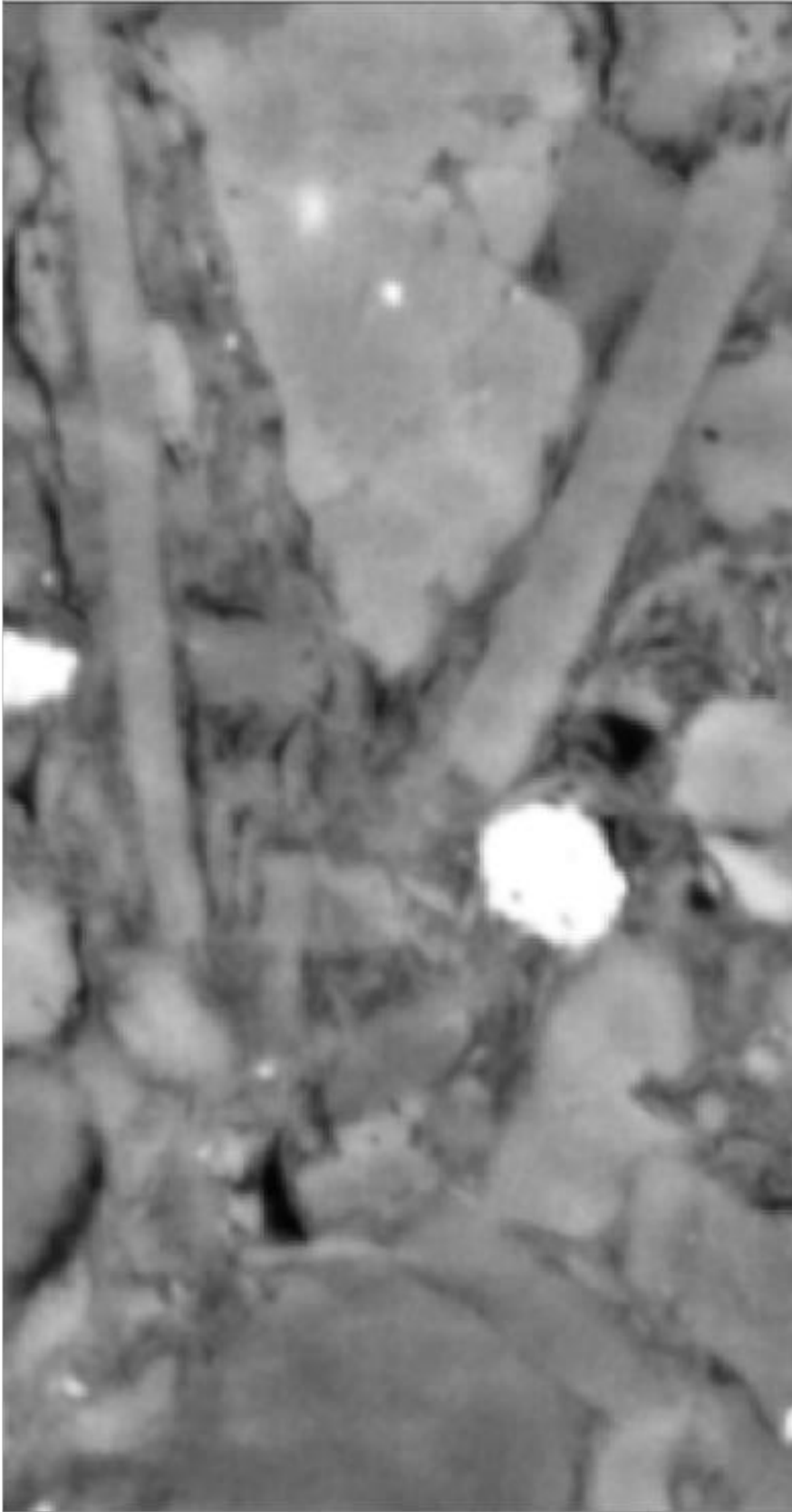


Figure 27d : Echantillon H7 (0°). a : étape 0. b : étape 7. Largeur du champ : env. 50 μ m. Compactions et ouvertures à l'interface matrice - quartz. Chargement vertical.

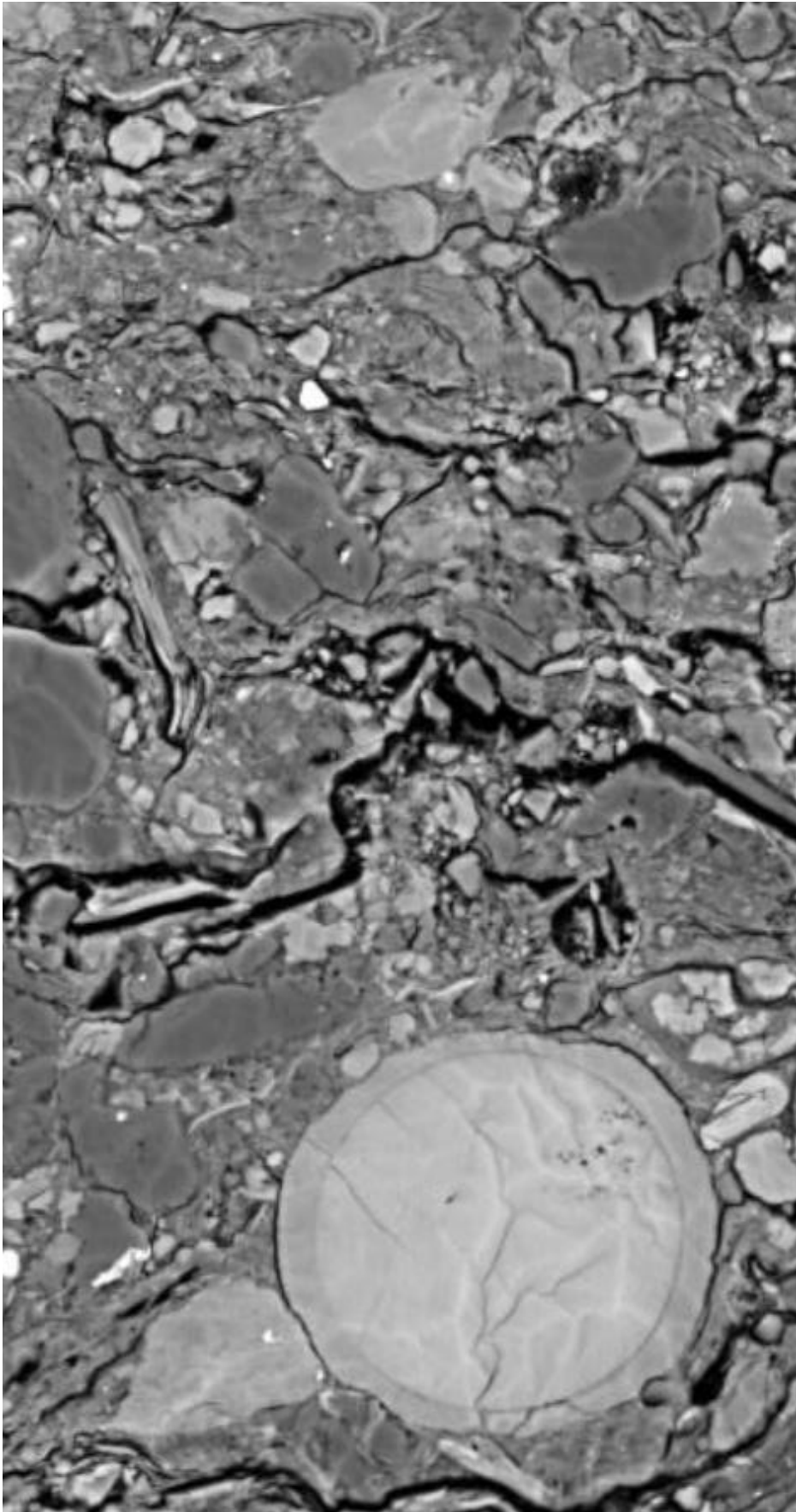


Figure 28a : Echantillon H11 (90°). Compaction par fermeture de fissures préexistantes dans la matrice.

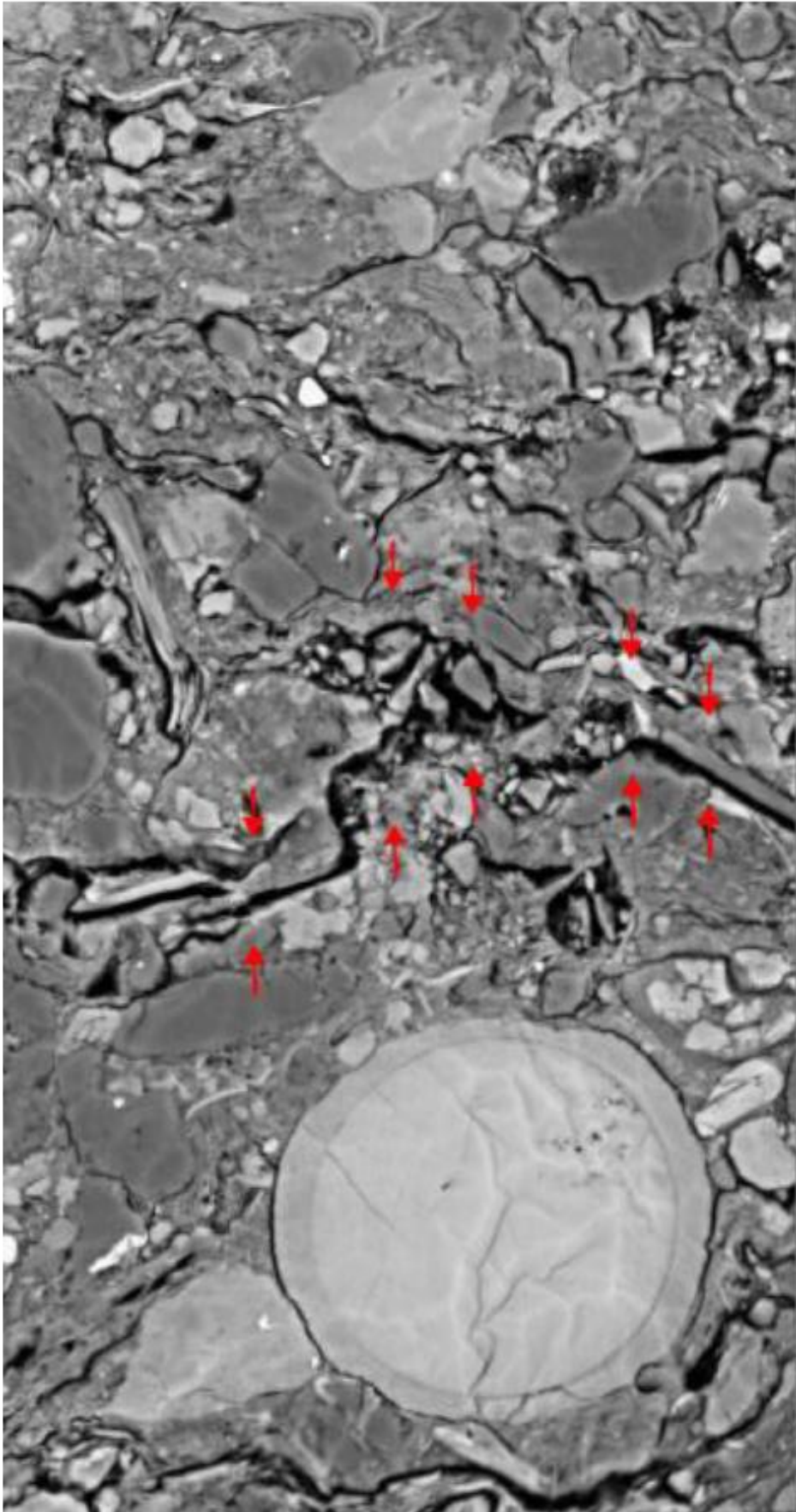


Figure 28a : Echantillon H11 (90°). Compaction par fermeture de fissures préexistantes dans la matrice.

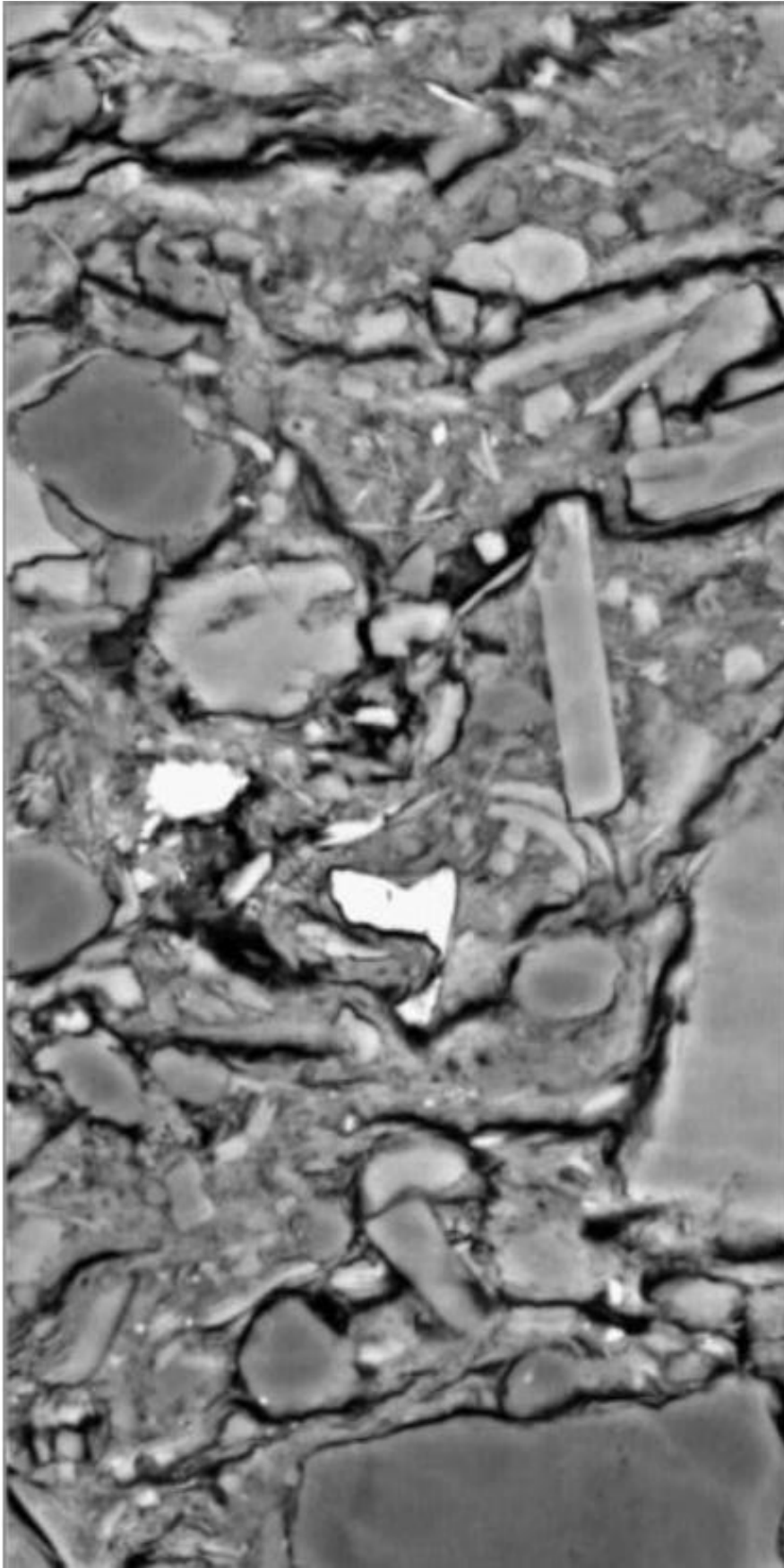


Figure 28b : Echantillon H11 (90°). Fermeture/Ouverture aux interfaces matrice - particules.

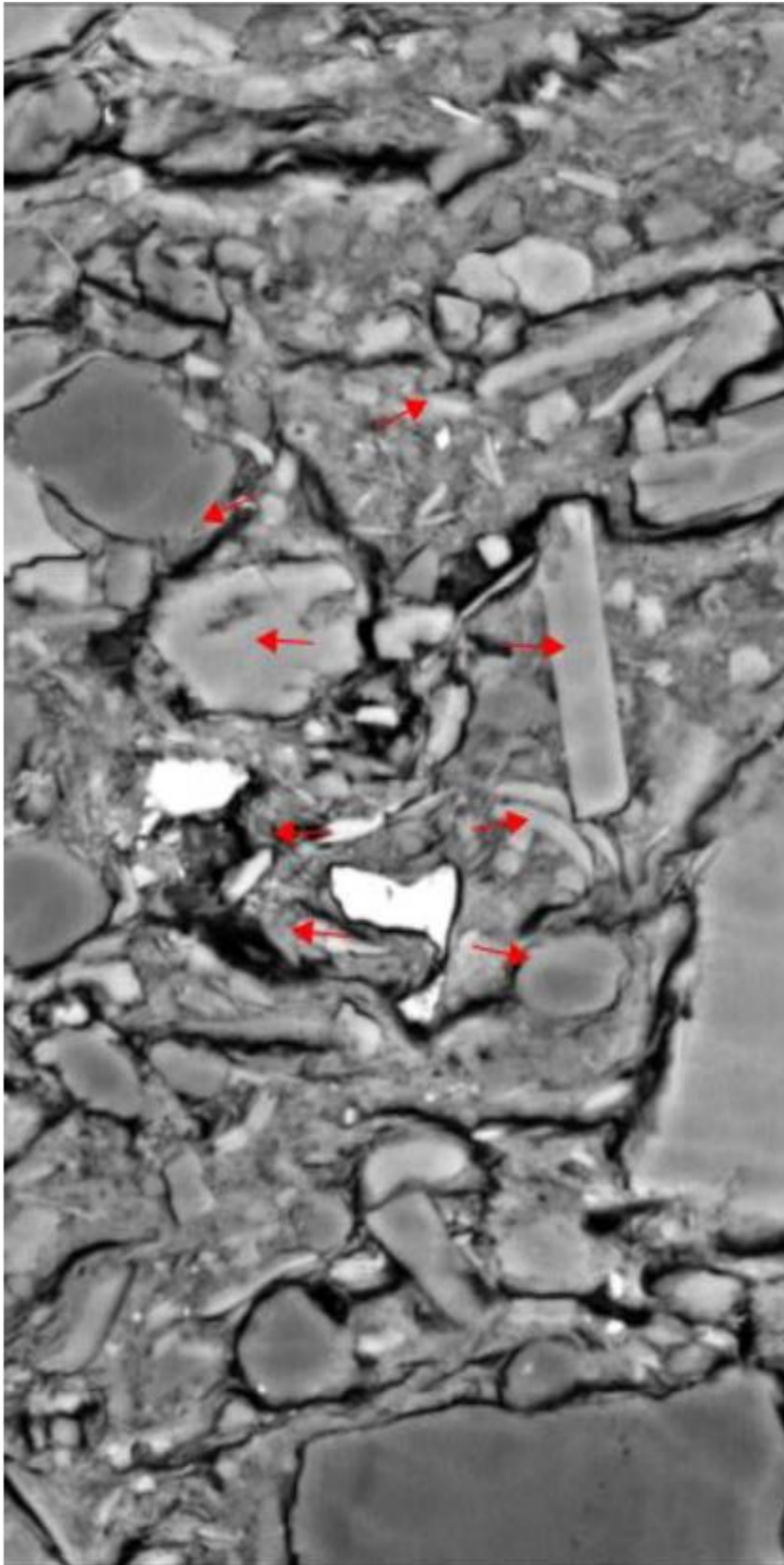


Figure 28b : Echantillon H11 (90°). Fermeture/Ouverture aux interfaces matrice - particules.

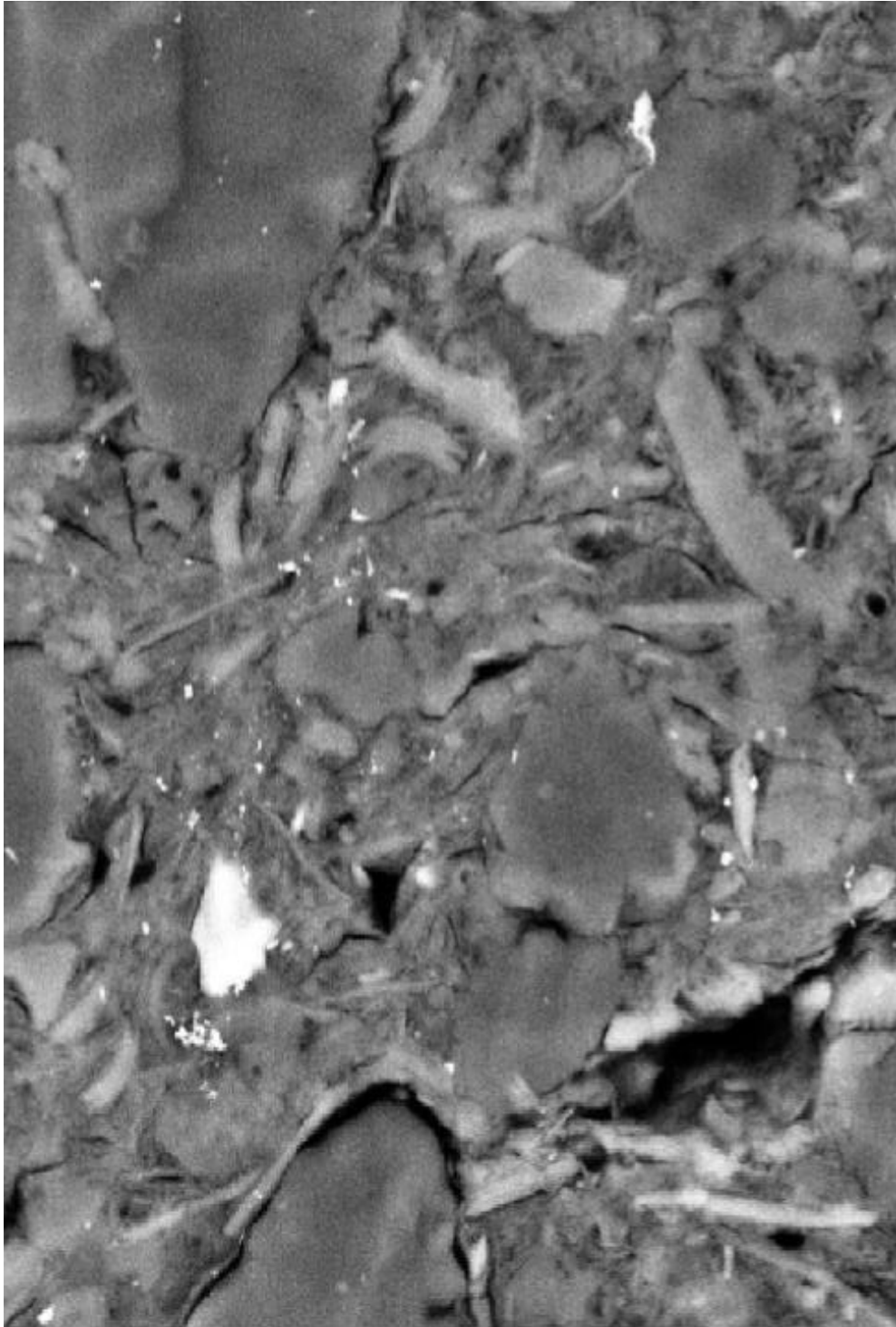


Figure 28c : Echantillon H11 (90°). Fermeture/Ouverture de fissures aux interfaces matrice - particules et dans la matrice, plus cisaillement.

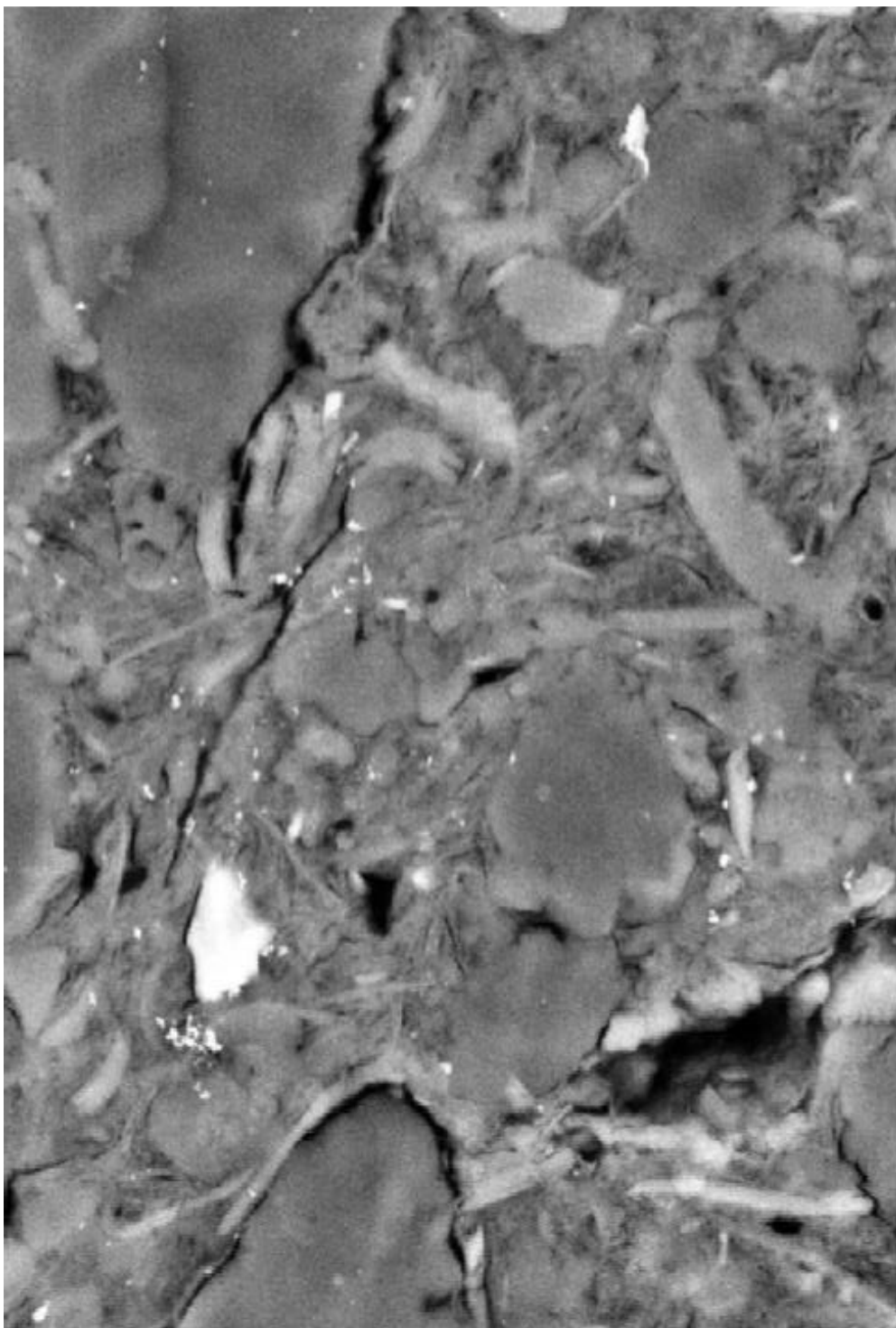
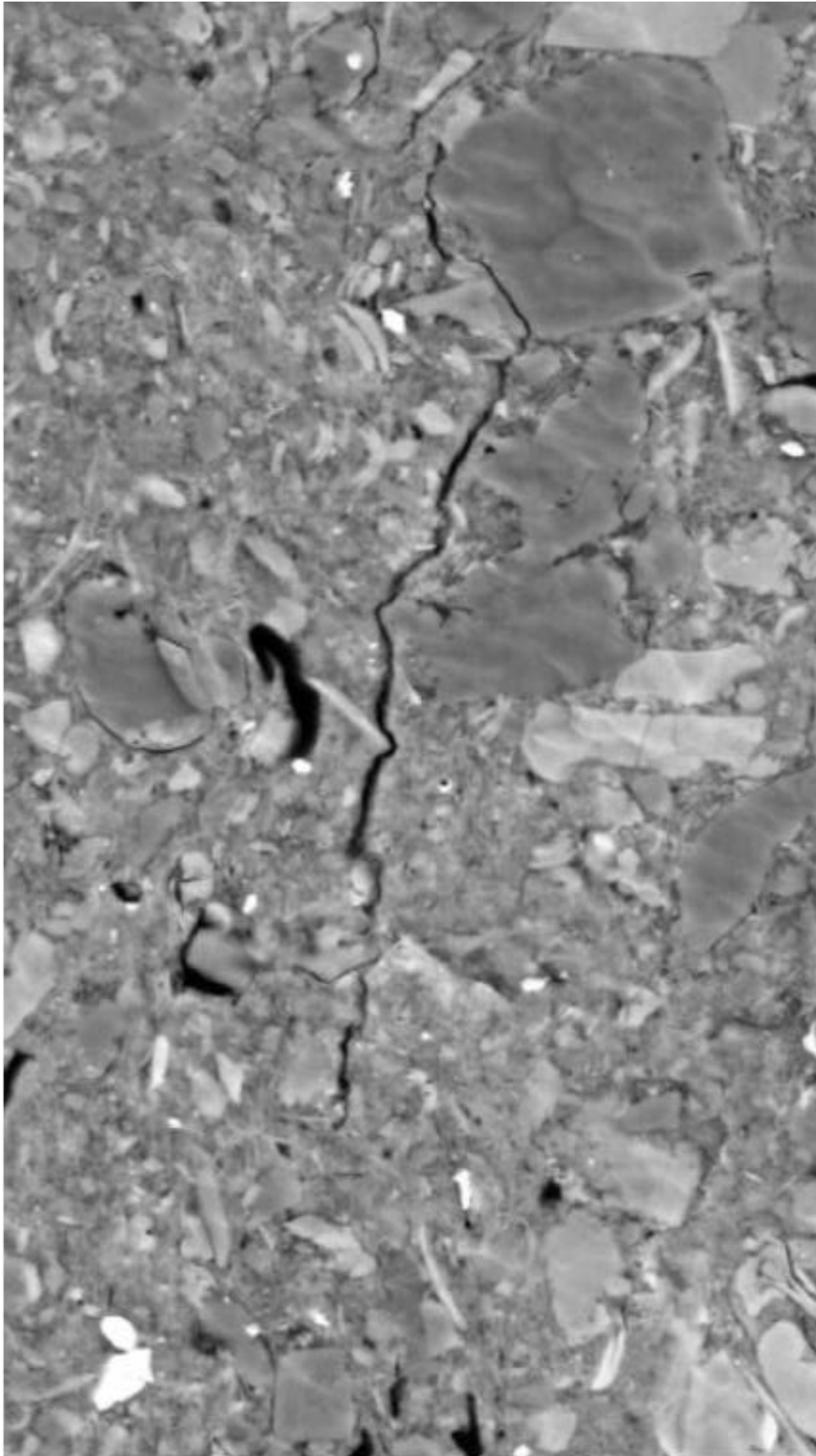
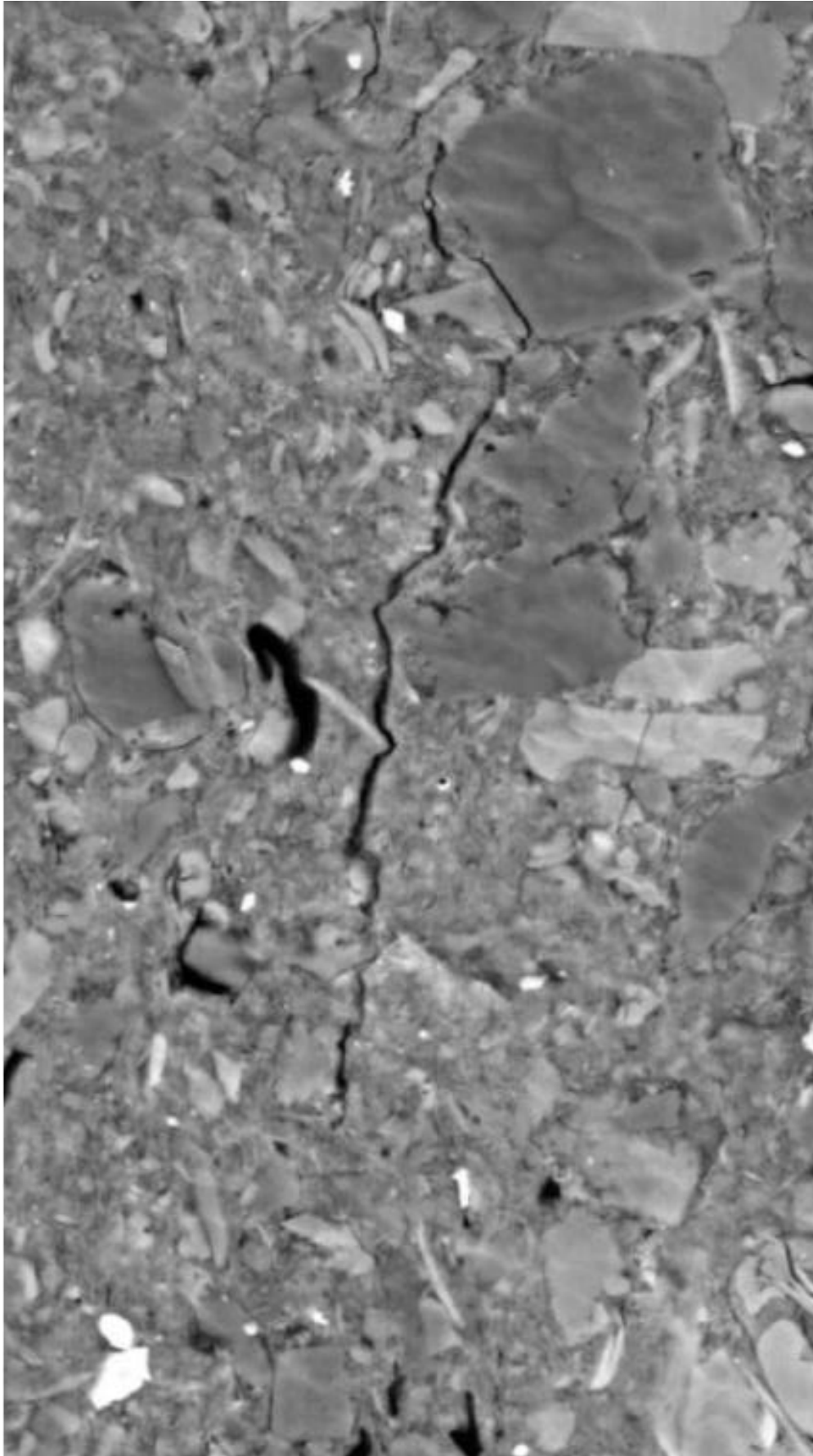
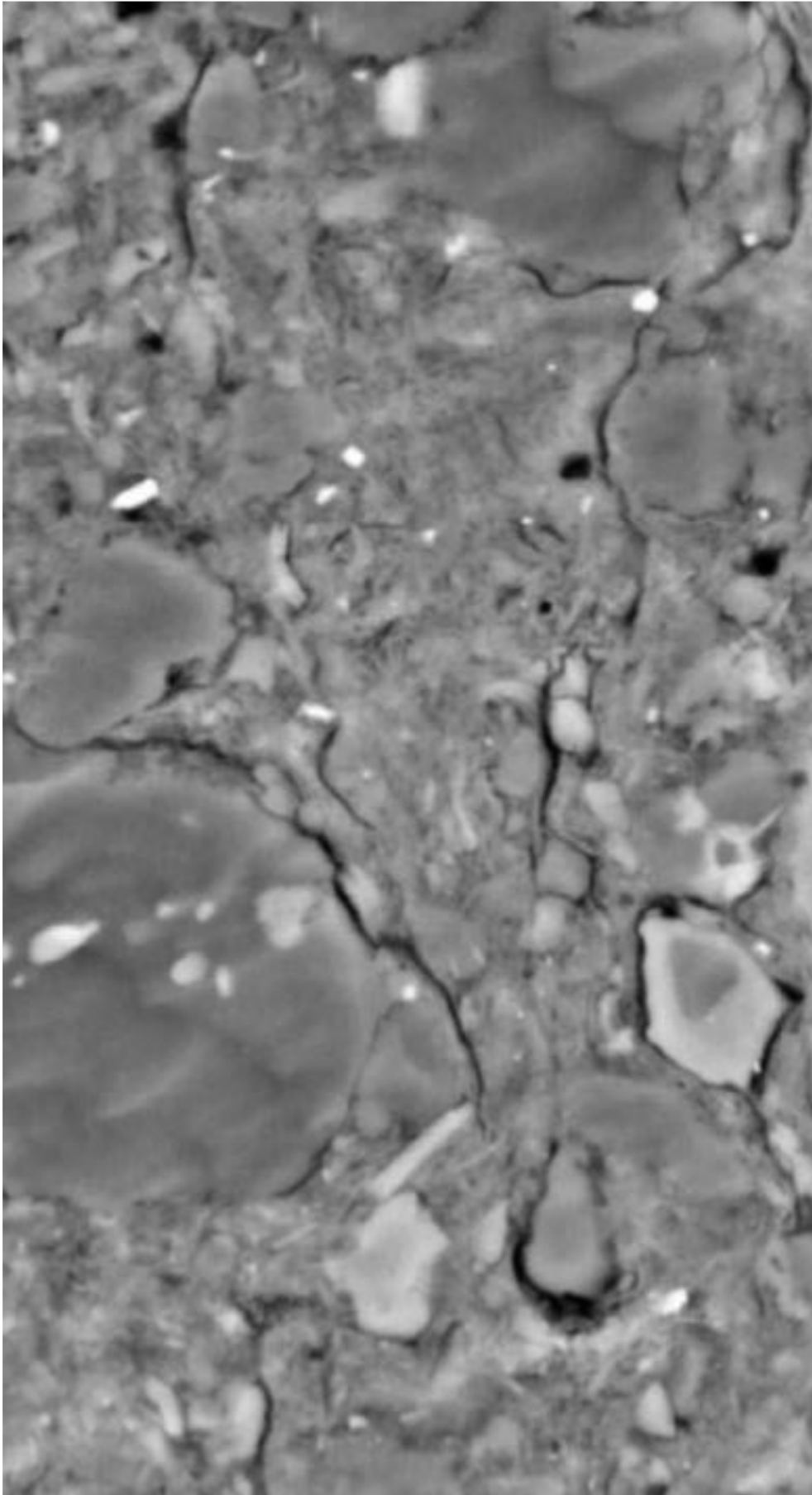
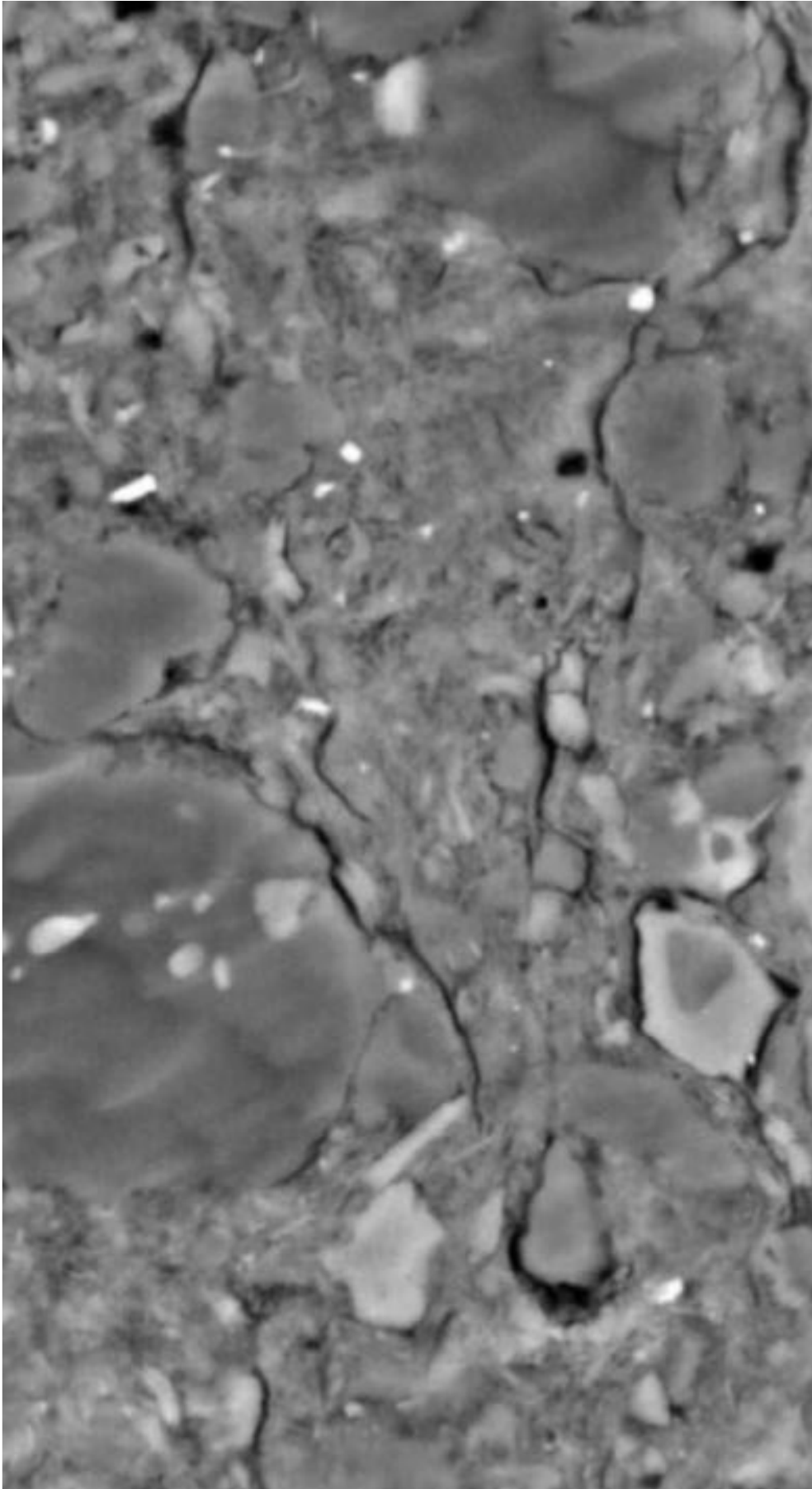


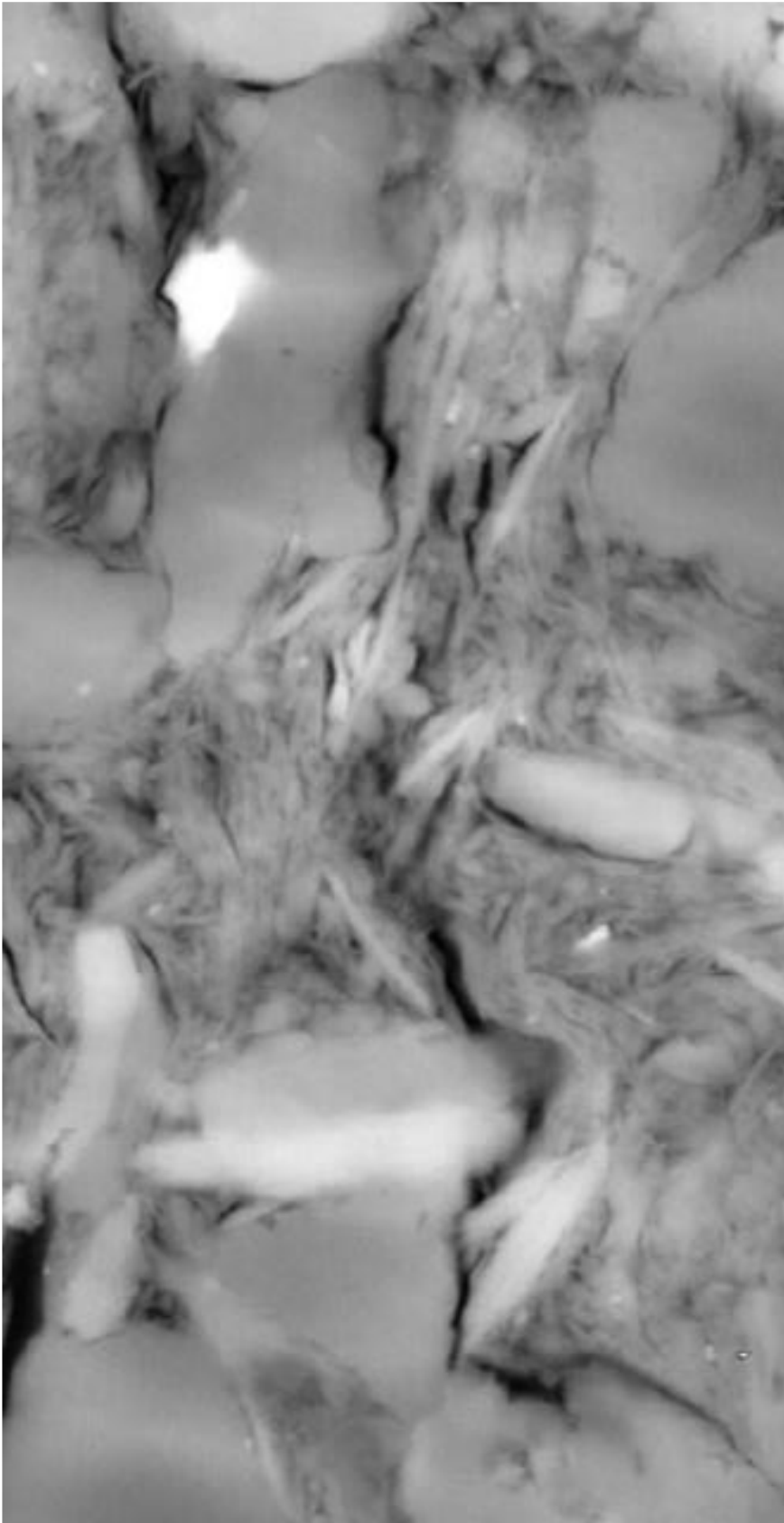
Figure 28c : Echantillon H11 (90°). Fermeture/Ouverture de fissures aux interfaces matrice - particules et dans la matrice, plus cisaillement.

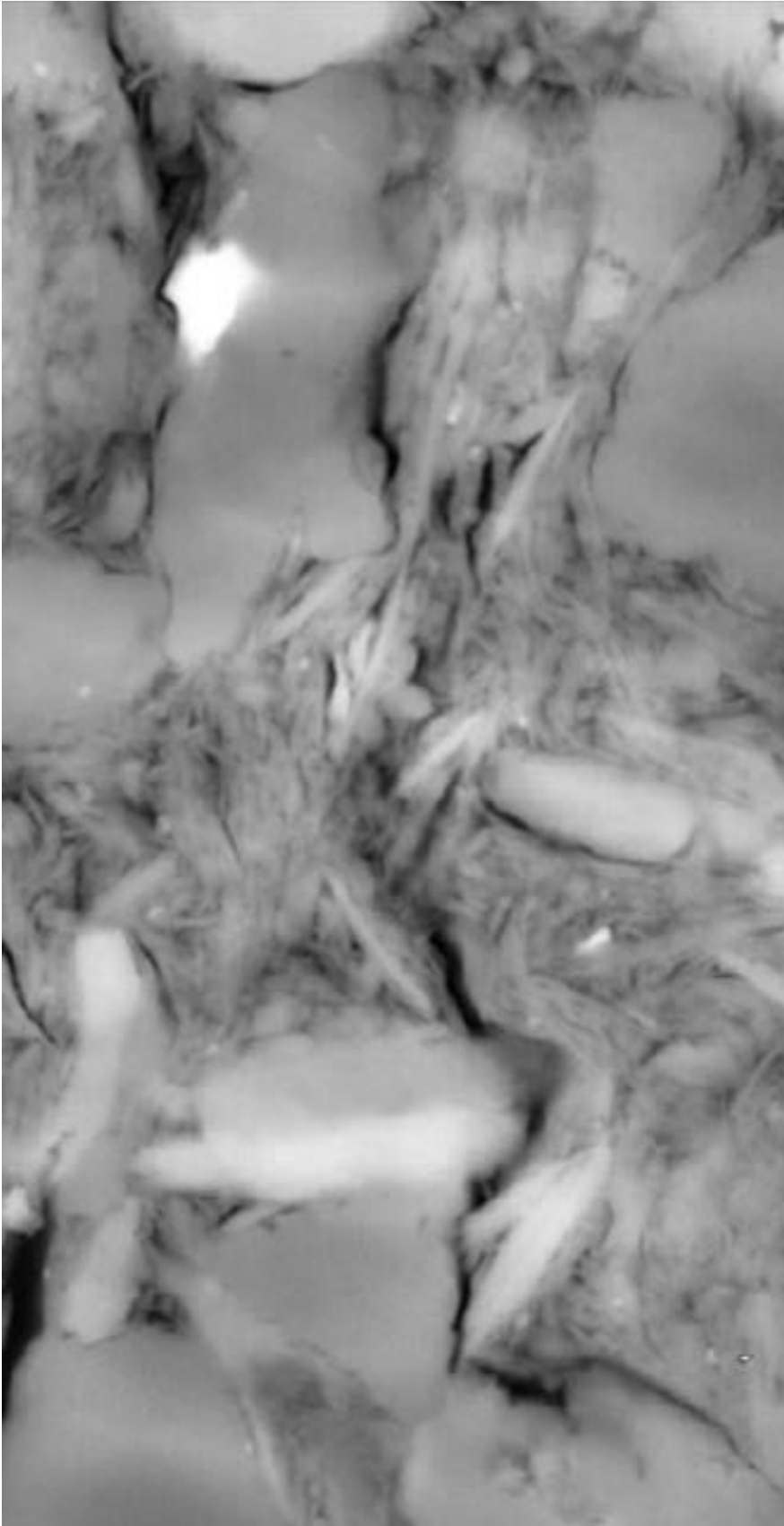












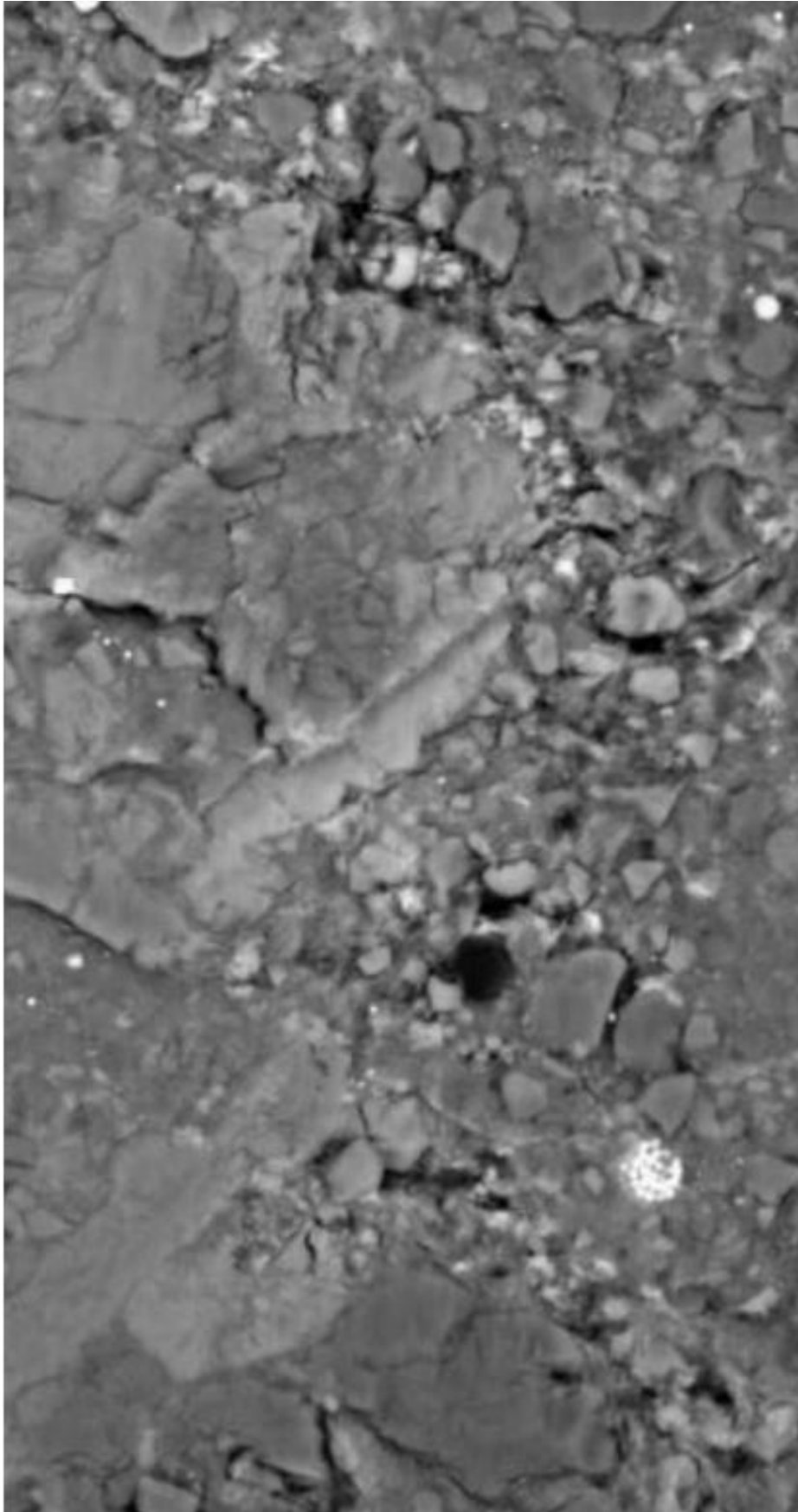


Figure 31 : Echantillon J16b (45°). Cisaillement dans une zone argileuse.

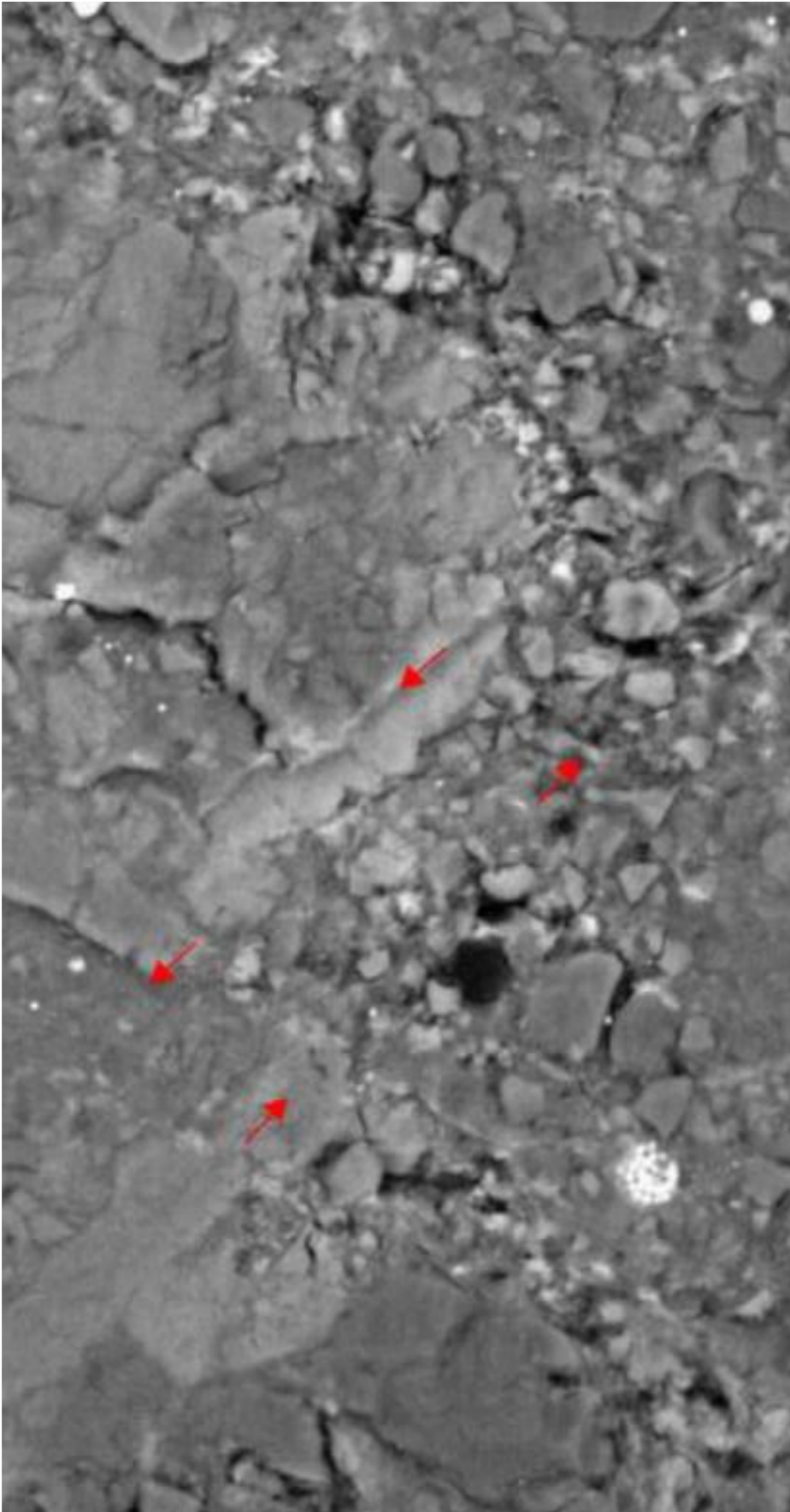


Figure 31 : Echantillon J16b (45°). Cisaillement dans une zone argileuse.

4.4 Discussion

La figure ci-dessous montre les échelles considérées lors des essais micromécaniques. La caractérisation par mesures de champs 3D (tomographie RX) concerne l'échelle globale pluri millimétriques. La caractérisation par champs 2D (MEB) couvre environ un mm² de la partie centrale, jusqu'à l'échelle du micromètre.

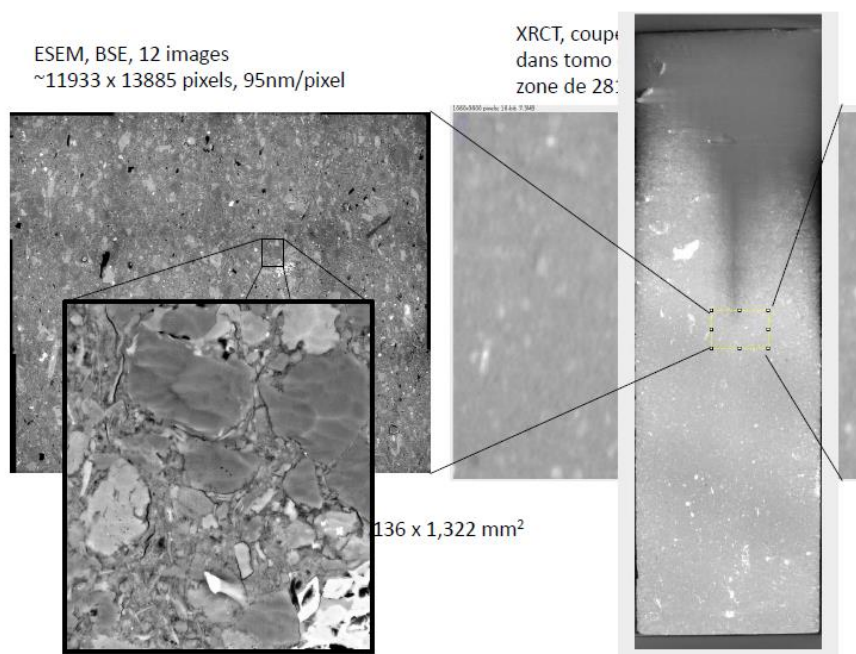


Fig. 32. Comparaison des échelles lors des essais micromécaniques MEB et microtomographie RX.

La caractérisation par mesures de champs locaux a permis de montrer que la déformation est essentiellement « homogène » à l'échelle du mm, si l'on ne tient pas compte des hétérogénéités de structure locale comme les variations des teneurs de particules détritiques ou de minéraux secondaires comme la pyrite. Celles-ci sont partiellement évitées lors de l'échantillonnage et la présélection en tomographie RX. Selon ces observations, la roche saine présente un VER de l'ordre du mm. Il est cependant clair que le VER sera beaucoup plus important en particulier dans l'EDZ, et en général en fonction des endommagements préexistants au sein du massif.

L'analyse des mesures de champs à l'échelle de la microstructure ($\ll 1$ mm) a permis de mettre en évidence les micro-mécanismes physiques qui régissent la déformation macro-homogène de la roche saine. Ces mécanismes sont du type de l'endommagement diffus. L'essentiel de la déformation opère par ouverture/fermeture et cisaillement au niveau de microfissures. Ces dernières apparaissent surtout aux interfaces entre les inclusions détritiques et la matrice argileuse. On peut parler de mécanisme de décohérence d'interface et d'activation de la discontinuité en fermeture, ouverture ou glissement selon l'état de contrainte local. Parfois la décohérence d'interface est préexistante. Mais, il est difficile de dire si elle est intrinsèque (naturelle), ou bien si elle est induite lors des phases de prélèvement dans le massif d'ouverture des cellules T1, de carottage, ou de préparation de surface. Parfois l'état de microfissuration à la surface est très prononcé, comme pour l'échantillon H11. Cet échantillon a subi une variation rapide d'humidité relative pendant les essais, suite à un problème technique (voir ci-dessus). L'étude de Linlin Wang (2013) avait déjà montré qu'une prise rapide d'humidité entraîne une microfissuration irréversible. Considérant la résistance de l'échantillon, cette fissuration n'est certainement pas généralisée en volume, mais elle peut fausser nos interprétations basées sur une observation surfacique. Il est également impossible de dire sur la base des observations 2D quelle proportion d'une interface est réellement concernée par la décohérence. Une caractérisation 3D serait nécessaire. Mais, à ce stade la résolution spatiale de la tomographie RX ne permet pas de répondre à cette question. Seule une reconstruction 3D destructive par abrasion ionique et imagerie MEB serait à même de fournir des éléments de réponse. C'est certainement une perspective pour la poursuite de ce type de travaux.

Des microfissures peuvent aussi apparaître au sein de la matrice argileuse. Mais, cette dernière présente essentiellement un comportement globalement continu. Elle peut notamment accommoder des cisaillements sans endommagement, par réarrangements et flexion des particules argileuses. Dans ce cas les mécanismes sont liés à la structure en feuillet de l'argile et leur capacité plastique, en mettant en jeu la

nano-porosité des agrégats de particules d'argile et les discontinuités au niveau des feuillets cristallins. On pourrait avancer que l'argilite a un comportement qui se rapproche de l'écoulement granulaire au sein d'un matériau composite comportant des particules rigides (inclusions détritiques) et des particules ductiles (agrégats de cristallites d'argile) qui accommodent la déformation en partie plastiquement et en partie par réarrangements locaux à la faveur de l'activation de discontinuités (microfissures).

5 – Mises en place de essais de fluage au laboratoire

5.1 Essais triaxiaux classiques

Des essais triaxiaux classiques en compression ont d'abord été réalisés afin de mettre en place le protocole des essais de fluage, évaluer la résistance à la rupture et comparer aux données uniaxiales obtenues en MEB et lors d'études similaires antérieures (Fig.33). Nous avons considéré les orientations de la stratification à 90°, 45° et 0° par rapport à l'axe de chargement. Les mesures sont réalisées par LVDT et par jauges de déformation collées à même l'éprouvette. Du fait du manque d'échantillons récents intègres au moment de la mise en place des essais, les échantillons testés en compression triaxiale sont issus des carottes anciennes EST30304 (2008) et EST28066 (2007), qui contiennent 4,3 et 5 % d'eau respectivement.

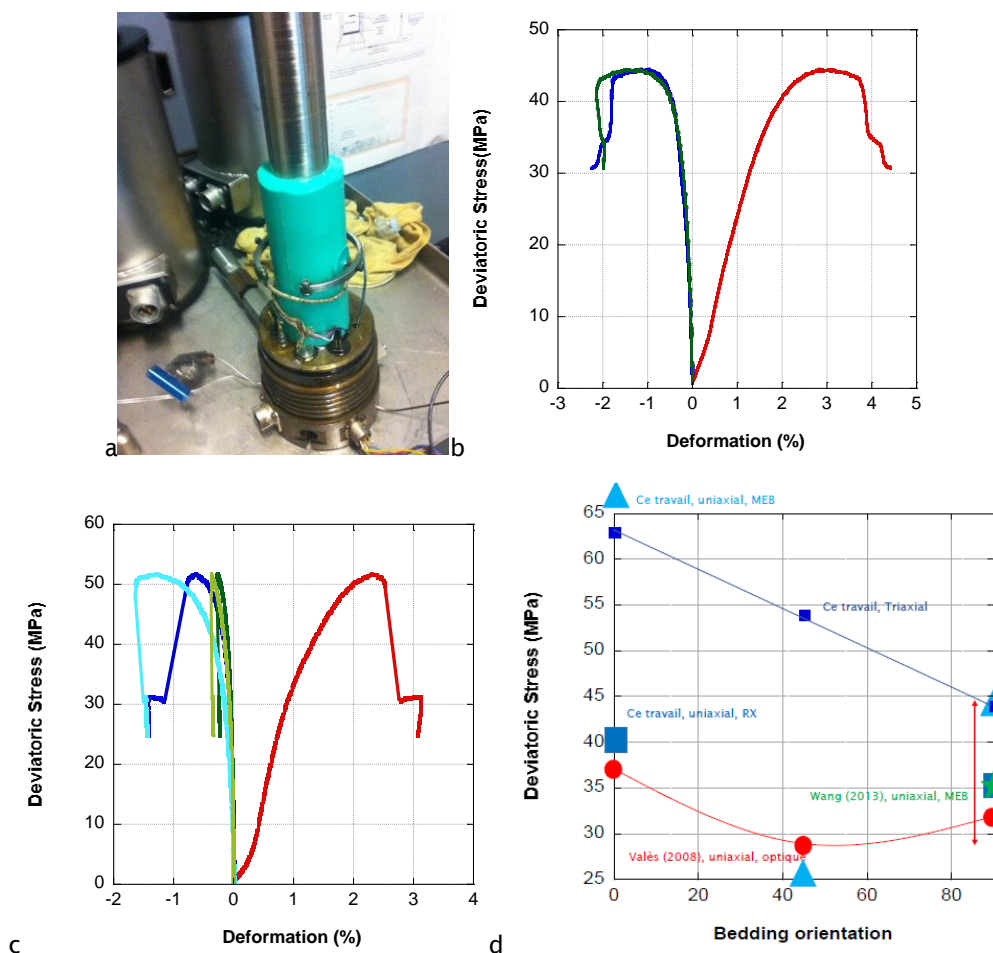


Figure 33 : a : Montage expérimental : jaquette polymère coulée, mesure radiale par cantilever et jauges locales collées, confinement 12 MPa. b et c : courbes contrainte-déformation (convention : compression positive). b : échantillon à 90° (le déviateur est perpendiculaire au litage), c : échantillon à 0° (le déviateur est parallèle au litage). Dans chaque figure, on représente en rouge la déformation axiale, en bleu la déformation radiale mesurée par le biais des extensomètres, en vert la déformation radiale mesurée avec des jauges. d : Contrainte déviatorique à la rupture en compression en fonction de l'angle entre le litage et l'axe de chargement. Points rouges : F. Vallès (2008), en chargement uniaxial et suivi CIN optique (Flèche rouge : variation en fonction du RH de 32 à 44 %). Petits carrés bleu foncé : nos données avec un confinement de 12MPa (éprouvette D de 2008 : EST30304, à 4,3 % d'eau). Gros carrés bleus : nos données en chargement uniaxial, avec suivi CIN RX. Triangles bleus : nos données en chargement uniaxial, suivi CIN MEB. Etoile verte : données de L. Wang (2013) en chargement uniaxial, suivi CIN MEB.

Les résultats en compression triaxiale sous 12 MPa de confinement (Fig. 33 ; petits carrés bleu foncé) correspondent à des échantillons issus d'éprouvettes datant de 2008 et 2007. Ces dernières sont partiellement désaturées et contiennent 4,3 et 5 % d'eau respectivement, ce qui explique les importantes résistances obtenues (entre 45 et 65 MPa). Les valeurs assez sont comparables à celles obtenues lors des essais de compression uniaxiale en MEB (sauf pour l'orientation à 45°), et ce pour des échantillons issus d'éprouvettes récentes (Fig. 33 ; triangles bleus clair), ce qui suggère une désaturation partielle lors des essais en MEB. Comme précisé dans le chapitre précédent, une microfissuration diffuse associée à des changements d'état hydrique ne présume pas d'une faible résistance du matériau. Au contraire, la résistance en compression augmente car la matrice argileuse perd de sa capacité d'accommodation ductile. On ne peut cependant conclure sur un même effet en conditions d'extension.

La Figure 33 montre qu'en général les résultats de résistance en compression uniaxiale sont cohérents, s'ils sont obtenus avec contrôle de RH. Les données issues de nos essais sous tomographie RX sont comparables à celles sous MEB (Linlin Wang, 2013) et sous microscopie optique (Valès, 2008). Dans le cas de compression sous tomographie RX, les échantillons sont protégés par une jaquette en polymère et maintenus en capsule fermée jusqu'au moment des essais. Dans les cas de Wang (2013), le contrôle de RH dans le MEB a pu être plus efficace, car réalisé avec un dispositif qui enferme entièrement l'échantillon dans une chambre refroidie. Le désavantage de cette dernière est de n'offrir qu'une petite fenêtre qui limite la zone d'observation. Enfin, les essais de Valès ont été réalisés sur des éprouvettes pluri-centimétriques, présentant une plus lente cinétique d'échanges hydriques, et maintenus dans une enceinte à humidité contrôlée par flux continu.

5.2 Essais de fluage en extension

5.2.1 Principe

Il est important de comprendre le comportement en fluage des argilites de Bure en extension, car ce type de conditions correspond aux abords des zones excavées. Cependant, les essais en extensions sont plus délicats à mettre en œuvre que les essais en compression. De façon générale il y a plus de risques de fuites, et notamment en cas d'intrusion de la jaquette entre les pistons et l'éprouvette. De plus, l'état de pré-endommagement des échantillons est d'autant plus critique. Enfin, il y a peu de données de ce type en référence.

Dans notre cas, les essais consistent en un chargement hydrostatique initial à 12 MPa (contrainte *in situ* du massif argileux à Bure). Par la suite sont appliqués trois paliers de fluage à contrainte axiale de 9, 6 et 3MPa, en conservant la pression radiale de 12MPa.

Les mesures des déformations sont réalisées par LVDT et par des jauges de déformation transversales et longitudinales placées sur l'éprouvette testée. Le capteur LVDT est à l'extérieur de la cellule. Il permet la mesure du déplacement axial et donc de la déformation longitudinale.

5.2.2 Protocole

À l'ouverture des cellules T1, les carottes sont scannées en tomographie RX (voir ci-dessus). Les éprouvettes sont carottées au diamètre 36 mm, au sein de zones identifiées comme saines de pré-endommagement. Puis, elles sont découpées et rectifiées à 72 mm de longueur à l'aide d'une surfaceuse équipée d'une meule diamantée plane. La planéité et le parallélisme des faces d'appui sont critiques pour les essais mécaniques. Néanmoins, nous avons constaté que le surfaçage est une des opérations les plus délicates et peut générer des pré-endommagements de l'argilite (voir en annexe). Les faces d'appui des échantillons sont collées sur les pistons à l'araldite.

Les éprouvettes sont ensuite scannées à la tomographie RX au laboratoire Navier. L'imagerie 3D a souvent mis en évidence la présence de microfissures dans les éprouvettes rectifiées. Les éprouvettes les moins pré-endommagées ont été sélectionnées. La procédure détaillée de sélection des carottes et des éprouvettes a été décrite précédemment dans la section tomographie (cf. ci-dessus), ainsi qu'en annexe. Le tableau suivant récapitule les essais réalisés.

Un essai test de faisabilité a d'abord été réalisé sur l'éprouvette E7 (90°). La pression de confinement a été fixée à 15 MPa et la charge axiale a été variée en trois paliers de 10, 5 et 2 MPa. Les résultats sont montrés ci-dessous. Sous 10 MPa de charge axiale, on atteint une vitesse de fluage en extension de l'ordre de 10-12 s⁻¹ en 16 jours. Le deuxième palier est appliqué pendant 15 jours. La rupture au troisième palier (charge axiale de 2 MPa) survient en moins d'une heure.

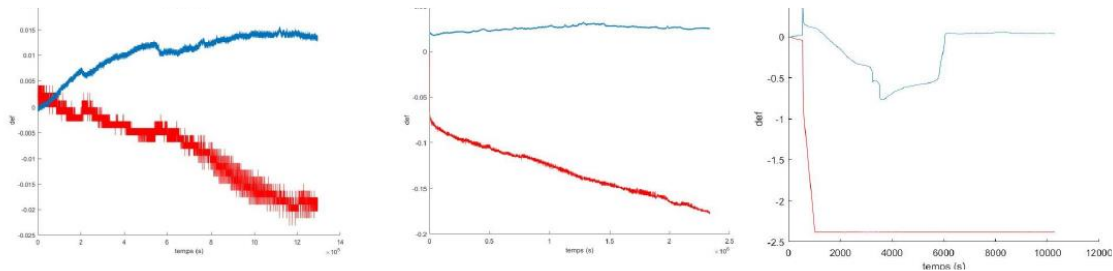


Figure 34 : Essai préliminaire de fluage en extension avec l'échantillon E7 (90°). La charge radiale est fixée à 15 MPa. La charge axiale est variée par paliers de 10, 5 et 2 MPa.

Ces données ne sont pas exploités d'avantage car la teneur en eau de l'échantillon a été mesurée à seulement 3 %. Cet état de désaturation explique probablement la rupture rapide pour une charge axiale de 2 MPa. On note par la suite $\sigma_{ax} = \sigma_1$ la charge axiale et $\sigma_c = \sigma_2 = \sigma_3$ la charge radiale.

Tableau 3: récapitulatif des essais de fluage en extension

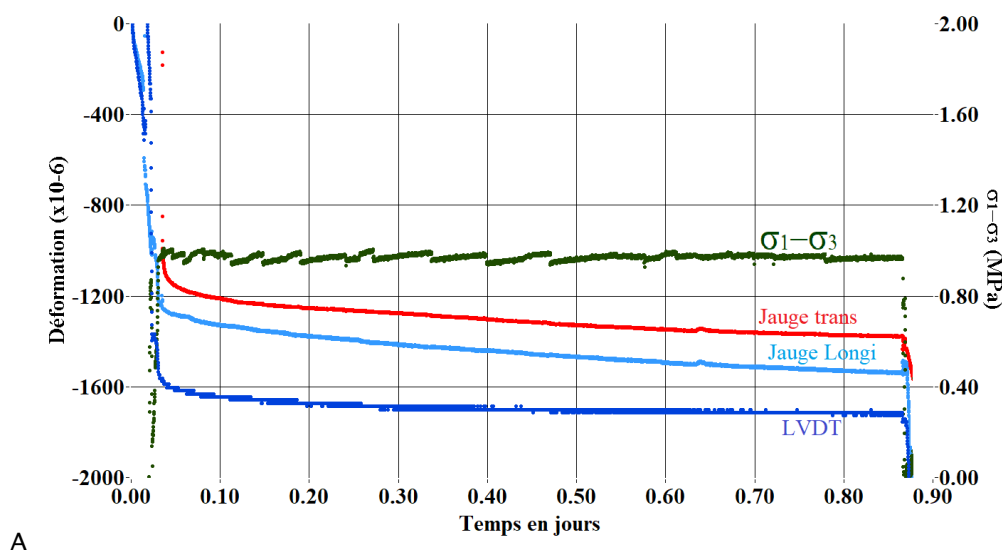
Eprouvettes	Cellule	W (%)	Orientation (°)	φ (mm)	L (mm)	Masse (g)	Masse volumique (g/cm ³)
C4	EST28066	5.0	90	35.76	72.35	174.64	2.40
K7	EST57899	6.3	90	36	67.9	167.85	2.43
K2	EST57899	6.3	45	35.87	79.14	194.31	2.43

Pour la réalisation des essais, l'éprouvette est d'abord équipée de jauges locales de déformations. Une jaquette en néoprène est coulée autour de l'éprouvette pour l'isoler de l'huile de confinement. Pour maintenir l'effort en extension l'éprouvette est collée aux interfaces avec les pistons avec une colle « Araldite ». L'éprouvette collée subit un chargement axial de 2 MPa et un confinement radial de 1 MPa pendant la phase de polymérisation de la colle (1 jour). Dans le tableau 3 il est présenté un bilan des essais.

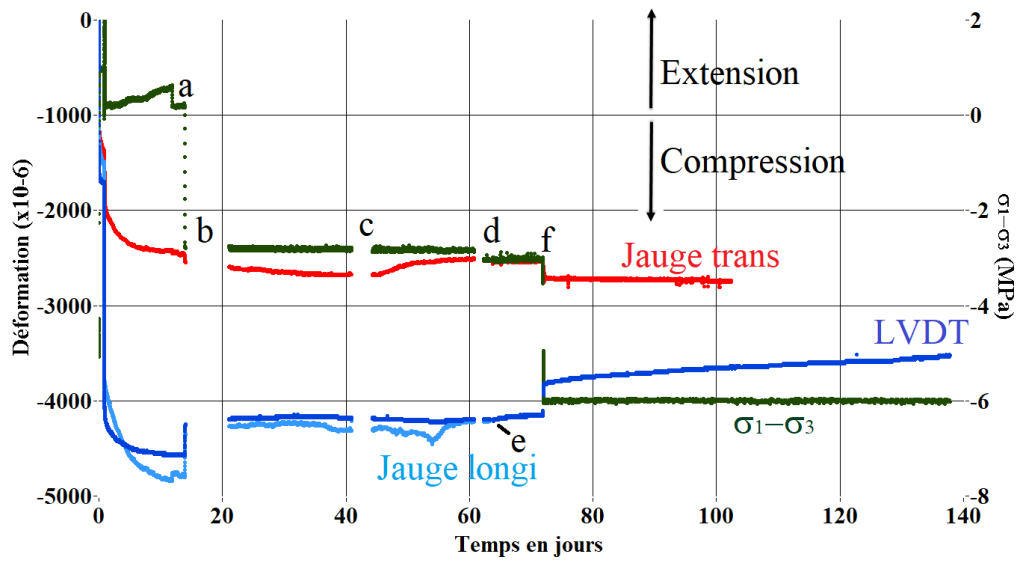
On peut noter que l'éprouvette C4 provient d'une cellule de 2007 (EST28066). Nous avons rencontré pendant plusieurs mois des difficultés à prélever des échantillons dans les carottes fournies, qui étaient en grande partie pré-fracturées (voir en début de rapport), ce qui nous a amenés à travailler avec cette ancienne carotte. Cette dernière a été partiellement dé-saturée, car sa teneur en eau (5%) est plus faible que la teneur en eau généralement mesurée dans les cellules récentes.

5.2.3 Résultats

5.2.3.1 Eprouvette C4-90° (carotte de 2007)



A



B

Figure 35 : Courbes de fluage de l'éprouvette C4 obtenues par LVDT et jauges locales. A : Déformations apparentes de C4 lors de la phase de polymérisation de la colle. B : courbe de chargement déviatorique. Légendes : a) Changement de charge ; b), c), d) Acquisition défectueuse et/ou coupure de courant (sans perte de contrôle du chargement) ; e) Perte de la jauge longitudinale ; f) changement de charge.

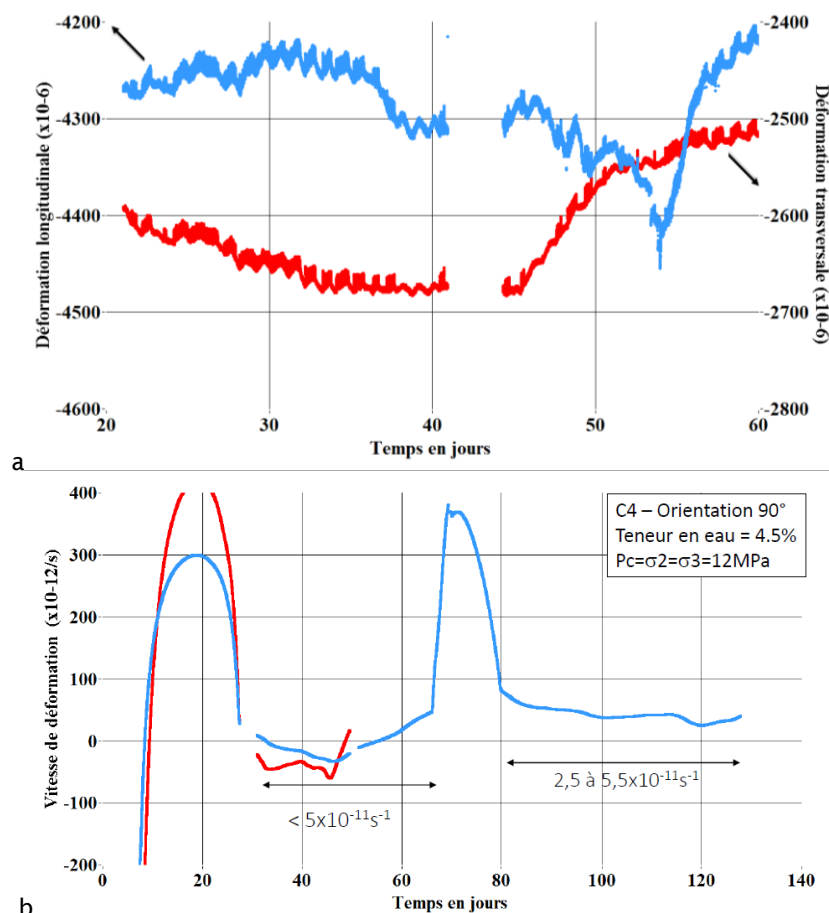


Figure 36 : a : Déformations C4 entre le jour 20 et le jour 60. En bleu mesure par la jauge longitudinale, en rouge mesure par la jauge transverse. b : Vitesse de déformation pour C4. En bleu calculée avec le LVDT en rouge calculée avec la jauge longitudinale.

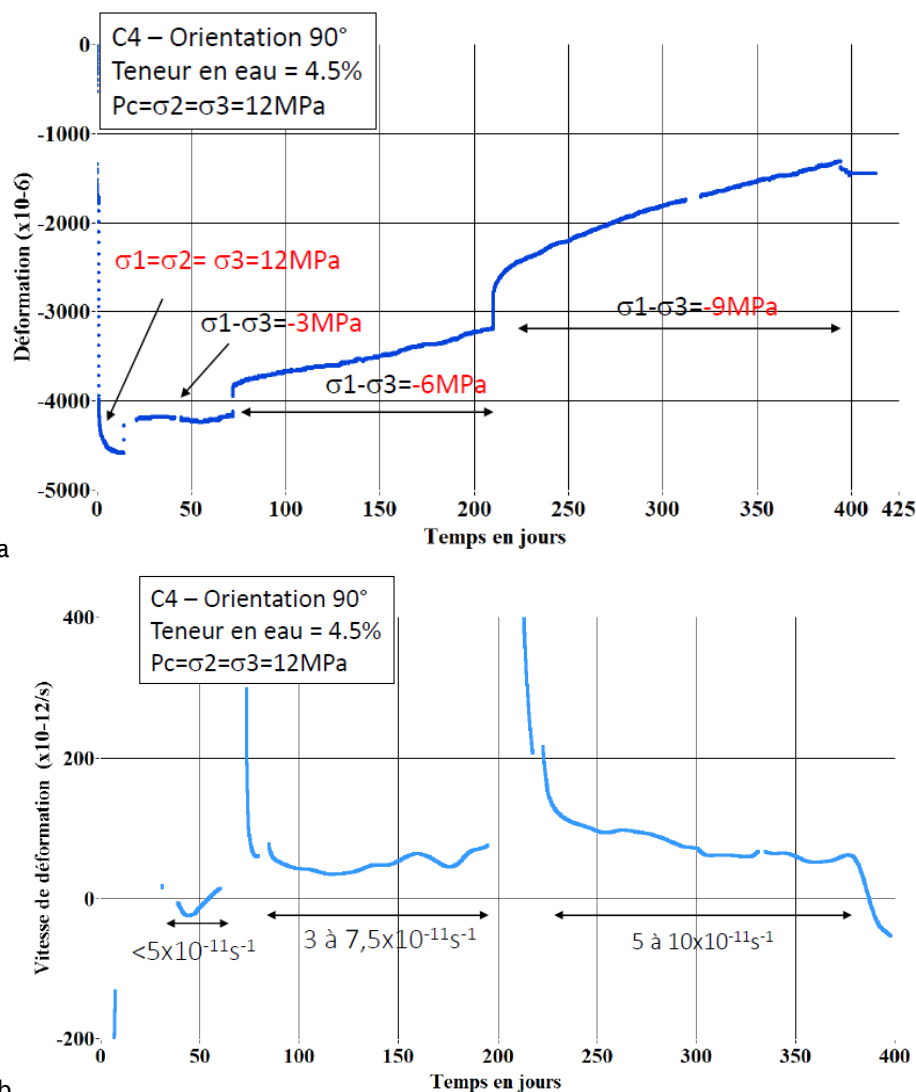


Figure 37 : a : Courbe de fluage complète de l'éprouvette C4 obtenue par LVDT. b: vitesses de fluage correspondant aux courbes en (a).

L'éprouvette C4 a subi d'abord un chargement avec un déviateur légèrement positif durant la journée de polymérisation de la colle ($\sigma_1 = 2 \text{ MPa}$, $\sigma_3 = 1 \text{ MPa}$). La déformation axiale accumulée lors de cette phase de polymérisation est de l'ordre de -16×10^{-4} (Fig. 34).

Des problèmes techniques ont entraîné l'arrêt de l'acquisition à plusieurs reprises, mais sans perte du contrôle de l'état de chargement. Les jauges longitudinale et transversale ont fonctionné 63 jours et 102 jours respectivement (Fig. 34 et 35).

Entre le jour 1 et le jour 14 a été appliqué un chargement hydrostatique ($\sigma_1 = \sigma_3 = 12 \text{ MPa}$). Pendant cette phase de serrage, qui est sensée fermer les microfissures, les déformations longitudinale et transversale se stabilisent à -45×10^{-4} et -25×10^{-4} .

Entre le jour 14 et le jour 72, est appliqué un palier de chargement avec un déviateur négatif ($\sigma_1 = 9 \text{ MPa}$, $\sigma_3 = 12 \text{ MPa}$). On observe d'abord une première phase de détente élastique du matériau. Jusqu'au jour 35 l'éprouvette se comporte comme attendu, c'est-à-dire en extension axiale. Du jour 33 au jour 54 l'éprouvette présente une phase en raccourcissement axial. Ce phénomène est enregistré aussi bien par les jauges que par le capteur LVDT (Figure 35 et 36). Cette phase reste inexpliquée, car la régulation thermique et la régulation des chargements sont stables et ne peuvent pas expliquer ce comportement. Du jour 54 au jour 72, l'éprouvette est de nouveau en extension, mais la durée est trop courte pour atteindre une vitesse de fluage stationnaire. Cette dernière augmente de façon monotone et atteint $3 \times 10^{-11} / \text{s}$ en fin de palier. On peut considérer qu'elle est surestimée.

Les vitesses de fluage sont calculées à partir des mesures par LVDT. La fin du premier palier concentre une zone de 18 jours en extension. Une fenêtre glissante de 20 jours est utilisée pour le calcul. Le LVDT ayant une résolution de $0.1 \text{ } \mu\text{m}$, la résolution de la vitesse de déformation sur 20 jours pour un échantillon de longueur 70 mm est d'environ $8 \times 10^{-13} / \text{s}$.

Au jour 72 un deuxième palier de chargement est appliqué ($\sigma_1 = 6$ MPa, $\sigma_3 = 12$ MPa). Durant cette phase, et selon la mesure du capteur LVDT (seul à rester opérationnel), l'éprouvette continue d'être en extension axiale.

Les modules élastiques mesurés lors des chargements des jours 14 et 72 avec le LVDT sont respectivement de 10.6 GPa et 10 GPa. Avec la jauge longitudinale, le module élastique est de 7.7 GPa pour le jour 14 (la jauge est défectueuse au jour 72). La vitesse de fluage n'est pas stationnaire.

En fin du premier palier de chargement, la vitesse n'est pas stabilisée (Fig. 36, 37). Entre le jour 54 et la fin du palier (jour 72) elle augmente jusqu'à 4×10^{-11} /s, avec une valeur moyenne de $1,5 \times 10^{-11}$ /s pendant cette phase d'extension.

Elle est de 4×10^{-11} /s en fin de deuxième palier (Tableau 4). Durant le premier palier, la vitesse de déformation calculée avec la jauge est supérieure à la vitesse calculée avec le LVDT que ce soit en raccourcissement ou en extension. La phase transitoire inexpliquée de contraction axiale du jour 33 au jour 54 est en compétition avec le fluage en extension, ce qui entraîne l'impossibilité de déduire une vitesse de fluage fiable. La deuxième étape de chargement présente une vitesse de fluage relativement stable. Au-delà du jour 100, la vitesse fluctue peu et reste comprise entre 3×10^{-11} /s et 5×10^{-11} /s.

5.2.3.2 Eprouvette K7-90°

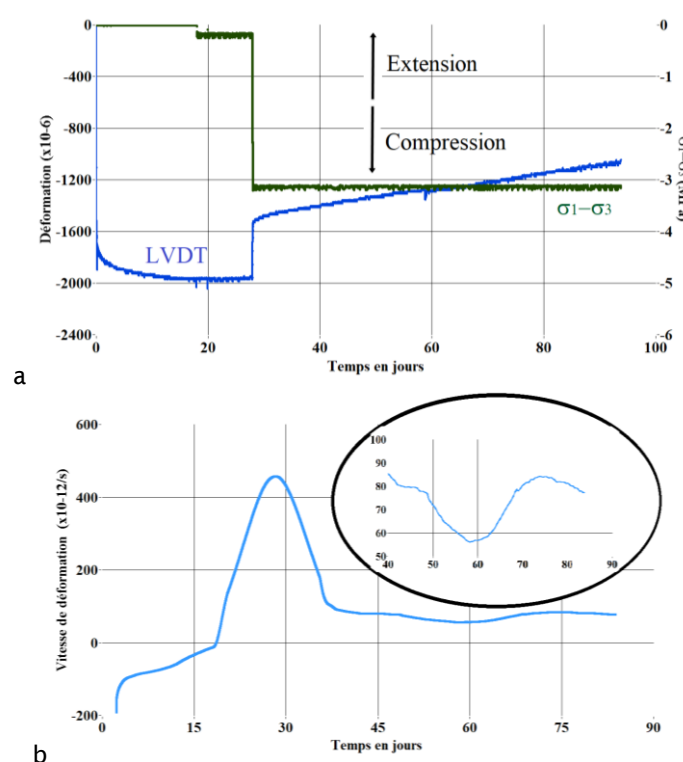


Figure 38A : a : Début de courbe de fluage de l'éprouvette K7. b : vitesse de fluage avec agrandissement sur la période entre les jours 40 et 85. La vitesse oscille entre $5,5$ et $8,5 \times 10^{-11}$ /s.

Sur cet essai, les données de déformation et de chargement n'ont pas été acquises durant la phase de polymérisation de la colle. Les jauges de déformations sont hors-services dès le cinquième jour d'essai. Du jour 0 au jour 28, un chargement hydrostatique est appliqué ($\sigma_1 = \sigma_3 = 12$ MPa). Dans cette phase, la déformation longitudinale se stabilise autour de -20×10^{-6} .

Entre le jour 28 et le jour 94, un palier de chargement avec un déviateur négatif est appliqué à l'éprouvette ($\sigma_1 = 9$ MPa, $\sigma_3 = 12$ MPa). Le module élastique mesuré lors du chargement du 28 avec le LVDT est de 7.5 GPa. La vitesse de fluage est relativement stable. Elle fluctue entre $5,5 \times 10^{-11}$ /s et $8,5 \times 10^{-11}$ /s. Au jour 84 elle est de 8×10^{-11} /s.

L'essai se poursuit sur environ un an, avec deux paliers de chargement. La vitesse de fluage du premier palier baisse progressivement en fluctuant entre des valeurs de $8,3 \times 10^{-11}$ /s et 3×10^{-11} /s. Elle est quasiment stationnaire entre les jours 200 et 300 (Fig. 38B). Le deuxième palier ($\sigma_1 = 9$ MPa, $\sigma_3 = 12$ MPa) ne dure qu'environ un mois, avec une vitesse de l'ordre de 3×10^{-11} /s. Il est difficile à estimer si elle correspond à un fluage stationnaire, du fait de la faible durée du palier. Si on se réfère aux premiers 20 jours de fluage du deuxième palier de l'échantillon K2 (Fig. 39), la vitesse de fluage est le double de celle enregistrée pendant les 80 jours suivants. Il est donc probable qu'elle soit surévaluée.

La teneur en eau mesurée en fin d'essai et après scan RX est de 6,3 % en poids.

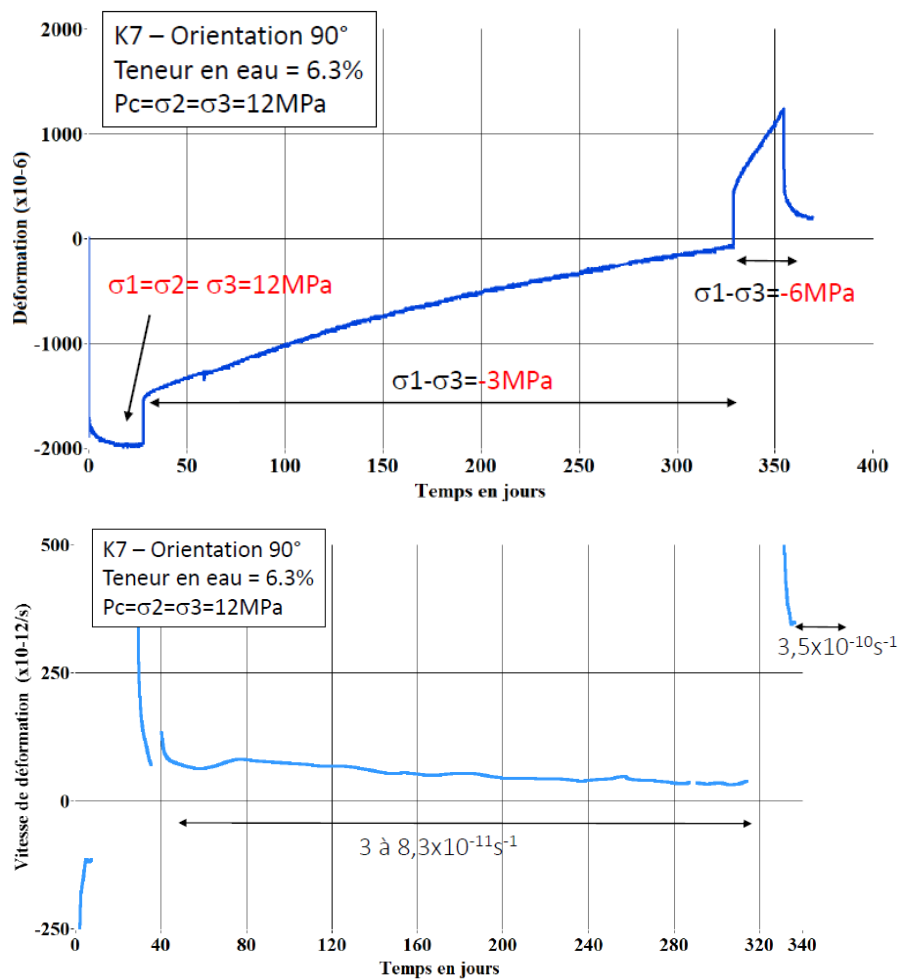


Figure 38B : a : Courbe de fluage complète de l'éprouvette K7 avec trois paliers de chargement

5.2.3.3 Eprouvette K2-45°

L'essai K2 dure près d'un an, avec deux paliers de chargement déviatorique. La déformation axiale est enregistrée par LVDT et par jauges de déformation locale. Comme dans les essais précédents, une première phase hydrostatique est appliquée ($\sigma_1 = \sigma_3 = 12$ MPa). La figure 39 montre pendant cette phase un comportement en compaction axiale pendant 30 jours, ce qui indique la fermeture de microfissures préexistantes (serrage).

Le premier palier de chargement correspond à une contrainte axiale $\sigma_1 = 9$ MPa ($\sigma_3 = 12$ MPa). La vitesse de fluage est quasiment stationnaire à partir du jour 70. Elle fluctue entre $2,2 \times 10^{-11}$ /s et $2,9 \times 10^{-10}$ /s pour la mesure par LVDT, et entre 2×10^{-11} /s et 12×10^{-11} /s pour la mesure par jauge longitudinale. Au jour 84 elle est de 8×10^{-11} /s (Fig. 39).

Le deuxième palier de chargement correspond à une contrainte axiale $\sigma_1 = 6$ MPa ($\sigma_3 = 12$ MPa). La vitesse de fluage est relativement stable à partir du jour 180 jusqu'au jour 270, avec des valeurs comprises entre 3×10^{-11} /s et $4,5 \times 10^{-10}$ /s pour la mesure LVDT et $0,5 \times 10^{-11}$ /s et 6×10^{-11} /s pour la mesure par jauge longitudinale. Il est à noter un écart important et constant d'environ un facteur dix entre les valeurs des vitesses de fluage locales et globales, mais aussi une bonne correspondance des variations relatives entre les deux types de mesures. En fin de deuxième palier, au-delà du jour 280, on constate une très forte augmentation de la vitesse de fluage enregistrée par la LVDT. Cela indique un régime de fluage tertiaire, avec coalescence d'endommagement. Mais, ce dernier n'est pas mesuré par la jauge locale. Les images en tomographie RX post essai montrent clairement les formations de macro-fissures (Fig. 39B). Mais, ces dernières se forment en dehors de la zone centrale qui est couverte par la jauge longitudinale, ce qui explique que le fluage tertiaire est enregistré par la seule mesure LVDT.

La teneur en eau mesurée en fin d'essai et après scan RX est de 6,3 % en poids. Les valeurs des vitesses de fluage en extension des trois échantillons sont résumées dans le tableau 4. Le fluage est considérablement plus rapide pour l'orientation à 45°, surtout à faible déviateur.

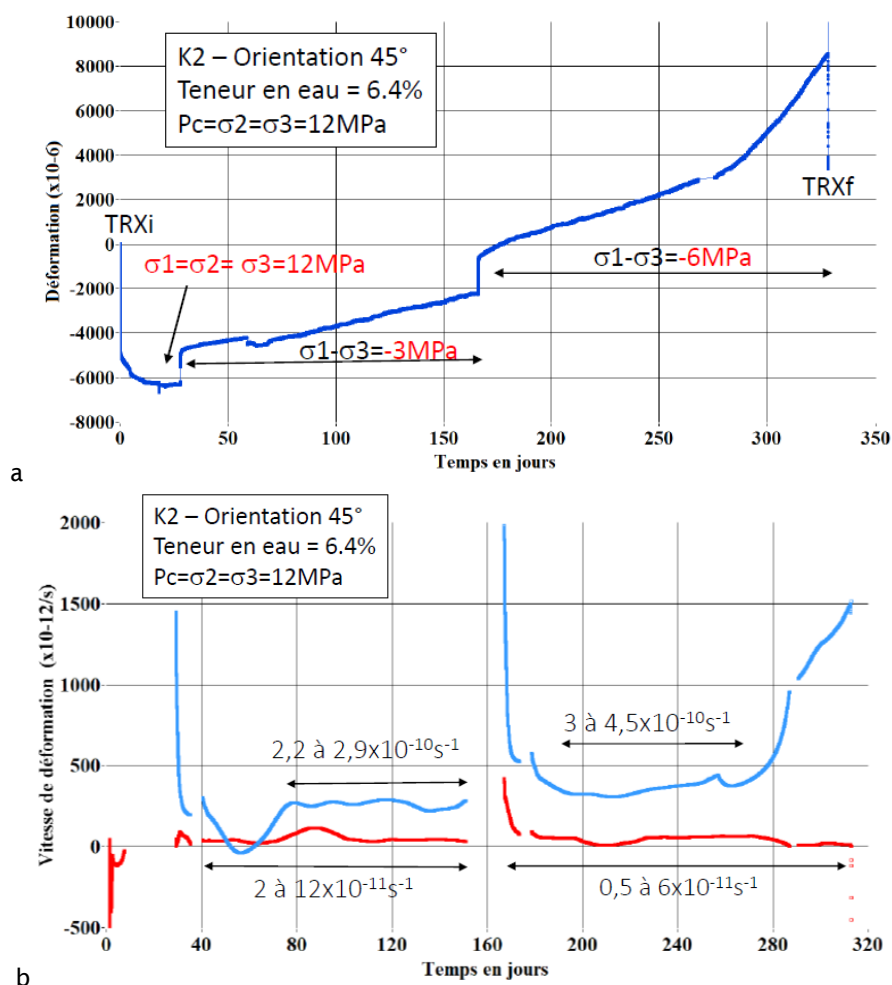


Figure 39 : Courbes de fluage (a) et vitesses de fluage (b) de l'éprouvette K2 (45°). On observe une accélération marquée de la déformation au dernier tiers du deuxième palier, indiquant un fluage en régime tertiaire.

Tableau 4 : Vitesses de fluage de C4, K2 et K7

	$\sigma_1 - \sigma_3$ (MPa)	$d\varepsilon/dt$ ($\times 10^{-11}/s$)
C4 1 ^{er} palier	-3	< 4
C4 2 ^{ème} palier	-6	3,5 à 7,5
C4 3 ^{ème} palier	-9	5 à 10
K7(90°, 6,3% eau) 1 ^{er} palier	-3	3 à 8,3
K7 2 ^{ème} palier	-6	30
K2 (45°, 6,4% eau) 1 ^{er} palier	-3	LVDT : 22 à 29 Jauge : 2 à 12
K2 2 ^{ème} palier	-6	LVDT : 30 à 45 Jauge : 0,5 à 6

5.2.4. Imagerie en tomographie RX

La tomographie RX avant et après essai permet de visualiser la localisation de l'endommagement et de mieux interpréter les courbes de fluage.

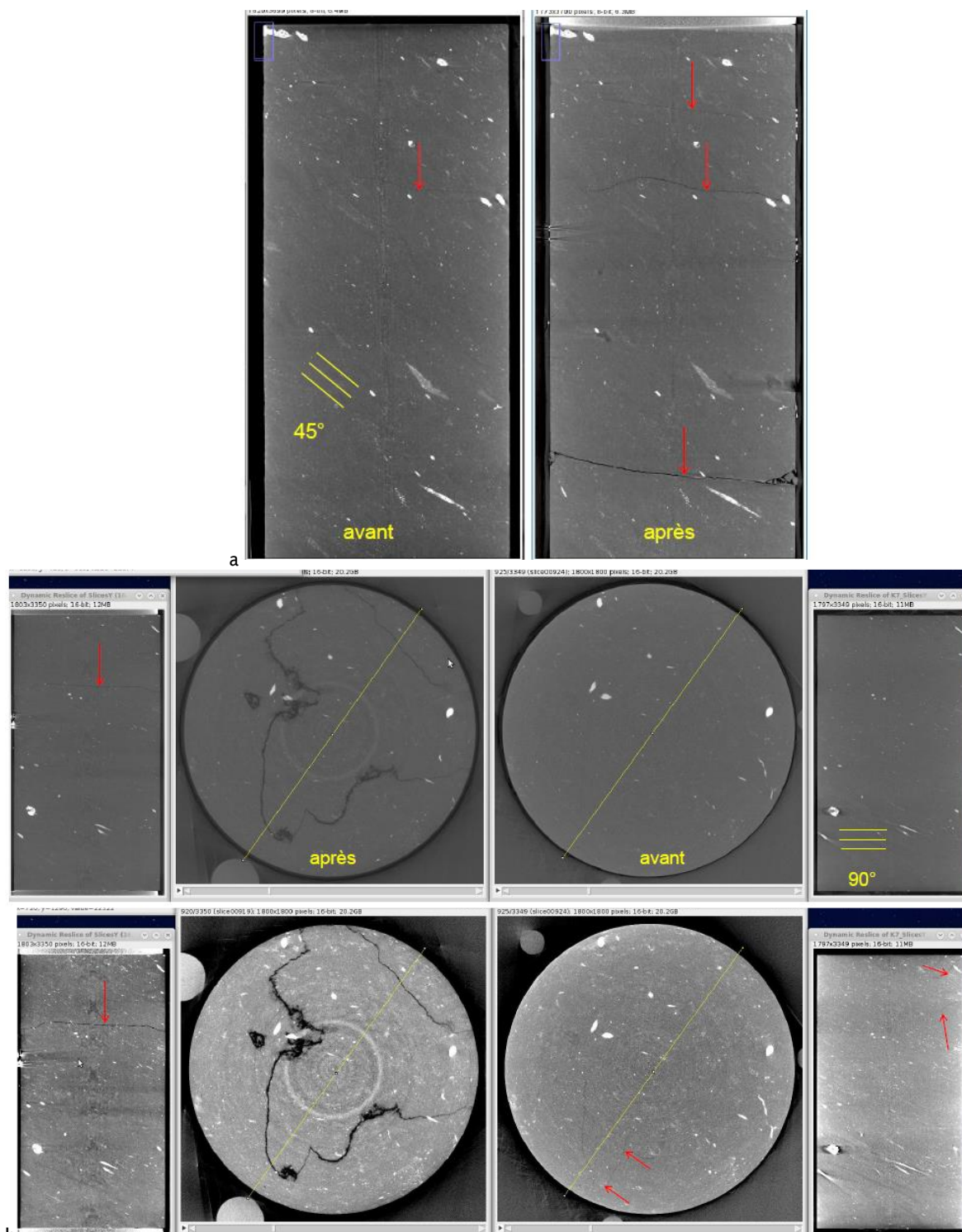


Fig. 39B : a : Imagerie en tomographie RX avant (24 mai 2018) – après (26 avril 2019) de l'éprouvette K2 (45°). 1700x1700x3600 voxels, résolution 22 μ m. Mesure de la teneur en eau le 30 avril 2019. La fracturation finale s'initie parfois sur des microfissures préexistantes. b : Imagerie en tomographie RX avant (24 mai 2018) – après (7 juin 2019) de l'éprouvette K7. L'imagerie en tomographie RX réalisée avant et après essai montre que la macro-fracturation finale de l'échantillon (flèche rouge sur image de gauche) s'est propagée à partir de microfissures préexistantes (flèches rouges sur images de droite). Cependant, certaines microfissures secondaires se sont refermées.

6 -Fluage longue durée sous faible charge

6.1 Protocole

Un dispositif expérimental original de fluage à faible charge a été développé par le LMS. Il s'agit d'appliquer une faible charge mécanique de l'ordre de la dizaine de kilogrammes sur une éprouvette de diamètre de quelques centimètres à l'aide d'un étrier et de charges mortes. Le chargement est uniaxial.

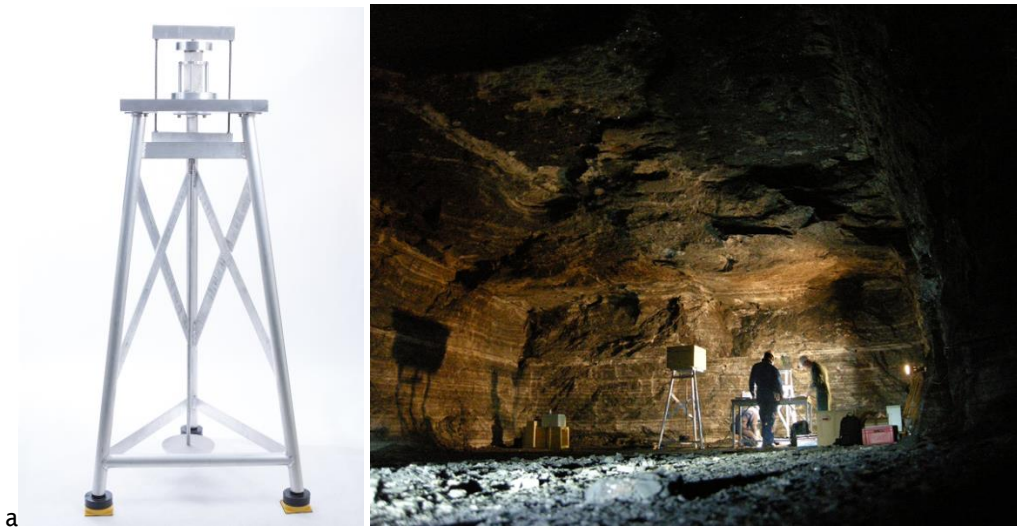


Figure 40 : a : Photo d'un bâti d'expérimentation de fluage faible charge (Jérémy Barande - Ecole Polytechnique). b : Galerie Cauroybis dans la mine de Varangéville (Photo Cédric Lheur- CSME)

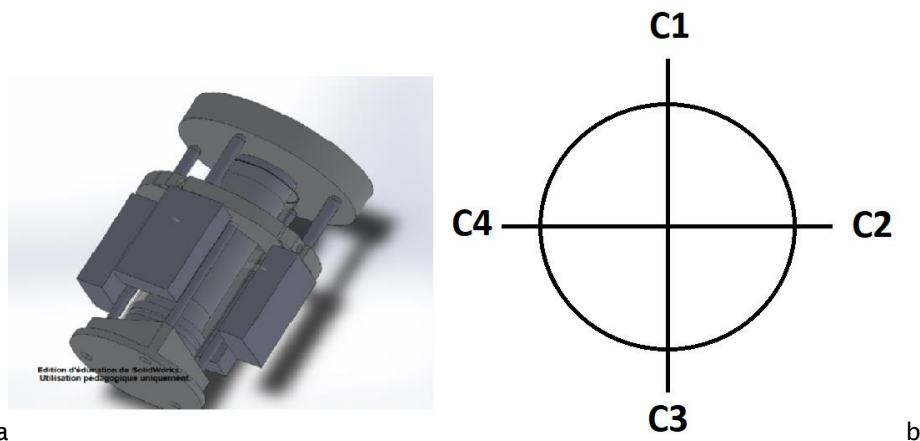


Figure 41 : a : vue 3D du montage. b : Disposition 2D des capteurs de déplacement (C1,C2,C3 et C4) autour de l'éprouvette schématisée par un cercle noir

La mesure de la déformation de l'échantillon se fait à l'aide de quatre capteurs de déplacement de marque Solarton Ametek disposés autour de l'éprouvette d'essai (Fig. 41). Ces capteurs optiques présentent une résolution de 12.5 nanomètres. Pour une éprouvette de 70 mm, la vitesse de fluage sur 10 jours correspond à $2 \cdot 10^{-13}$ /s. Ils sont positionnés selon deux axes perpendiculaires et à équidistance du centre de l'éprouvette (Fig. 41).

Les effets thermiques sont à prendre en considération pour la réalisation de ce type d'essai. Une variation de 1°C sur une période de 30 jours va engendrer une déformation de $1,25 \cdot 10^{-5}$ (si l'on admet un coefficient de dilatation de $1,25 \cdot 10^{-5}/^\circ\text{C}$ pour l'argilite du COX) soit une vitesse de $2 \cdot 10^{-11}$ /s. Cette vitesse parasite sera autant voire plus grande que les vitesses de l'ordre du 10^{-12} /s escomptées.

Pour s'affranchir des effets thermiques, le dispositif est installé dans une galerie borgne de la mine de sel de Varangéville (creusée à 160 m de profondeur), qui appartient à la Compagnie des Salins du Midi et de l'Est (CSME) (Fig. 40). Les variations thermiques y sont de l'ordre du centième de degré.

Sur le relevé de température dans la mine de Varangéville (Fig. 42), il y a une tendance claire entre le jour 90 et le jour 140. Il est observé une augmentation de 0.01 degré Celsius ce qui équivaut à une vitesse apparente due à la perturbation thermique de l'ordre de 3×10^{-14} /s sur la période de 50 jours.

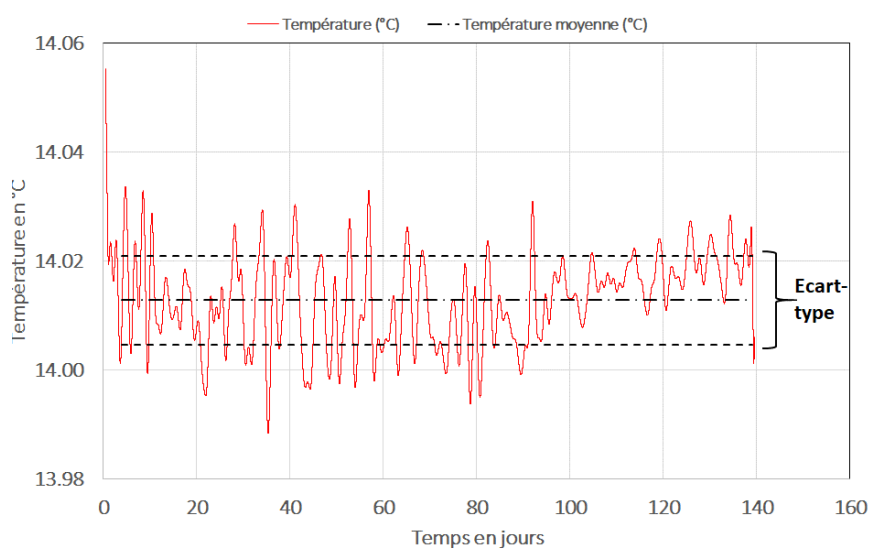


Figure 42 : Température dans la mine de Varangéville à partir du 07 février 2018.

Pour s'affranchir de l'influence de l'humidité relative, l'échantillon est placé dans une jaquette en néoprène. Un premier dispositif consistait à serrer la jaquette sur l'échantillon grâce aux supports de forme conique disposés autour de l'échantillon (Fig. 43). Cette ensemble était ensuite entouré par un tube permettant d'introduire un film d'huile. Ce dispositif n'ayant pas apporté entière satisfaction lors de la première campagne d'essai sera modifié par la suite. Le nouveau dispositif se compose toujours de la jaquette autour de l'échantillon. Les supports coniques ont été remplacé par des supports cylindriques. La jaquette est serrée à la base avec des colliers rilsan et laissée libre en haut. On dispose un film de graisse à vide sur la partie laissée libre afin d'éviter toute pénétration d'humidité.

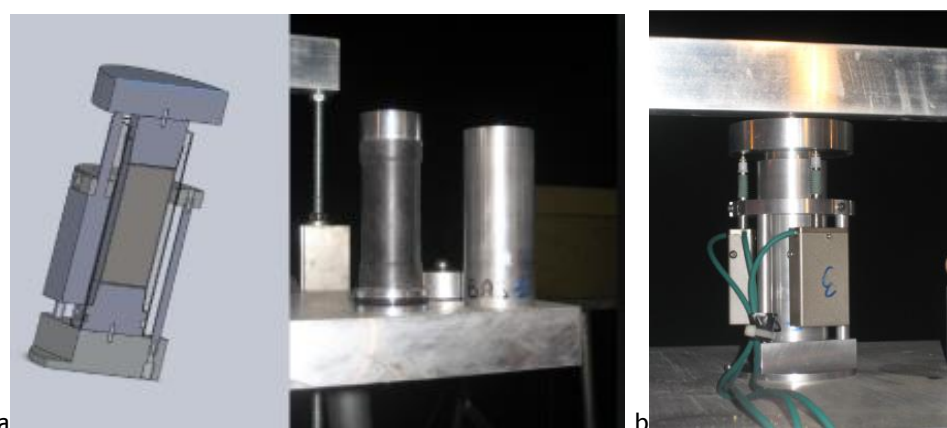


Figure 43 : Dispositif d'isolement étanche d'une éprouvette lors d'un essai de fluage longue durée d'argilite en mine. a : à gauche dessin de coupe du design de tête de chargement, avec l'éprouvette à jaquette étanche entre les talons de compression. A droite : montage de l'échantillon et talons dans la jaquette. b : montage final sur le plateau de chargement du bâti.

Dans le tableau 5, nous présentons les caractéristiques des éprouvettes testées dans la mine. Les échantillons sélectionnés ont des orientations de 90° et 45° et proviennent de cellules qui présentaient au moment du forage un état de saturation autour de 6 % et une masse volumique d'environ 2.4 g/cm³. Ces échantillons ont été préalablement scannés à la tomographie RX.

Les éprouvettes I1 et F1 ont été soumis à une charge hydrostatique de 5 MPa pendant 8 jours avant leur mise en place dans la mine. Une seconde tomographie a été réalisée entre cette phase hydrostatique et la mise en place dans la mine. Le chargement hydrostatique a permis de constater des fermetures partielles

ou complètes des fissures présentes dans les échantillons I1 et F1 (Fig. 44). Une quantification sur quelques fissures partiellement fermées montrent une fermeture de l'ordre de 50 %.

Tableau 5 : Caractéristiques physiques des éprouvettes testées dans la mine

Eprouvettes	Cellule	W (%)	Orientation (°)	ϕ (mm)	L (mm)	Masse (g)	Masse/volume (g/cm ³)
I1	EST56044	6.2	45	35.88	72.45	178.9	2.44
F1	EST55518	6.0	90	35.83	64.45	158.4	2.44
K1	EST57899	6.3	45	36.01	80.54	198.33	2.42
L1	EST55518	6.8	90	35.81	76.29	185.43	2.41

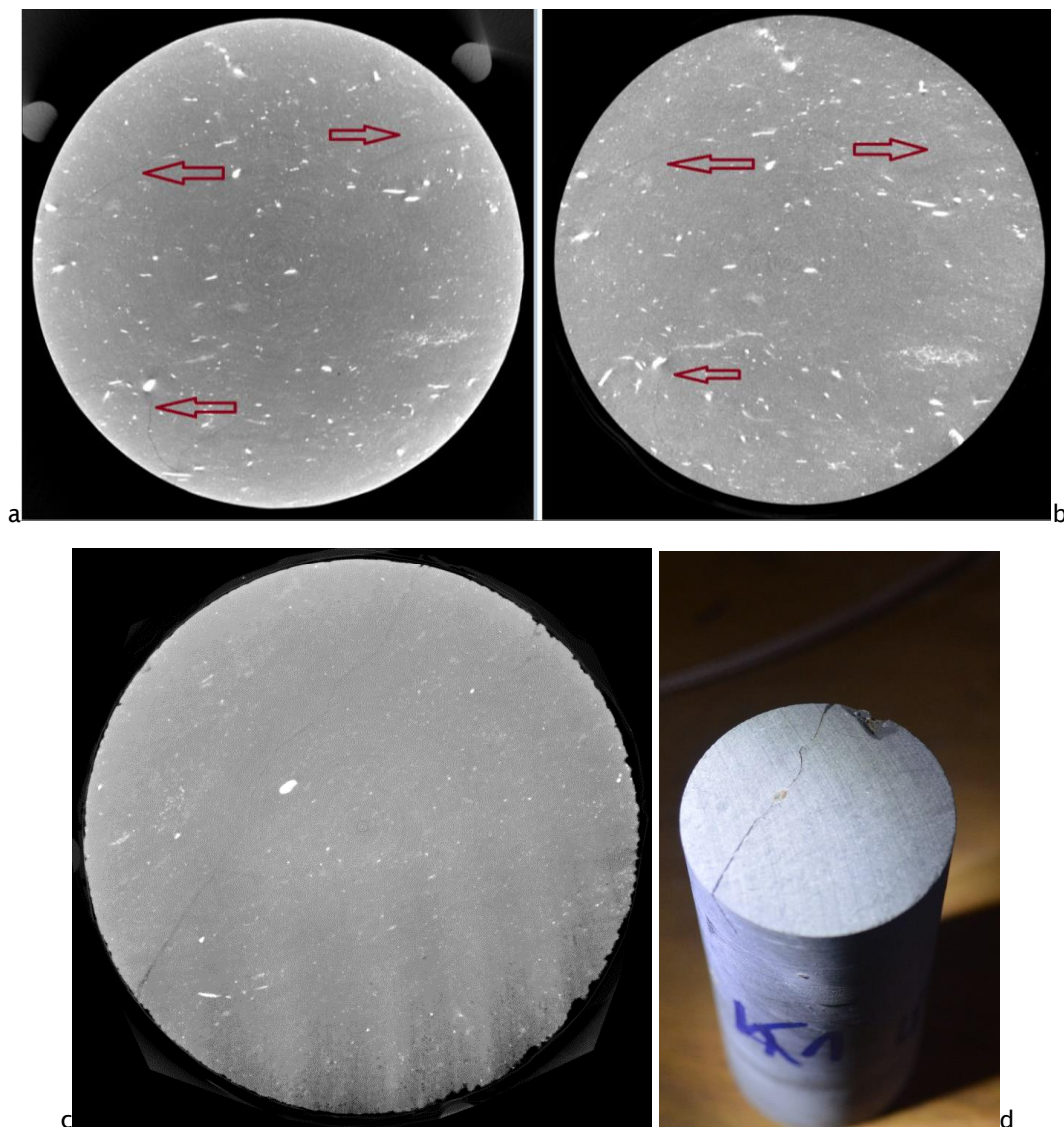


Figure 44 : a et b : Tomographie RX sur l'échantillon I1 (Taille du voxel = 22 μ m). a : avant confinement, b : après confinement hydrostatique, on constate la fermetures partielle ou totales de certaines fissures. c : Scan RX le 8 juin 2018 de l'éprouvette K1 (voxel 22 μ m). d : Photo de l'éprouvette au moment de l'installation dans la mine le 28 juin 2018.

K1 et L1 n'ont pas subi de confinement hydrostatique avant le début du fluage. K1 présente des fissures, dont au moins celle qui débouche à la surface libre a subi une ouverture importante avant installation dans la mine (Fig. 44).

L1 a été préparé selon un nouveau protocole permettant de limiter les fissures lors de la phase agressive de carottage et de polissage. Ce protocole sera détaillé dans le prochain rapport. K1 présente une fissure visible en surface qui se prolonge dans l'éprouvette selon une orientation parallèle au sens du litage (Fig. 45). Elle ne débouche pas à l'autre extrémité de l'éprouvette. Cette fissure existe au moment de la tomographie après le carottage. Elle est ouverte de 200 µm en moyenne à ce moment-là. L'éprouvette a été débitée le 23 mai 2018 puis un scan au rayon X a été réalisée le 8 juin 2018 pour une installation en mine le 28 juin 2018. Il semble que l'ouverture de la fissure se soit accentuée durant les 20 jours séparant le scan et l'installation en mine. Une estimation grossière de l'ouverture de la fissure à partir de la photo est de 800 µm. Il faut noter le petit morceau détaché au moment de l'installation dans la mine et qui n'est pas visible au scan.

6.2 Résultats

Le Tableau 6 : caractéristiques des essais réalisés

Eprouvettes		Début	fin	Durée en jours	Isolation hydrique	Charge (MPa)
I1	1ère campagne	05/07/17	07/02/18	217	oui	0.18
	2ème campagne	07/02/18	28/06/18	141	non	0.28
F1	1ère campagne	05/07/17	07/02/18	217	oui	0.18
	2ème campagne	07/02/18	28/06/18	141	non	0.28
K1	3ème campagne	28/06/18	en cours	> 300	oui	0.17 ; 0.27 ; 0.67
L1	3ème campagne	28/06/18	en cours	> 300	oui	0.17 ; 0.27 ; 0.67

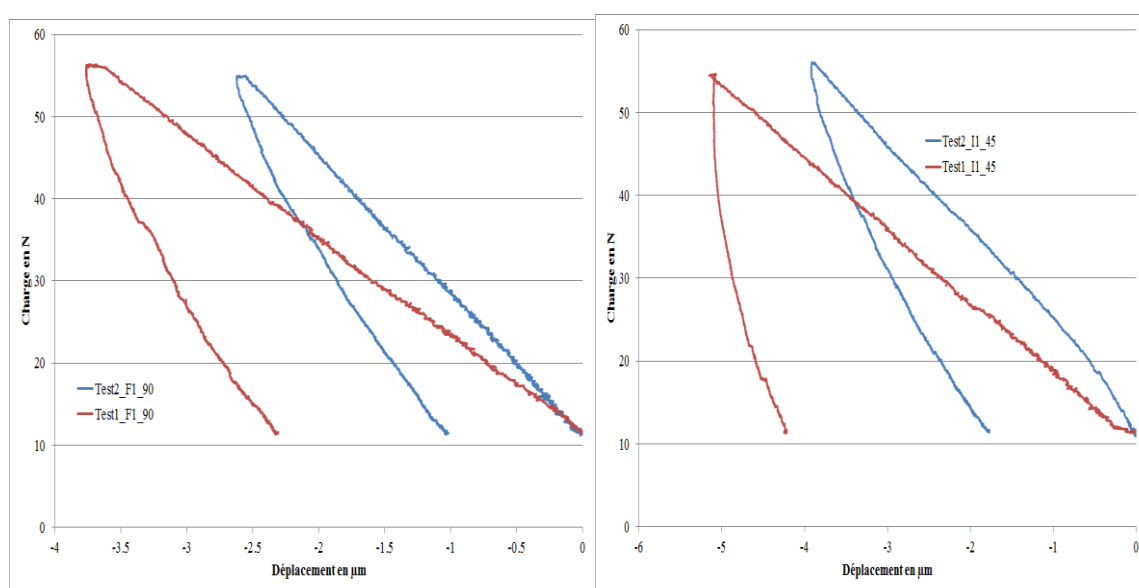


Figure 45. Essais de mesure de module d'élasticité en début de chargement de I1 et F1.

La première campagne d'essai a débuté par des essais de mesures de module élastique de I1 et F1 (Fig. 45), sous deux faibles chargements. On constate que le module apparent est supérieur au deuxième chargement, ce qui indique une mise en place de la colonne de chargement. Les échantillons ont ensuite entamé une campagne de fluage sous faible charge (0,18 MPa). Il a été rapidement constaté un problème du dispositif d'isolation, qui a été démonté (Fig. 52). La deuxième campagne a dû être poursuivie sans isolation hydrique, ce qui a permis de mettre en évidence l'influence de l'humidité sur les échantillons I1 et F1.

La troisième campagne correspond aux essais de fluage de K1 et L1. Ces éprouvettes sont isolées de l'atmosphère ambiante avec un nouveau dispositif.

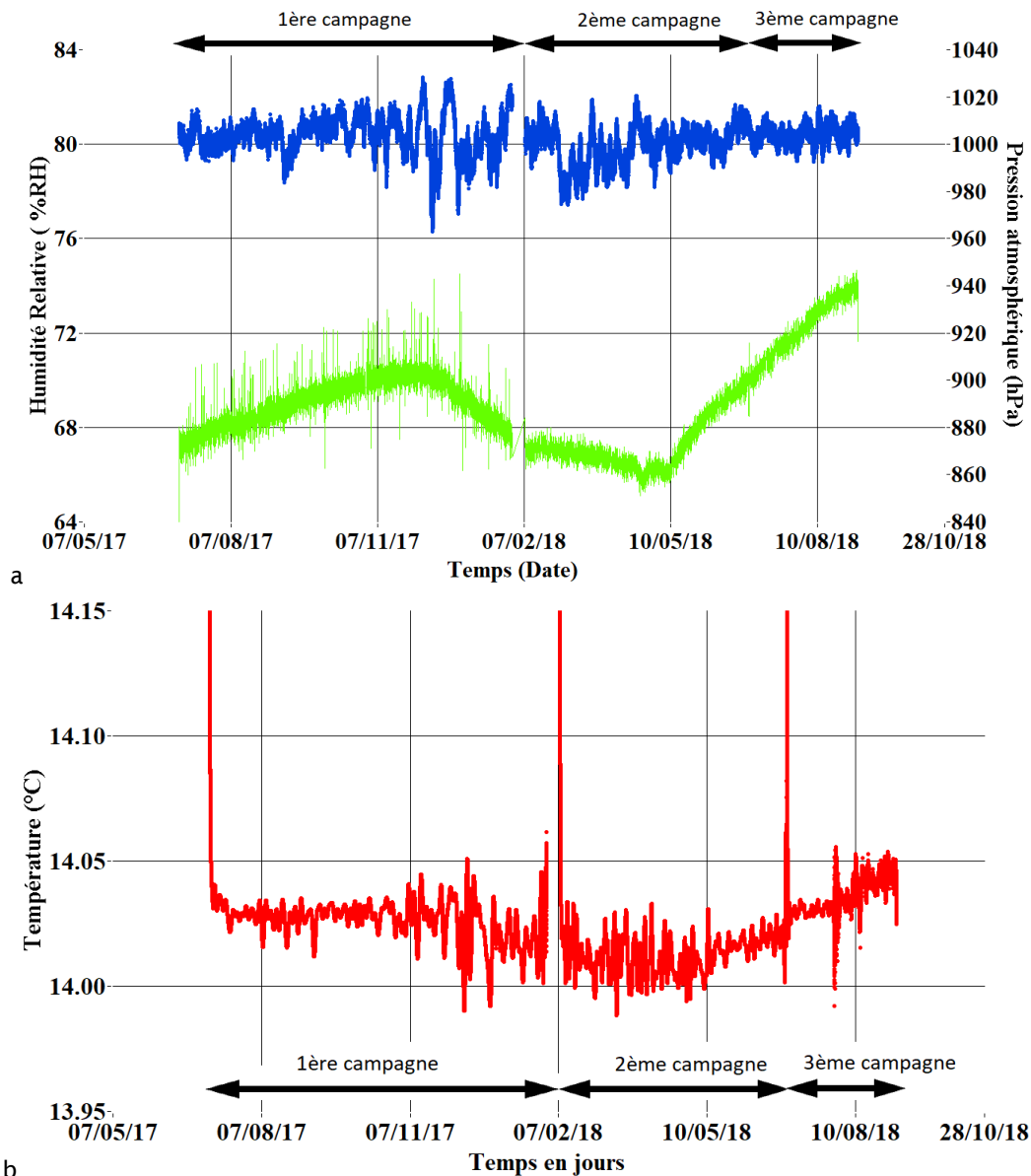


Figure 46 : Conditions dans la galerie de la mine. a : Humidité (en vert), pression atmosphérique (en bleu) et b : Température (en rouge).

La figure 46 montre les relevés de température et d'humidité sur environ un an et demi. Les pics de température dans la mine (5 juillet 2017, 7 février 2018, et le 28 juin 2018) correspondent à notre présence et activité dans la galerie. Sur un an, deux tendances claires de l'évolution de l'humidité et de la température traduisent un cycle annuel de variation. Une humidité croissante de mai à décembre (+5 % RH) puis décroissante de décembre à mai (-5 % RH). Il est observé le même type variations pour la température avec +0.05°C en phase croissante et -0.05°C en phase décroissante.

Par la suite nous détaillons les relevés des conditions d'humidité relative et de température, les mesures des déformations, ainsi que les vitesses de fluage calculées pour les différents essais.

6.2.1 Echantillons I1 - 45° & F1 - 90°

6.2.1.1 Première campagne : Chargement 0.18 MPa

Cette campagne d'essai a duré 217 jours. L'acquisition des capteurs de déplacement pour l'échantillon F1 a été défectueuse. Le problème a été résolu pour les campagnes suivantes.

6.2.1.1.1 Pression atmosphérique, conditions hydriques et thermiques

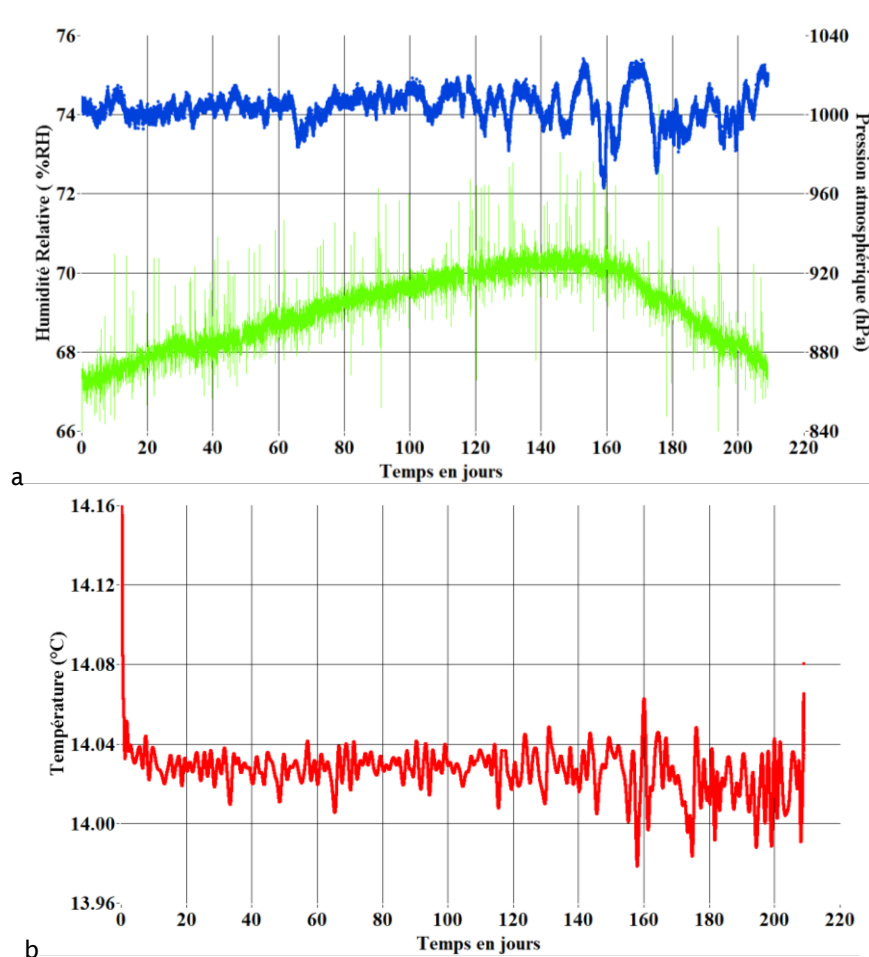


Figure 47 : a : Humidité en vert, pression atmosphérique en bleue, b : Température en rouge, lors de la 1^{ère} campagne.

6.2.1.1.2 Déplacements

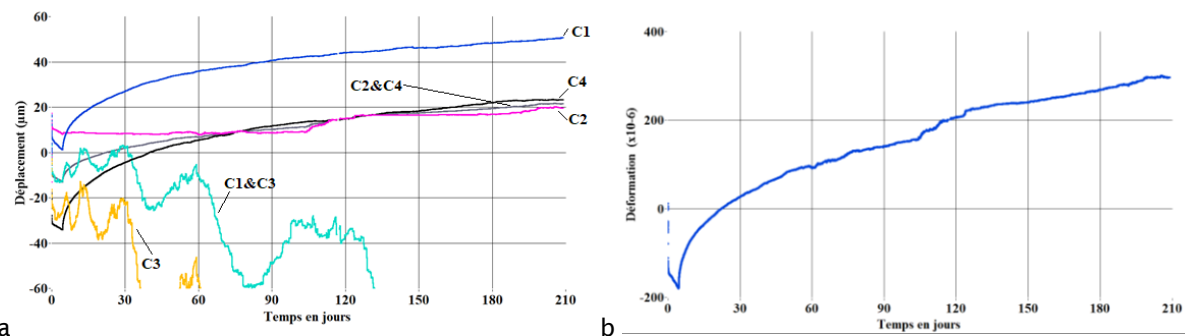


Figure 48 : a : Déplacement des capteurs pour l'échantillon I1. C1&C3 correspond à la moyenne des déplacements pour capteurs C1 et C3. C2&C4 correspond à la moyenne des déplacements pour les capteurs C2 et C4. b : déformation axiale.

6.2.1.1.3 Déformation

Lors de cet essai, l'éprouvette I1 est en compression jusqu'au jour 4. Ensuite l'éprouvette est en extension. Ce problème a été identifié. Il s'agit de la jaquette en néoprène qui a été partiellement « expulsée » en glissant le long du plateau supérieur, en offrant une résistance au chargement (Fig. 49). Il s'agit d'un problème lié à la géométrie initiale conique des talons inférieurs, car le même phénomène a été constaté pour F1. La géométrie conique était liée au besoin de diminuer le diamètre des talons de chargement, initialement prévus pour des échantillons de diamètre de 72 mm, et de le dimensionner aux échantillons de diamètre de 36 mm. Les jaquettes montées en force ont progressivement glissé sur les talons coniques et sont venues en appui sur le plateau de chargement. Des talons cylindriques ont été utilisés par la suite.



Figure 49 : a : montage avec la Jaquette en néoprène remontant le long du talon supérieur pour L'éprouvette I1 b : démontage en cours, jaquette remontée et boudinée autour du talon haut.

6.2.1.2 Deuxième partie : Chargement 0.28 MPa

Suite aux problèmes liés à la jaquette néoprène lors de la 1^{ère} campagne, la jaquette a été retirée et les échantillons remis en place pour une deuxième campagne. Lors de cette campagne les éprouvettes sont donc exposées à l'humidité ambiante, qui varie de façon saisonnière (Fig. 46, 47 et 50). Cet essai a permis de clairement montrer les effets de faibles variations de l'humidité relative sur le long terme et sous faible charge axiale de 0.28 MPa.

6.2.1.2.1 Pression atmosphérique, conditions hydriques et thermiques

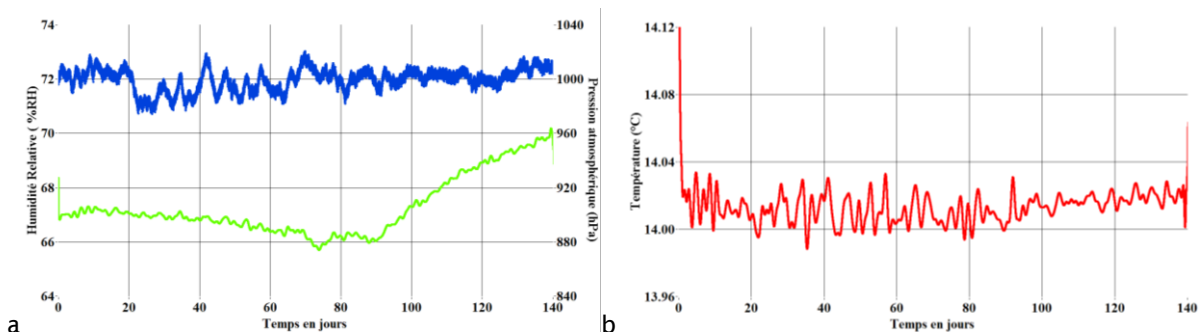


Figure 50 (2^{ème} campagne) : a : Humidité en vert et pression atmosphérique en bleu. Une nette augmentation saisonnière d'environ 4 % HR est observée à partir du jour 90. b : Température.

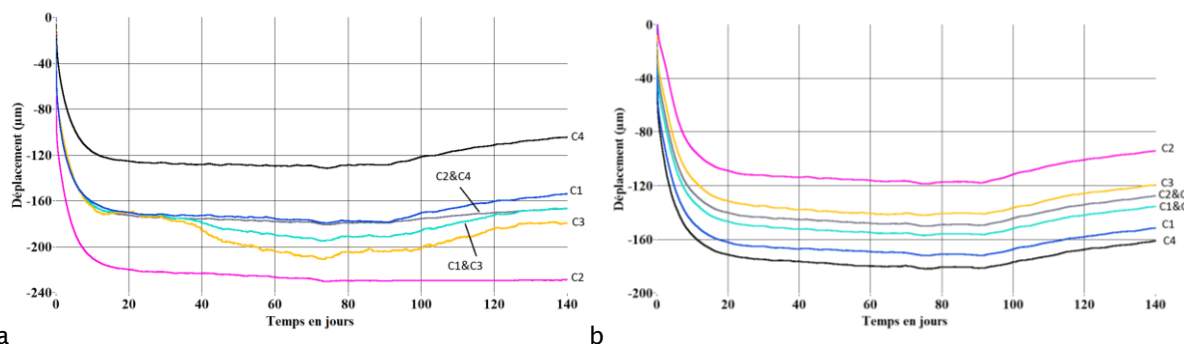


Figure 51 : a : Déplacement des capteurs pour l'échantillon I1. C1&C3 correspond à la moyenne des déplacements pour capteurs C1 et C3. C2&C4 correspond à la moyenne des déplacements pour les capteurs C2 et C4. b : Déplacement des capteurs pour l'échantillon F1. C1&C3 correspond à la moyenne des déplacements pour capteurs C1 et C3. C2&C4 correspond à la moyenne des déplacements pour les capteurs C2 et C4.

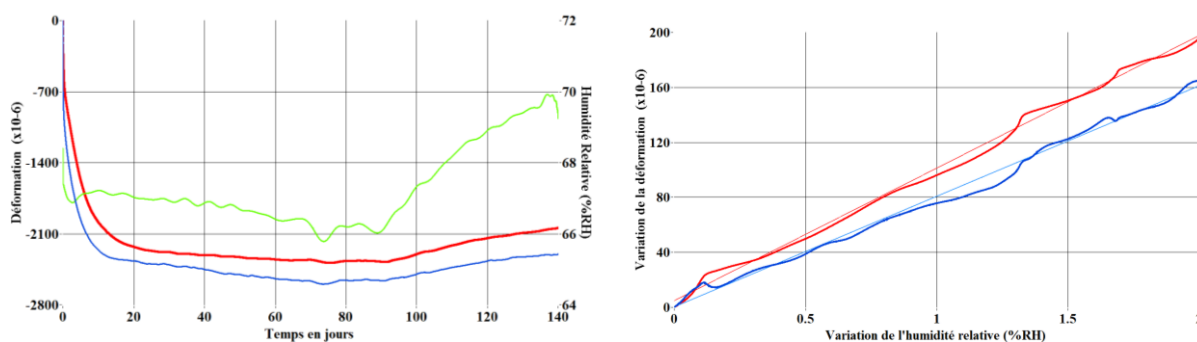


Figure 52 : a : Humidité (en vert) et déformations pour les éprouvettes I1 (45°, en bleu), F1 (90°, en rouge). b : Figure 58 : Variation de la déformation fonction de la variation d'humidité relative entre le jour 100 et le jour 130. Pour I1 en bleu et pour F1 en rouge.

Les deux échantillons se déforment en compression jusqu'au jour 72 (Fig. 52 et 53). Les déformations enregistrées pour I1 (45°) et F1 (90°) à partir du jour 0 au jour 72 sont respectivement de 2600×10^{-6} et 2400×10^{-6} . Mais, les échantillons sont exposés à l'humidité ambiante de la mine sans jaquette de protection. Elles subissent nécessairement une contraction hydrique pendant la désaturation depuis un état hypothétique de saturation à 90 % de HR et l'état à 67 % de HR de la mine. Cette interprétation est confortée par les pesées des échantillons, après la fin de la campagne d'essais. Les pertes en teneur d'eau constatées sont de -2.26 % (teneur initiale 6,2 %) et -2.29 % (teneur initiale 6%), respectivement pour I1 et F1. Ces variations sont cohérentes avec l'hypothèse de saturation à 90% HR initiale et l'humidité relative ambiante de 66 à 70 %, mesurée dans la mine pendant l'essai. I1 : 6,2% et F1 : 6 %

La diffusivité D de l'eau dans l'argilite pour la gamme d'humidités relatives qui nous intéresse (70 à 90% HR) est de l'ordre de 1×10^{-10} m²/s à T ambiante (Pham, 2010). On en déduit une distance caractéristique d de diffusion de 18,6 mm pour $t = 10$ jours ($d = 2 \times (D \times t)^{-1/2}$). En d'autres termes, le temps nécessaire à l'équilibrage de l'échantillon de 36 mm de diamètre vis-à-vis de l'humidité relative de la mine est de l'ordre de dix jours. Ainsi, la déformation en contraction mesurée pendant les dix premiers jours de fluage est très fortement affectée par la contraction hydrique des échantillons qui s'équilibrent vis-à-vis de la HR ambiante d'environ 67 %. Une correction pour cette contraction sera apportée par la suite.

On constate après le jour 72 que la déformation passe en régime d'extension. Entre le jour 72 et le jour 140 l'extension est de 300×10^{-6} en moyenne. Dans la même période, l'humidité relative augmente d'environ 4 % RH. Il apparaît clairement que l'augmentation saisonnière de la HR ait entraîné un gonflement des éprouvettes et donc leur extension axiale. En supposant que les éprouvettes sont équilibrées à chaque instant par rapport à l'humidité de la mine (ce qui est raisonnable pour les faibles variations de HR observées), et en négligeant la déformation en contraction liée au fluage, il est possible de déterminer un coefficient apparent de dilatation hydrique β (en %RH⁻¹). En traçant les variations de la déformation axiale pour I1 et F1 entre le jour 100 et 130 en fonction de la variation de l'humidité relative, on trouve : pour I1 (45°) $\beta = 0,805 \times 10^{-4}$ %RH⁻¹ et pour F1 (90°) $\beta = 0,965 \times 10^{-4}$ %RH⁻¹. La dilatation axiale est plus faible pour l'éprouvette I1. Cette observation est en accord qualitatif avec l'orientation à 45° du litage, qui entraîne une composante axiale plus faible. Mais, il est difficile de se prononcer de façon plus quantitative, car l'effet du fluage est négligé, or l'ensemble des mesures tend à montrer une anisotropie avec un fluage plus rapide pour l'orientation à 45° (voir la synthèse en fin de chapitre).

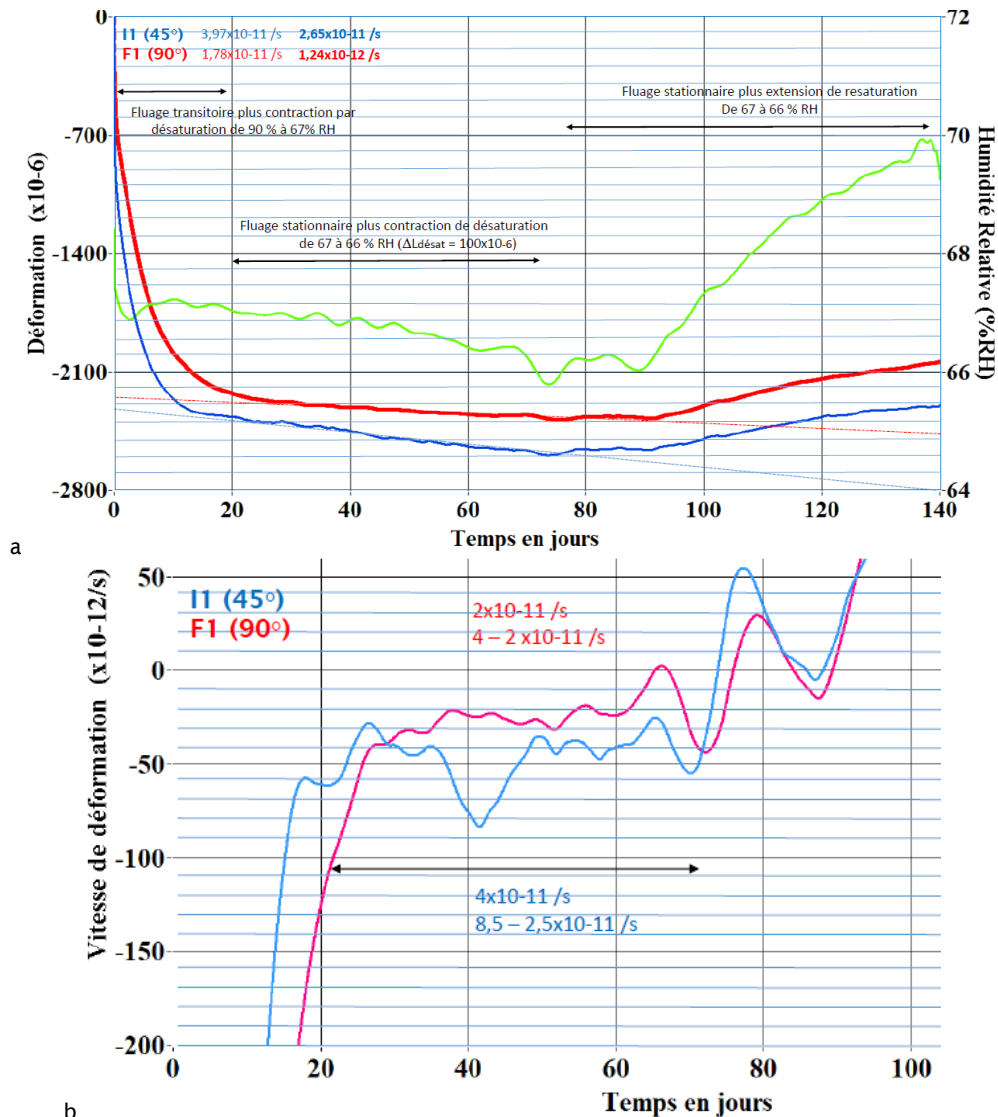


Figure 53 : a : déformation axiale et humidité relative lors de la deuxième campagne de chargement (0.28 MPa) de I1 (bleu) et de F1 (rouge). b : Vitesses de fluage de I1 (bleu) et de F1 (rouge). En état proche de stationnaire, les vitesses sont en moyenne de $3,97 \times 10^{-11} s^{-1}$ et de $1,78 \times 10^{-11} s^{-1}$, respectivement. On donne aussi la plage de variations des vitesses « instantanées ». Les vitesses de $2,65 \times 10^{-11} s^{-1}$ et de $1,24 \times 10^{-12} s^{-1}$, données en gras en (a) correspondent aux vitesses corrigées de l'effet de contraction hydrique (voir texte).

La vitesse de fluage se stabilise entre les jours 30 et 70 pour les deux éprouvettes, avant l'épisode de variation hydrique remarquable. Les vitesses pour I1 (45°) et F1 (90°) sont respectivement de l'ordre de $4 \times 10^{-11} / s$ et $1,8 \times 10^{-11} / s$. Cependant, ces vitesses incluent nécessairement une composante de contraction liée à la perte hydrique du fait de l'exposition à la HR ambiante de la mine, qui décroît d'environ 1% de HR sur le même laps de temps. Elles représentent donc une limite supérieure.

On peut apporter aux déformations mesurées entre les jours 0 et 72 une correction au premier ordre, en faisant l'hypothèse que les coefficients de gonflement hydrique mesurés entre les jours 72 et 140 sont également applicables en termes de contraction hydrique entre les jours 0 et 72. Cela revient à considérer la contraction liée à une désaturation partielle entre un état à 90 % HR et un état à 66 % (en moyenne) et donc de soustraire aux déformations axiales enregistrées environ 2400×10^{-6} . Les déformations entre les jours 0 et 72 liées uniquement au fluage seraient donc respectivement de 400×10^{-6} et 200×10^{-6} , respectivement pour I1 (45°) et F1 (90°). Cet ordre de grandeur correspond d'ailleurs à celui des déformations mesurées pour une période équivalente en début de fluage sur les échantillons suivants, K1 et L1, pour lesquelles les jaquettes d'étanchéité ont été fonctionnelles.

La comparaison des courbes de fluage en début de chargement (figures 53 et 56) pour les deux sets d'échantillons démontre clairement qu'il y a une très forte contraction hydrique pour les échantillons I1 et F pendant la première quinzaine de jours de fluage. La déformation correspondante en contraction axiale est de l'ordre de 1500×10^{-6} . Si on considère que sur cette période les échantillons ont été équilibrés à la HR de la mine (env. 67 % HR), on peut estimer à partir du coefficient de dilatation hydrique β d'environ $1 \times 10^{-4} \% RH$

¹ (Fig. 52) que les échantillons subissent une contraction hydrique supplémentaire de 100×10^{-6} pendant le fluage qui a lieu entre les jours 10 et 72, du fait de la variation de la HR de la mine entre 67 % et 66 %. Si l'on corrige les déformations mesurées en soustrayant cette quantité on obtient uniquement les déformations liées au fluage. Dans ce cas, les vitesses de fluage pour I1 (45°) et F1 (90°) seraient donc plus faibles d'environ un facteur 1.5 et 14, respectivement. Bien que grossière cette correction a le mérite de donner un ordre de grandeur de vitesses (en particulier pour F1) proche de celui obtenu pour les éprouvettes suivantes K1 et L1, pour lesquelles les jaquettes d'étanchéité ont été fonctionnelles (et dont les données sont résumées ci-dessous). Pour être plus précis, il faudrait apporter des corrections au cours du temps en tenant compte de la cinétique de perte hydrique, qui est fortement non linéaire (processus diffusif), ainsi que de l'anisotropie de diffusion. Mais, les phénomènes de contraction hydrique et de fluage ne sont pas simplement additifs. La désaturation diffusif engendre un gradient de teneur en eau de cœur à peau, c'est-à-dire une contraction différentielle et un gradient de résistance mécanique le long du rayon des éprouvettes. Enfin, la géométrie de diffusion n'est pas purement cylindrique, car la longueur des éprouvettes n'est pas infinie, ce qui entraîne également une contraction axiale variable sur la hauteur des échantillons. Une analyse numérique rigoureuse de l'essai devrait coupler les phénomènes diffusifs, en tenant compte de la géométrie et de l'anisotropie, et les phénomènes de fluage, en tenant aussi compte de l'anisotropie et de l'état de saturation. Mais, contrairement aux nombreuses données de désaturation, les lois de fluage précises manquent encore pour ce type de calcul.

6.2.2 Essais en cours : K1_45° & L1_90° : Charge 0.18 MPa

En date du 5 septembre 2018, l'essai de fluage commence par un palier de chargement de 0,17 MPa, qui dure plus de 250 jours. Nous présentons d'abord les données des premiers 69 jours.

6.2.2.1 Pression atmosphérique, conditions hydriques et thermiques

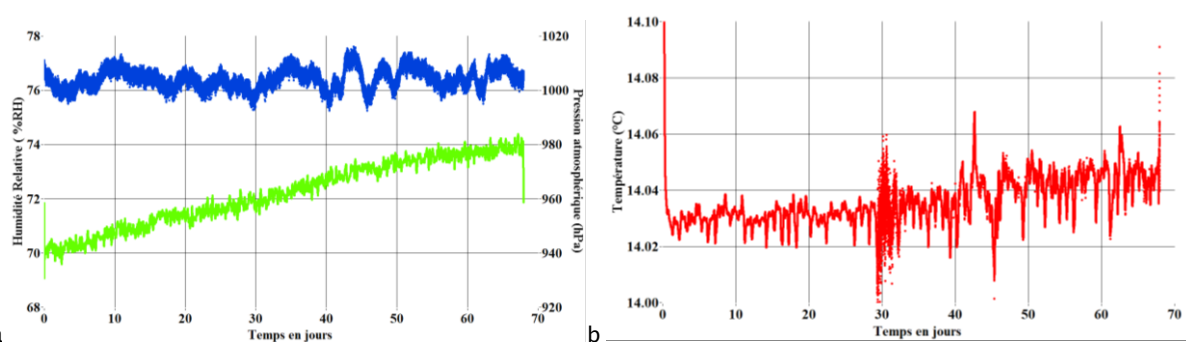


Figure 54 : a : Humidité en vert et pression atmosphérique en bleu lors de la 3^{ème} campagne. b : Température dans la mine lors de la 3^{ème} campagne.

Sur la période de 69 jours l'humidité relative évolue de 4 % RH et la température de +0.02°C.

6.2.2.2 Déplacements

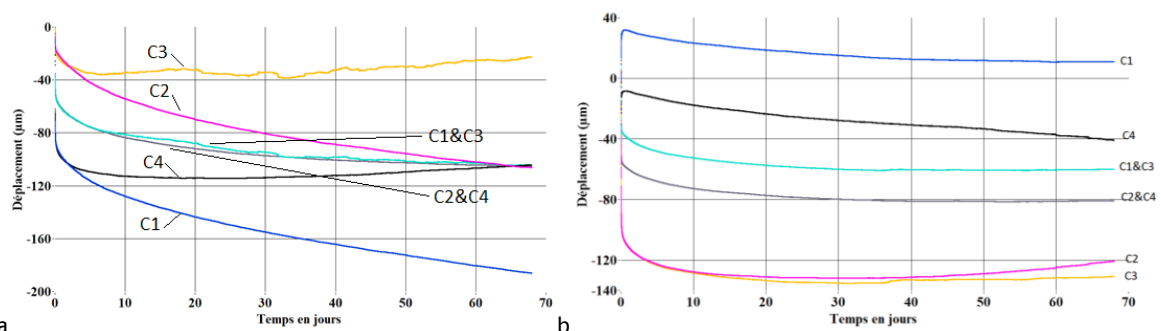


Figure 55 : a : Déplacement des capteurs pour l'échantillon K1. C1&C3 correspond à la moyenne des déplacements pour capteurs C1 et C3. C2&C4 correspond à la moyenne des déplacements pour les capteurs C2 et C4. b : Déplacement des capteurs pour l'échantillon L1. C1&C3 correspond à la moyenne des déplacements pour capteurs C1 et C3. C2&C4 correspond à la moyenne des déplacements pour les capteurs C2 et C4.

Globalement, des déplacements de 105 µm pour K1 et 70 µm pour L1 sont mesurés. La fissure précédemment mentionnée pour K1 est orientée selon l'axe C2C4. Pour L1, il est constaté un déplacement de +0.8 µm entre le jour 55 et 69 qui correspond à une extension.

6.2.2.3 Déformations et vitesses de déformation

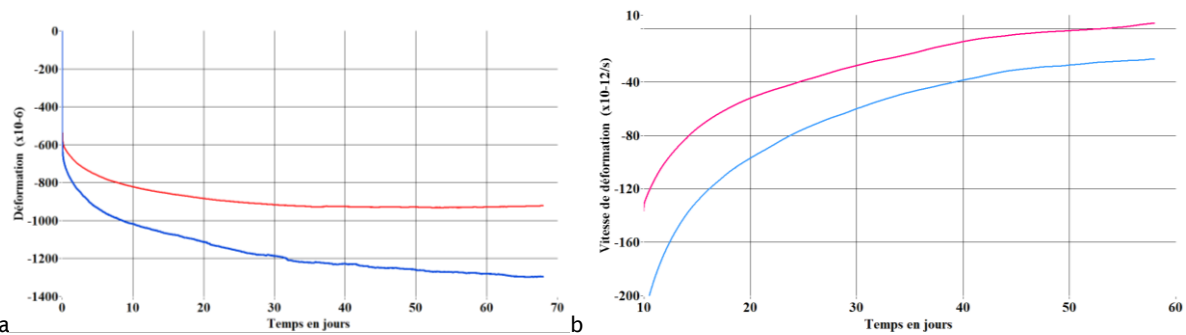


Figure 56 : Début d'essais de fluage. a : Déformations pour les éprouvettes K1 (en bleu) et L1 (en rouge). b : Vitesses de déformation pour les éprouvettes K1 (en bleu) et L1 (en rouge).

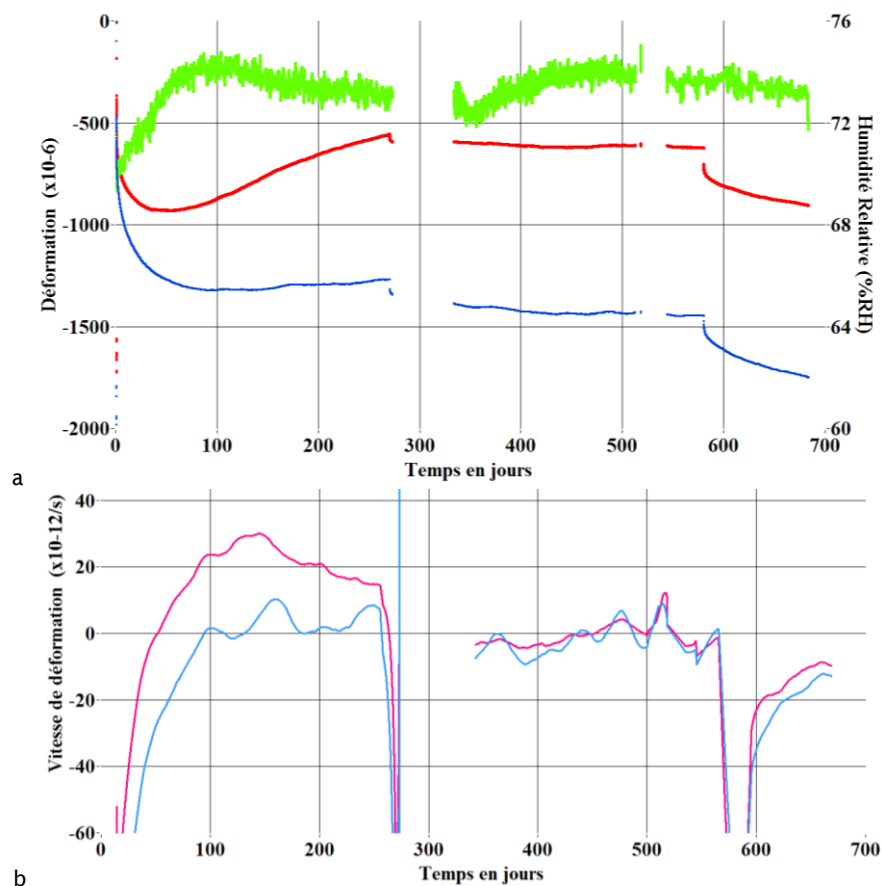


Figure 57 : Essais de fluage complet, avec trois paliers de chargement : 0,17 ; 0,27 et 0,67 MPa. a : Déformations pour les éprouvettes K1 (en bleu) et L1 (en rouge). b : Vitesses de déformation pour les éprouvettes K1 (en bleu) et L1 (en rouge).

On constate que K1 dont l'orientation du litage est à 45° se déforme plus que L1 dont l'orientation du litage est à 90° . Les vitesses ne sont pas stabilisées au jour 59. On constate une extension de l'éprouvette L1 à partir du jour 55 pour atteindre une vitesse de $4 \times 10^{-12}/s$ au jour 60. Cette extension ne peut être du fait de la température. Une évaluation de la vitesse d'expansion thermique dans cette période représente $1 \times 10^{-14}/s$.

L'hypothèse d'une éprouvette totalement en contact avec l'atmosphère de la mine est à exclure. Les mesures de déformation en début de chargement ne montrent aucunement de phase transitoire de désaturation, comme observé pour I1 et F1 (Fig. 53). Une évaluation de la vitesse d'expansion hydrique dans cette période représente $60 \times 10^{-12}/s$ (si on admet un coefficient de dilatation hydrique de $1 \times 10^{-4} / \%RH$). Nous ne pouvons pas exclure l'hypothèse d'une mini-fuite. Cependant, l'état de saturation initial de l'éprouvette correspondant à une humidité relative supérieure à celle de la mine, une fuite devrait entraîner une contraction et non une extension.

L'oxydation de pyrites situées à l'interface entre le plateau métallique de chargement et l'éprouvette pourrait expliquer les déplacements de +0.8 μm entre le jour 55 et le jour 69. Cette hypothèse reste en suspens tant que l'état de la surface d'appui n'a pas été observée. La suite de l'essai de fluage montre qu'au-delà du jour 80 l'expansion affecte les deux éprouvettes. Le deuxième palier de chargement (0.27 MPa) dure plus de 300 jours. Il montre essentiellement un comportement en fluage, avec une période d'environ 80 jours qui présente en alternance des épisodes en fluage et en extension. Le troisième palier de chargement (0.67 MPa) présente uniquement un comportement en fluage. L'essai est toujours en cours en date du 24 juin 2020.

7 -Synthèse/conclusions

Tableau des livrables contractuels

Tomographie :
• Sélection et avant manip/après essais
Essais de compression in situ MEB:
• Mise au point du protocole (préservation et maintien d'humidité)
• 3 essais en compression uniaxiale selon 3 orientations
• Traitement CIN des données : champs mécaniques 2D
Essais de compression in situ tomographie RX Soleil:
• 2 essais en compression uniaxiale selon 2 orientations
• Traitement CVN des données : champs mécaniques 3D
Essais de fluage en extension en laboratoire:
• Essais préliminaires (mise au point du protocole)
• 4 essais de fluage en extension selon 2 orientations
• 2 essais de fluage en compression : remplacés par essais en déplacement contrôlé
Essais de fluage sous faible charge en mine:
• 4 essais selon 2 orientations

Conclusions sur les essais de fluage

Les vitesses de fluage mesurées lors des essais sous faible charge sont cohérentes avec celles de l'étude préliminaire précédente (contrat piloté par Serge Chanchole). Néanmoins, le dispositif initial d'isolation des éprouvettes par jaquettes a présenté des défauts, qui nous ont amené à exposer les échantillons de la première campagne d'essais à l'humidité relative ambiante de la mine. Cette dernière est stable, mais nettement inférieure à celle de l'état de saturation initial. Le comportement en fluage a donc été fortement impacté par la contraction initiale liée à la désaturation. Par la suite, des vitesses de fluage quasi stationnaires ont pu être mesurées. Une correction a été apportée pour tenir compte d'une faible variation de HR de la mine. Enfin, la forte variation saisonnière d'environ 4 % HR de la mine a produit un gonflement qui a couvert les effets de fluage en provoquant un gonflement des échantillons, dont une importante composante en extension.

Les essais suivants ont été réalisés sur des éprouvettes pourvues d'un dispositif d'étanchéité fonctionnel. Trois paliers de chargement ont été réalisés. Le dernier palier de fluage est toujours en cours. Des vitesses de fluage ont été mesurées pour chaque palier. Des épisodes transitoires d'extension ont été observés et sont possiblement dus à des phénomènes d'oxydation, ou de fuites du dispositif d'étanchéité.

Les vitesses de fluage stationnaire de tous les échantillons testés en fluage (laboratoire et mine) sont résumées dans les tableau et graphique suivants.

Tableau 5 : Vitesses de fluage faible charge (mine) et en extension (laboratoire)

	$\sigma_1 - \sigma_3$ (MPa)	$d\varepsilon/dt$ ($\times 10^{-11}/s$)
I1 (45° ; 6,2 % eau ; mine)	0,18	-

I1 (45°; 3,9% eau ; mine)*	0,28	4 (2,5 à 8,5) -> 2,7**
F1 (90°; 6,0% eau ; mine)	0,18	-
F1 (90°; 3,7% eau ; mine)*	0,28	2 (2 à 4) -> 0,1**
K1 (45°; 6,3 % eau ; mine) 1 ^{er} palier	0,17	< 0,1
K1 (mine) 2 ^{ème} palier	0,27	5,5 (0,1 à 1)
K1 (mine) 3 ^{ème} palier	0,67	1,5 (1,2 à 1,8)
L1 (90°; 6,8 % eau; mine) 1 ^{er} palier	0,17	-
L1 (mine) 2 ^{ème} palier	0,27	3,5 (2 à 5)
K1 (mine) 3 ^{ème} palier	0,67	1,35 (0,9 à 1,8)
C4 (90°; 4,5% eau) 1 ^{er} palier	-3	< 4
C4 2 ^{ème} palier	-6	5,5 (3,5 à 7,5)
C4 3 ^{ème} palier	-9	7,5 (5 à 10)
K7 (90°; 6,3% eau) 1 ^{er} palier	-3	5,65 (3 à 8,3)
K7 2 ^{ème} palier	-6	30 (< ?)
K2 (45°; 6,4% eau) 1 ^{er} palier	-3	LVDT : 25,5 (22 à 29) Jauge : 7 (2 à 12)
K2 2 ^{ème} palier	-6	LVDT : 37,5 (30 à 45) Jauge : 3,25 (0,5 à 6)

* échantillons soumis à l'humidité ambiante de la mine. **vitesses de fluage corrigées pour l'expansion hydrique liée à la variation de HR.

On constate sur le diagramme en Fig. 58 une tendance globale des différentes données à s'aligner selon un régime de fluage de type Newtonien, c'est-à-dire avec une dépendance linéaire de la vitesse en contrainte différentielle. Ce type de rhéologie est très fréquemment observé pour les gammes de faibles contraintes et faibles vitesses de fluage, comme c'est ici le cas. De récentes études de fluage du sel gemme sous faibles charges (< 5 MPa, Bérest et al., 2018) confirment un tel régime « linéaire », en total contraste avec le régime très non linéaire (fluage en loi de puissance) pour les gammes de fortes contraintes différentielles (> 5 MPa). Ce type de transition est aussi observé pour différentes classes de matériaux géologiques (Dimanov et al., 2005), mais aussi de céramiques et d'alliages métalliques. Les mécanismes physiques mis en avant pour expliquer le régime linéaire sont souvent des micro mécanismes actifs aux interfaces, en lien un écoulement macroscopique de type granulaire.

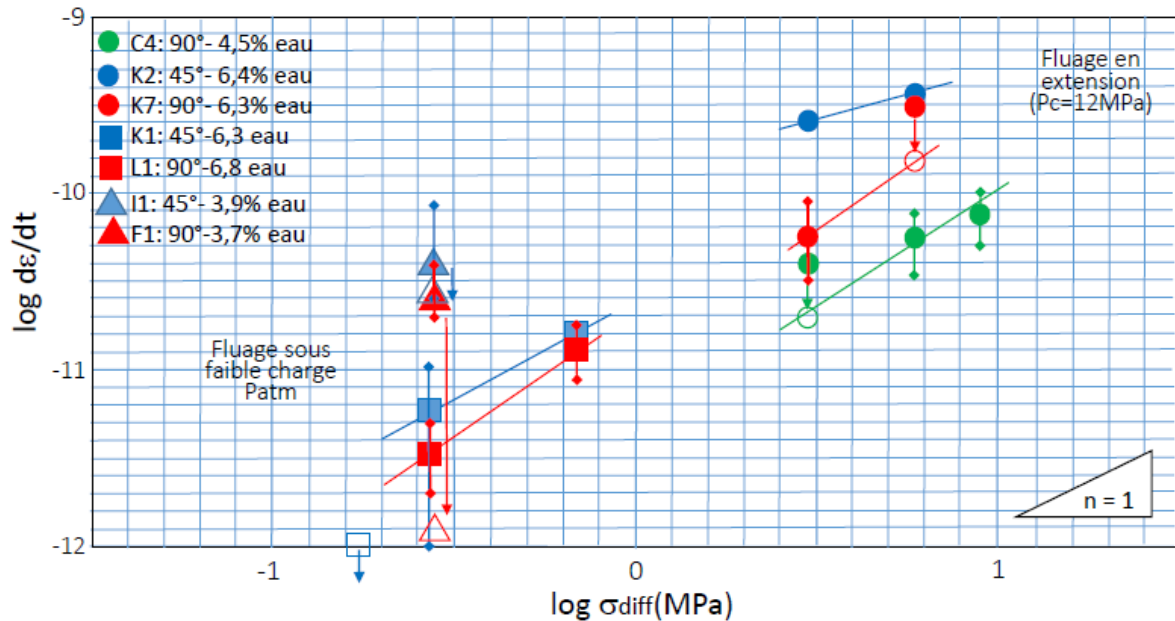


Fig. 58 : Diagramme log-log de données rhéologiques : log vitesse de fluage en fonction de log contrainte différentielle. Les données de fluage dans la gamme de plusieurs MPa de contrainte sont obtenues en fluage en extension, avec confinement (12 MPa), au laboratoire. Les données obtenues dans la gamme de contraintes < 1 MPa sont obtenues en compression sans pression de confinement, à la mine. Les symboles pleins sont les valeurs moyennes obtenues à partir des données brutes mesurées. Les symboles évidés correspondent aux valeurs qui nécessitent une correction (voir texte). Les barres représentent la plage de variabilité des vitesses « instantanées ».

La première tendance remarquable est un très bon accord en extrapolation entre les données en compression sous faible charge et les données en extension sous charge modérée.

Une deuxième tendance que l'on peut mettre en avant concerne une anisotropie modérée, avec des vitesses de fluage systématiquement plus importantes pour les échantillons orientés de façon à présenter leur litage à 45° de la contrainte différentielle.

Une troisième tendance que l'on peut mettre en avant concerne l'état de saturation. Les vitesses de fluage sont systématiquement plus fortes pour un état de saturation plus prononcé.

Les symboles pleins représentent les données mesurées. Lorsqu'il y a lieu d'effectuer une correction pour des raisons expliquées dans le texte, nous donnons la valeur de la vitesse corrigée en symbole évidé. C'est notamment le cas pour la deuxième campagne de chargement de I1 et K1, pour lesquels, exposés à la HR ambiante de la mine sans jaquette d'étanchéité, il a fallu tenir compte de phénomènes de contraction hydrique liée à leur désaturation. La correction apportée est particulièrement forte pour F1, dont la vitesse de fluage est abaissée de plus d'un ordre de grandeur. Comme expliqué dans le texte, la correction est grossière. Néanmoins, il est intéressant de constater que la vitesse corrigée s'aligne en très bonne cohérence avec les données de fluage en laboratoire de l'échantillon C4. C4 et F1 présentent un état de désaturation comparable, le premier étant issu d'une carotte très ancienne et le second étant exposé à la HR de la mine.

Enfin, les vitesses aux plus faibles contraintes n'ont jamais atteint un régime stationnaire. La seule vitesse obtenue pour 0,18 MPa correspond à l'échantillon K1 (symbole carré bleu évidé). En observant sa valeur par rapport aux données obtenues à 0,28 et 0,68 MPa, il semble qu'il y ait soit i) une contrainte seuil au fluage, ii) un régime non linéaire aux très faibles charges. Nos essais ne permettent pas de trancher cette question.

En résumé, le fluage des argilites de Bure sous faible charge et sous charge modérée en extension présente une anisotropie faible à modérée, avec moins d'un demi-ordre de grandeur de différence de vitesse de fluage entre les orientations à 90° (fluage plus lent) et 45° (fluage plus rapide). L'effet de désaturation partielle, à environ 66 - 76 % HR entraîne également près d'un demi-ordre de grandeur d'abaissement de la vitesse de fluage. Une loi de fluage préliminaire à long terme, qui rendrait compte des effets de la désaturation partielle, de l'anisotropie et de la contrainte différentielle faible à modéré, peut être obtenue à partir des données du Tableau 5.

Conclusions sur les observations in-situ MEB et microtomographie RX

Les observations in situ lors des essais micromécaniques de compression dans le MEB et sous faisceau synchrotron, et les mesures de champs complets obtenues par corrélation d'images numériques 2D et 3D indiquent que la déformation est globalement homogène à l'échelle centimétrique. Cependant, elle peut être affectée localement, à l'échelle millimétrique, par des hétérogénéités de composition et de

distribution spatiale des phases minérales, notamment d'inclusions détritiques rigides ou de phases secondaires comme la pyrite. Aussi, la déformation se concentre naturellement dans les régions riches en matrice argileuse.

Par de nombreux aspects la déformation du matériau semble être contrôlée par les déplacements relatifs d'agrégats au sein de la matrice argileuse et de particules rigides, à la faveur d'ouverture/fermeture ou de cisaillement le long de microfissures ou d'interfaces particule-matrice. Pour une part certain agrégats de la matrice présentent aussi une déformation diffuse. En ce sens, l'écoulement est de type granulaire, mais ayant à l'esprit un matériau composite dont certains constituants sont rigides/fragiles et d'autres complaisants, capables d'accommoder la déformation de façon plastique. Il ne semble pas y avoir de propagation sous critique des microfissures, et il n'y a pas d'observations qui indiqueraient leur coalescence précoce.

Les essais de type DCDC démontrent clairement les effets d'anisotropie quant à la résistance maximale et à la propagation de fissuration, qui est fortement dominée par l'anisotropie structurale en lien avec le litage.

Enfin, l'état de pré-endommagement du matériau, à la réception des macro-carottes et suite au prélèvement des échantillons, est un élément clé fondamental quant à la réussite de la réalisation des essais et de l'interprétation des résultats. Nos données indiquent qu'une sélection rigoureuse des matériaux utilisés permet de réduire considérablement la dispersion et la variabilité des données expérimentales.

Références

Abdi, H., D. Labrie, T. Nguyen, J. Barnichon, G. Su, E. Evgin, R. Simon, and M. Fall (2015), Laboratory investigation on the mechanical behaviour of Tournemire argillite, *Can. Geotech. J.*, 52(3), 268– 282, doi:10.1139/cgj-2013-0122

Bérest, P, Hakim Gharbi, Benoit Brouard, Dieter Brückner, Kerry DeVries, Grégoire Hévin, Gerd Hofer, Christopher Spiers, Janos Urai, 2019, Very Slow Creep Tests on Salt Samples Rock Mechanics and Rock Engineering > Issue 9/2019

Cholach, Pavlo Y. and Douglas, R. Schmitt, 1986, Intrinsic elasticity of a textured transversely isotropic muscovite aggregate: Comparisons to the seismic anisotropy of schists and shales, *J. Geophys. Res.* <https://doi.org/10.1029/2005JB004158>

David, C., Robion, P., Menéndez, B., 2007. Anisotropy of elastic, magnetic and 611 microstructural properties of the Callovo-Oxfordian argillite. *Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C* 32, 145153.

Masri, M., Sibal, M. Shao, J. and Mainguy, M. (2014) Experimental investigation of the effect of temperature on the mechanical behavior of Tournemire shale, *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* 70:185–191, DOI: 10.1016/j.ijrmms.2014.05.007

Niandou, H., Shao, J.F., Henry, J.P., Fourmaintraux, D., 1997. Lab-oratory investigation of the Mechanical Behaviour of Tourne-mire Shale. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* 34, 3–16.

Thomsen 1986 Weak elastic anisotropy, *Geophysics*, Volume 51, Issue 10, <https://doi.org/10.1190/1.1442051>

Valès F., Duc Nguyen-Minh, Hakim Gharbi, Amel Rejeb. Experimental study of the influence of the degree of saturation on physical and mechanical properties in Tournemire shale (France). *Applied Clay Science*, Elsevier, 2004, 26 (1-4), pp.197-207. 10.1016/j.clay.2003.12.032

Wang, L., M. Bornert, E. Héripé, S. Chanchole, A. Tanguy, 2013, Full-Field Measurements on Low-Strained Geomaterials Using Environmental Scanning Electron Microscopy and Digital Image Correlation: Improved Imaging Conditions. Volume 50, Issue 5, Special Issue: Theme issue on Photomechanics, Pages 370-380, <https://doi.org/10.1111/str.12076>

8 -Annexes

ANNEXE 1 : SCAN D'UNE CAROTTE ENTIERE SOUS CELLULE T1

Pour éviter des hétérogénéités de minéralogie et de l'état de pré-endommagement trop marqués, une analyse en micro-tomographie RX est systématiquement réalisée avant et après essai.

Suite aux premières tomographies RX (mise en évidence de fissures supérieures à 60 μm d'épaisseur sur les éprouvettes de diamètre 36 mm), un protocole a été mis en place pour optimiser le carottage d'éprouvettes « saines ». Ce protocole a été testé sur la cellule EST 53619 et consiste en trois scans : 1) cellule complète avec tirants, 2) cellule sans tirants, mais avec béton, 3) cellule ouverte, sans tirants et sans béton.

Le premier scan de la cellule entière (tirants de reprise d'effort + béton autour de l'argilite) permet de rendre compte de l'état d'endommagement initial sur l'ensemble de la carotte avant de dé-confiner la cellule (Fig. A1.1a).

Dans un premier temps on réalise un scan hélicoïdal sur 7 tours (1440x7 = 10080 projections), ce qui représente **environ 90 heures de scan** avec une résolution de **voxel = 50 μm (1750x1750x7082 voxels = 21,7 Gvoxels (43,4 Go))**. On note que malgré le confinement de la cellule la carotte présente déjà des fissures sur les côtés inférieurs (Fig. A1.1b).

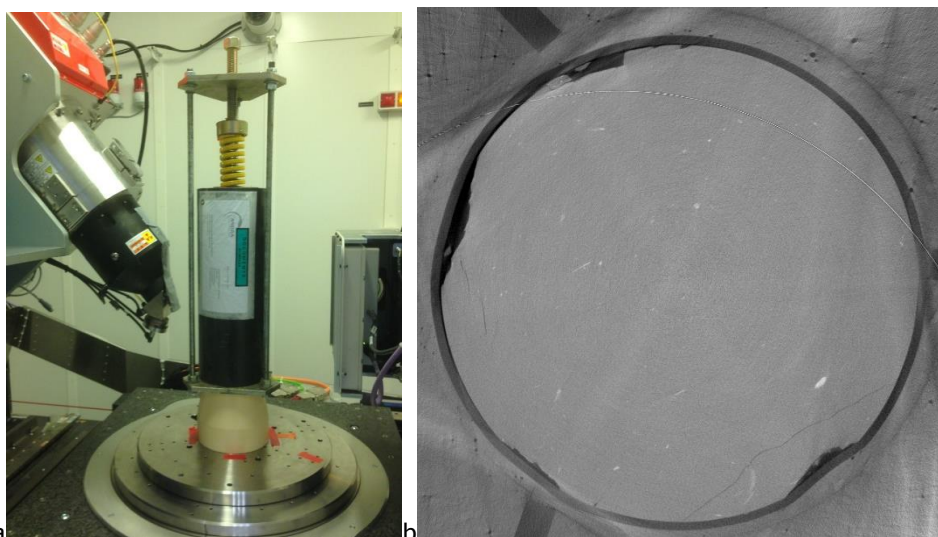


Figure A1.1 : a : montage pour le scan de la cellule T1 complète (Paramètres utilisés : 160kV, 315 μA , Cu filter (1,5 mm), Varian 2520, mode 1, framerate 0,5Hz, Aver 15). b : section transverse montrant une fissure préexistante dans la cellule T1.

Les second (sans tirants, avec jaquette de béton) et troisième scan (cellule ouverte, éprouvette d'argilite seule, Fig. A12) permettent un suivi de l'endommagement pendant les étapes de dé-confinement.

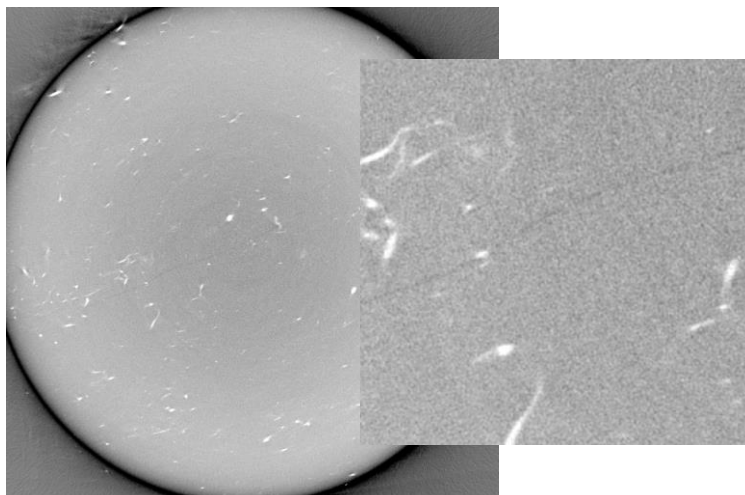


Figure A1.2 : voxel 43 μ m, 1780x1780x6446 voxels, 20,4 GVoxels (43,4 Go), 160kV, 315 μ A, Cu filter (1,5 mm), Varian 2520, mode 1, framerate 2Hz, Aver 2

Les carottes sont dorénavant scannées systématiquement après déconfinement de façon à optimiser le forage et obtenir des échantillons de diamètre $\phi=36$ mm intacts.

Bilan de tomographie des carottes avec cellule T1 ou carottes grand diamètre sans cellule

Douze carottes ont été scannées. Le voxel pour la plupart des scans est de 43 μ m. Certaines d'entre elles ont été sous-carottées en diamètre 36 mm par la suite. La majorité des carottes scannées avec confinement (cellules T1) ou après retrait des tirants (et ressort de reprise d'effort) présentent en général une grosse fissure partant du haut ou bas de la carotte (voire des deux côtés) et se propageant dans la carotte. Une évaluation de l'ouverture des fissures montre une ouverture moyenne de 300 μ m, allant de 172 μ m à 559 μ m (voir tableau ci-dessous).

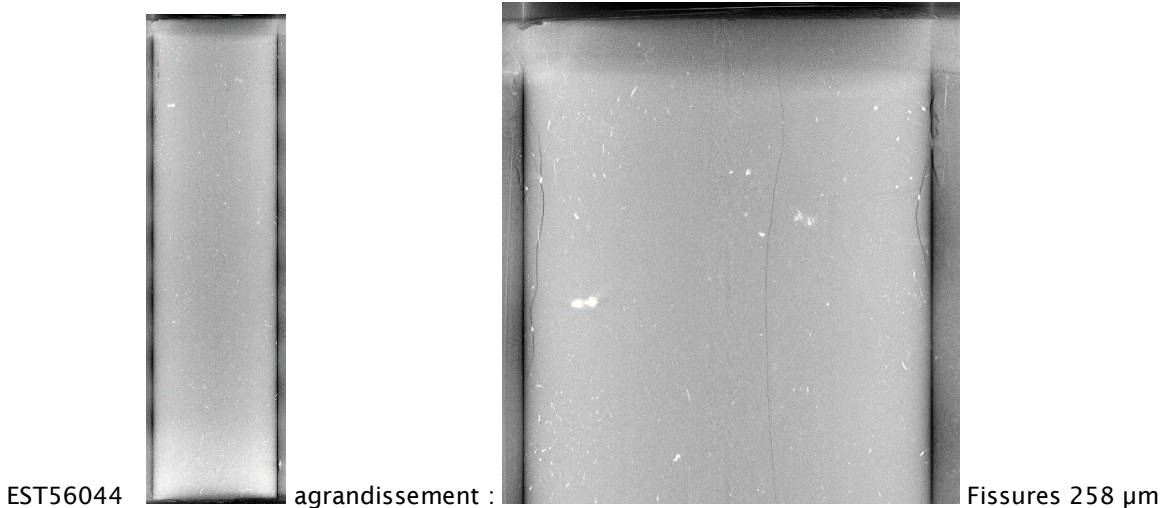
Cellule (ouverture de fissure)	Carottage/série
EST53619 [#]	D
EST55518 ^{##}	F
EST53627 (253 μ m)	G
EST56044 (258 μ m)	I
EST57158 (172 μ m)	J
EST56053 (258 μ m)	J*
EST57899 ["]	K
EST56042 (300 μ m)	non
EST56050 (172 μ m)	non
EST30305 (430 μ m)	non
EST57156 (559 μ m)	non
EST57896	non

["] sans conditionnement type cellule T1

[#] Carotte scannée 3 fois : avec tirants, sans tirants & avec béton, sans tirants & sans béton

^{##} Carotte scannée 3 fois : avec tirants, avec tirants et zoom partie endommagée puis sans béton

Exemples de sections d'un scan :



Une campagne de tests a été menée sur une carotte prélevée à Bure et rapportée directement sans confinement de type cellule T1. La tomographie de cette dernière carotte montre l'absence de fissures.

Bilan sur la préparation des éprouvettes Benchmark LMS/Navier juin-juillet 2018

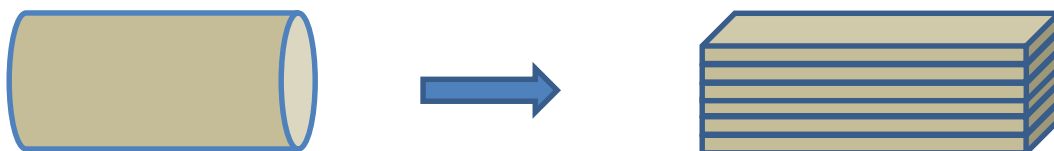
Le carottage sur une première carotte sans conditionnement T1 montre une amélioration certaine des éprouvettes de diamètre 36 mm et longueur 72. Cependant, on constate toujours des fissures (plus petites). Il a été décidé de vérifier le traumatisme subi par les éprouvettes lors du carottage et de la rectification

- 1) Une réflexion a été menée sur la géométrie du carottage. Traditionnellement, le carottier entre en contact avec l'enveloppe cylindrique de la carotte, maintenue par un étau selon trois génératrices :



Les faibles aires de contact des mâchoires de l'étau et de l'attaque initiale du carottier peuvent poser des problèmes et amorcer des fissures.

Pour réduire ces risques, dans un premier temps, la carotte Est57904 de diamètre 120 mm et longueur 300 mm est coupée de manière à obtenir une forme parallélépipédique en ayant pris soin de repérer la direction dur litage. Dans ce cas, il a été décidé de débiter des carottes d'orientation 90° :



- 2) Une réflexion a aussi porté sur le traumatisme subi par l'éprouvette lors des différentes étapes de carottage, de coupes avec la scie diamantée, ou lors des surfaçages des faces d'appui.

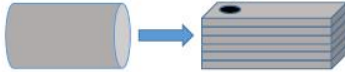
Nous avons mis en place un protocole de prélèvement d'éprouvettes à différentes étapes de la préparation, afin de vérifier l'état de fissuration des éprouvettes à chaque étape.

Les différentes carottes de diamètre 36 mm de la série L, débitées sur la carotte EST57904, vont subir plus ou moins d'opérations. Certaines ne subiront pas de coupes au niveau des têtes à la scie après carottage : sans coupe → type A. Certaines subiront une coupe standard à la scie : coupe → type B. Certaines subiront une coupe améliorée, avec l'utilisation d'un bloc permettant le maintien sur toute l'enveloppe de la carotte: coupe améliorée → type C. Certaines subiront en plus un surfaçage (sans coupe & surfaçage → type F, coupe & surfaçage → type E, coupe améliorée & surfaçage → type D).

1. Imagerie 3D (XRCT) pour la sélection d'échantillon

Carotte SANS CONDITIONNEMENT en cellule T1
EST57904 $\Phi = 120$ mm & L = 300 mm

Mise en forme pour carottage:
série L, orientation 90°



L4, L5, L6 et L7:
présentent quelques
petites fissures

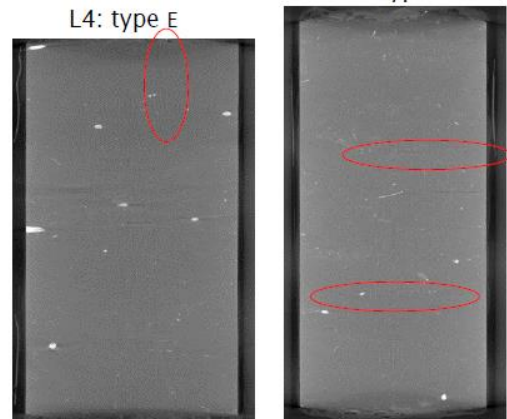
→ Protocole modifié:
polissage manuel doux

procédures de sous-échantillonnage

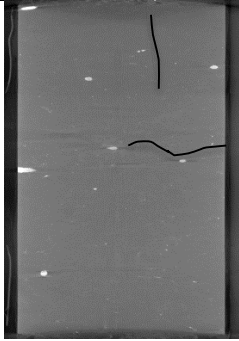
série L, Phi 36 mm, mode opératoire après carottage:

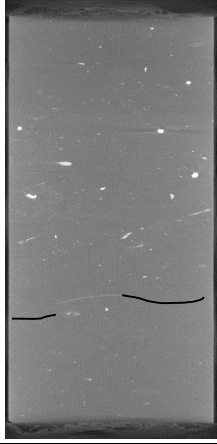
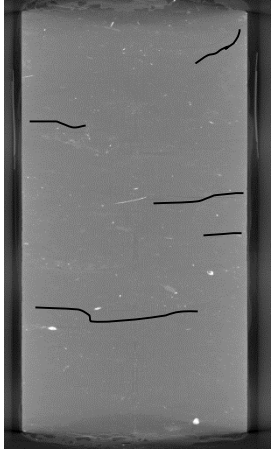
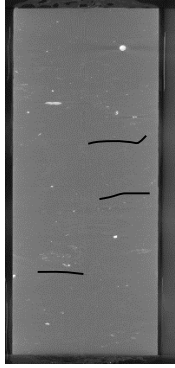
- Sans découpe (scie diamantée): → type A
- Avec découpe « libre » (scie diamantée): → type B
- Avec coupe & maintien (tube PVC): → type C
- Sans coupe & surfaçage (meule diamantée): → type F
- Avec coupe & surfaçage (meule diamantée): → type E
- Avec coupe & maintien & surfaçage → type D

L6: type D



Voici un bilan des éprouvettes débitées sur la carotte Est57904 qui présente une teneur en eau de 6.8% :

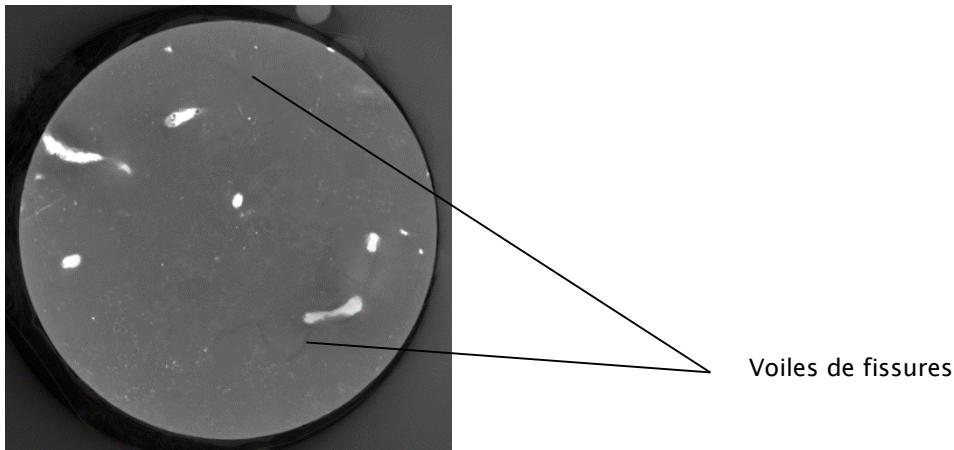
Nom échantillon	Orientation	Type préparation	Observations tomo
L1	90	A	Pas de fissures
L2	90	B	Pas de fissures
L3	90	C	Pas de fissures
L4	90	E	 225µm

L5	90	D		180µm
L6	90	D		180µm
L7	90	F		225µm

La taille du voxel est de 45 µm. Qualitativement, les éprouvettes présentent moins de fissures que dans les cas précédents. Les carottes ayant subi les types de préparation A, B et C ne présentent pas de fissures à l'échelle du voxel choisi.

Les autres éprouvettes (L4, L5, L6 et L7) présentent des petites fissures qui ressemblent à des voiles noirs (lorsqu'on regarde des plans 2D) car orientées quasi horizontalement par rapport à l'axe de l'éprouvette (à noter que seul L4 présente une fissure // à l'axe de l'éprouvette). Ces fissures sont cependant bien moins nombreuses et étendues que dans les échantillons prélevés jusqu'à maintenant.

Toutefois, la rectification par surfaçage des faces d'appui à la meule diamantée semble être l'étape critique. Enfin, L6 et L7 dont le forage était très rapproché du bord de la carotte présentent plus de que les autres échantillons.



Enfin, il a été mis au point une procédure de surfaçage à l'aide d'une machine de polissage avec vitesse de plateau variable et un tube permettant de tenir les éprouvettes de diamètre 36mm afin de rectifier les éprouvettes L1, L2, et L3.

Les éprouvettes L1 et L3 ont été de nouveau scannées aux RX. Qualitativement, elles ne présentent pas de nouvelles fissures.



Cellule Est57904 rectifiée en parallélépipède avant carottage. Emplacement des éprouvettes de la série L. Noter que L6 et L7 sont proches des bords. B : Découpe des éprouvettes carottées dans Est57904 à la scie diamantée. Les éprouvettes sont maintenues dans un bloc de grès, qui a été foré à un diamètre équivalent plus une épaisseur de tube PVC.

ANNEXE 2 : ESSAIS A TROU OPTIQUES ET TOMO RX

Un complément d'étude sur les effets mécaniques d'anisotropie a été basé sur la technique DCDC (double drilled clivage compression). Ce type d'essai consisté à charger axialement un échantillon pré-percé et à provoquer la propagation stable de fissuration à partir de la concentration de contrainte au niveau du perçage. Le but ici est d'observer les effets de la stratification du matériau sur le pattern de propagation de la fissuration.

Ont été réalisés des essais sous observation optique couplés à l'analyse DIC 2D, et des essais sous tomographie RX avec analyse DVC 3D.

Microscopie optique

On utilise la même machine de compression que celle des essais in situ MEB. La différence de protocole tient au fait que 1) le chargement mécanique est continu, sans paliers pour réaliser l'imagerie. 2) l'échantillon est à l'humidité relative ambiante. Bien que l'essai soit bien plus rapide que dans le MEB, l'échantillon est partiellement en désaturation.

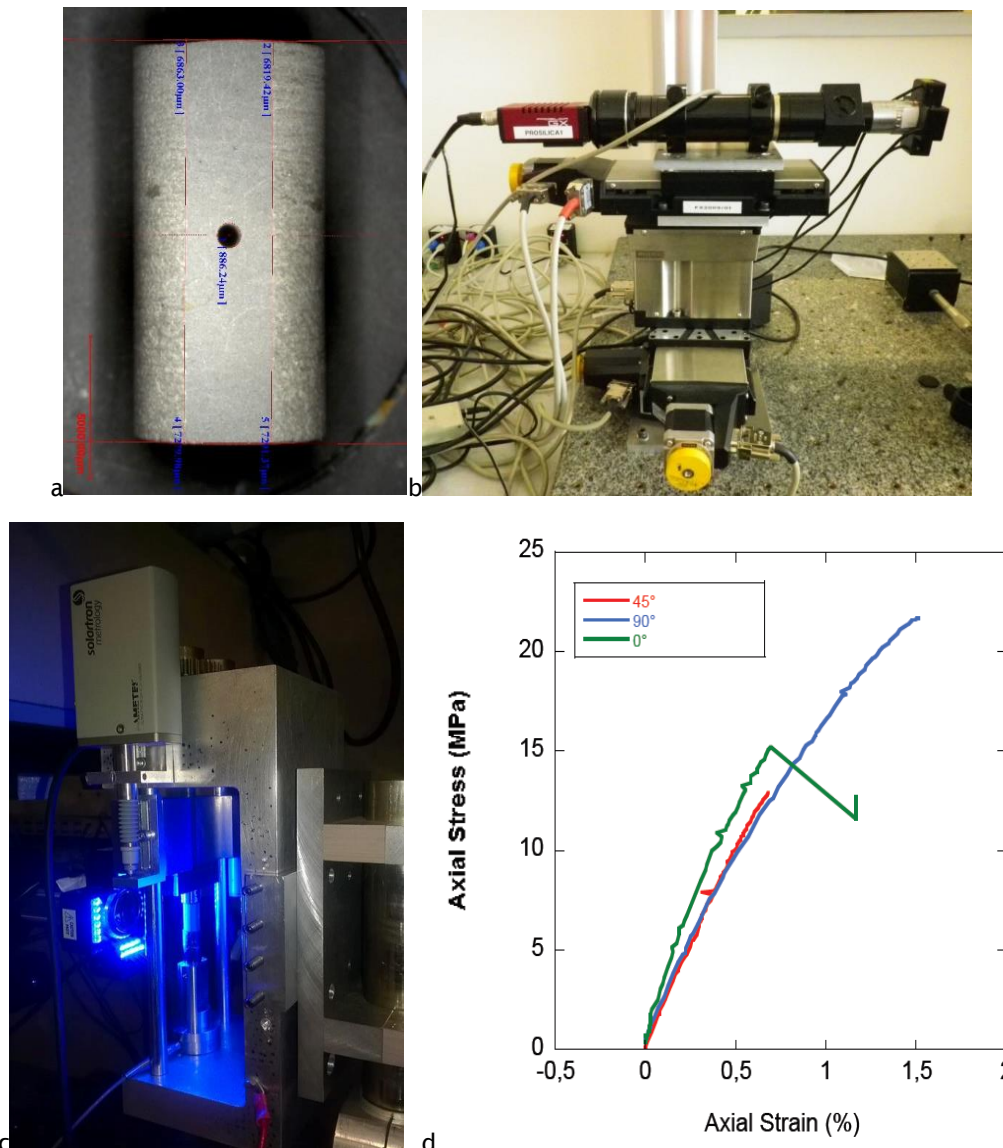


Figure A2.1 : a : échantillon à trou. b : caméra, optiques et platines automatisés pour la mise au point et le cadrillage de la surface d'observation. C : machine de compression, sous éclairage bleu. D : courbes de chargement pour échantillons à trous, orientés dans les 3 directions.

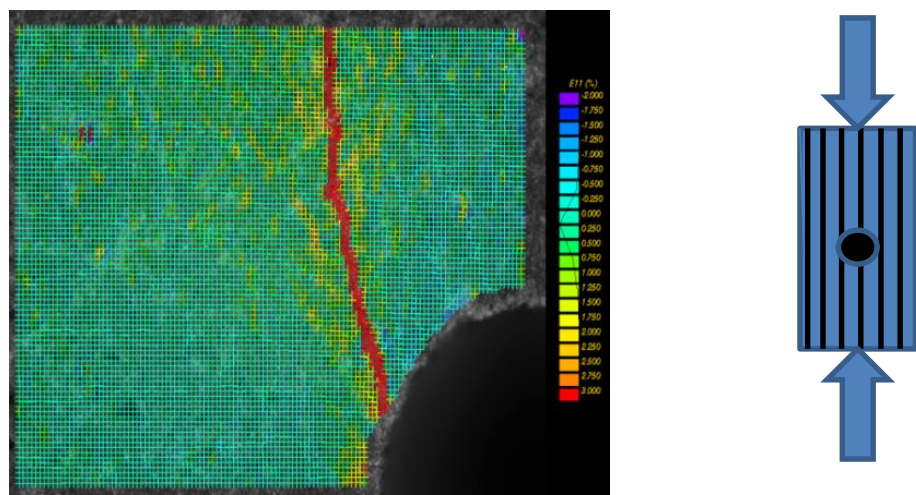
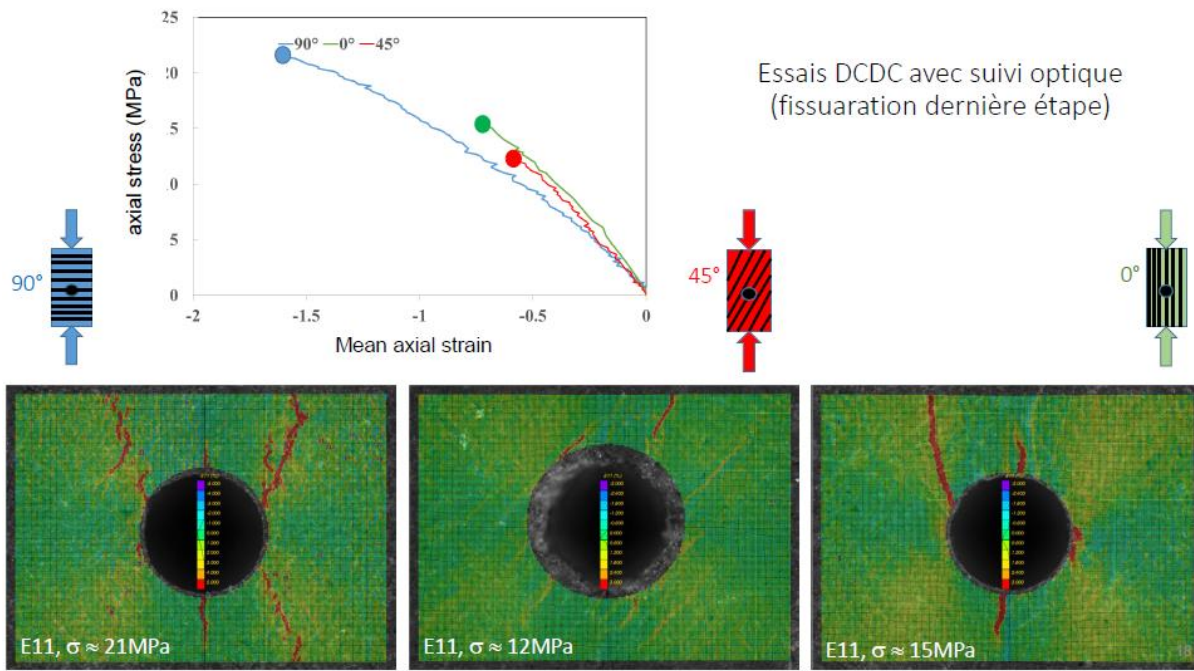


Figure A2.2 : Echantillon 0° - propagation d'une fissure le long de la stratification

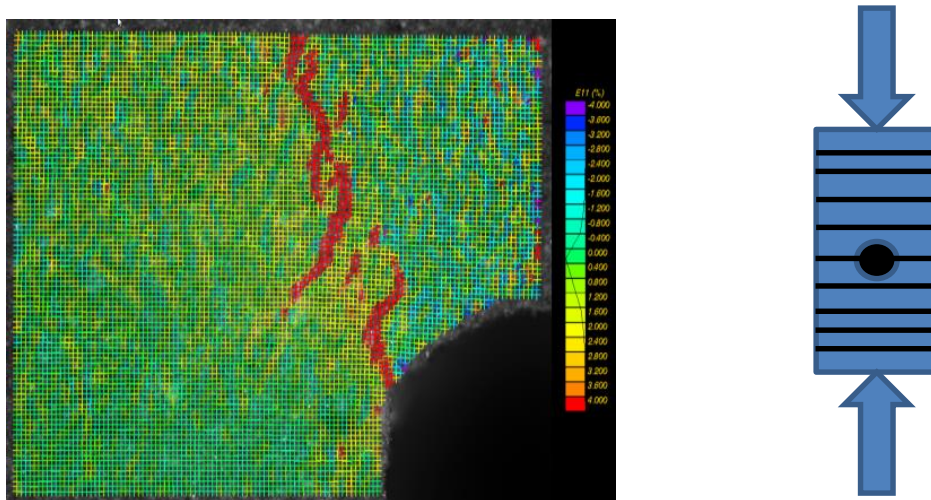


Figure A2.3 : Echantillon 90° - propagation d'une fissure « en échelons »

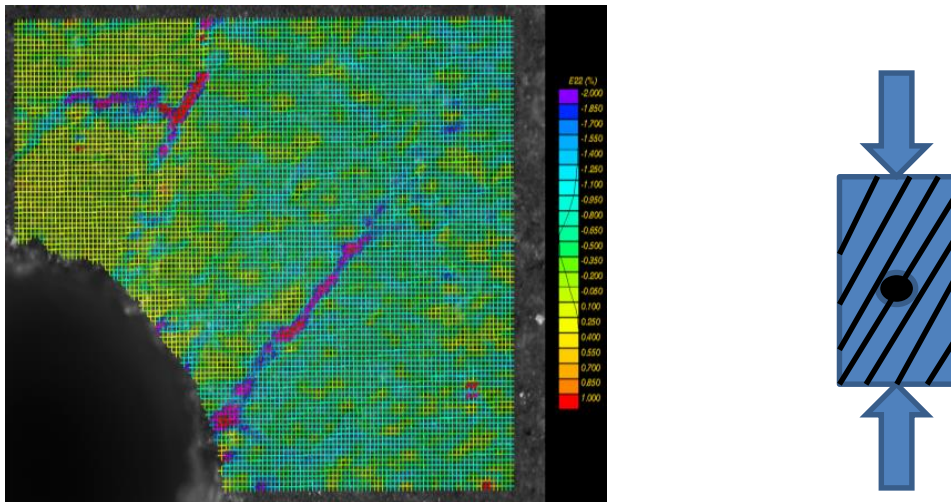
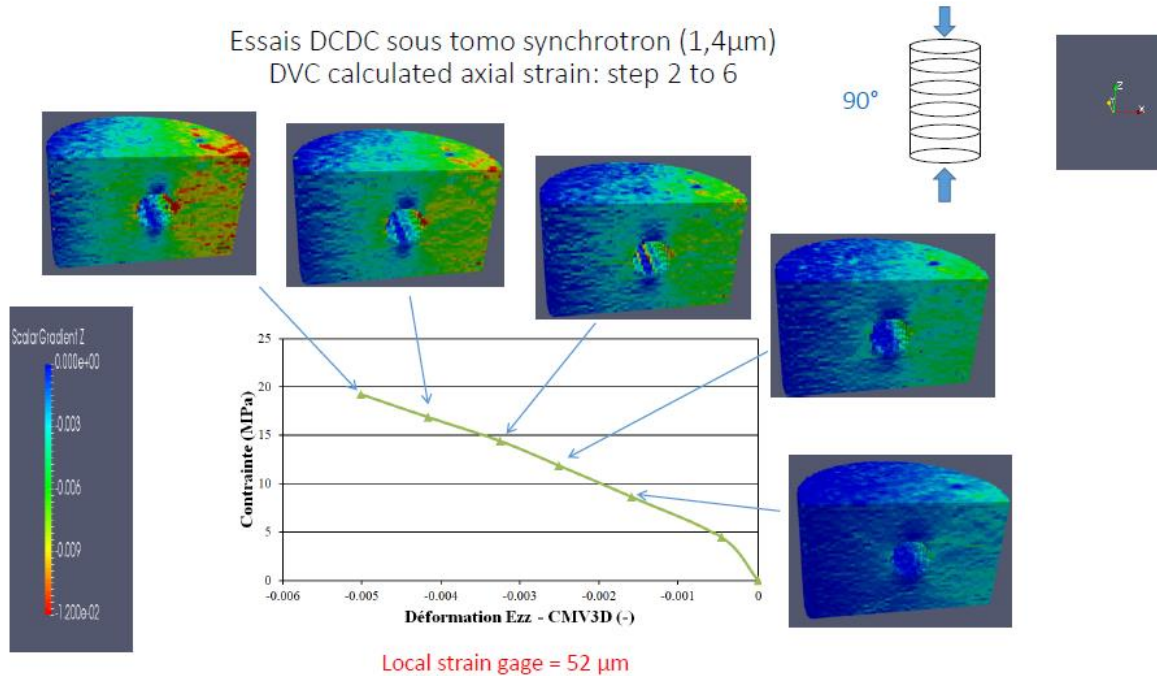


Figure A2.4 : Echantillon 45° - propagation d'une fissure le long de la stratification

L'anisotropie mécanique est clairement démontrée par la morphologie de propagation de la fissuration. Cette dernière suit directement la stratification dans les cas d'orientation à 0° et 45°, mais se propage en échelons dans le cas d'orientation à 90°.

Tomographie RX (Soleil)

Le protocole est le même que celui décrit dans la section d'essais sous tomographie RX, dans le rapport ci-dessus. Les échantillons préservés (saturés), sont protégés dans une jaquette pendant les essais sous faisceau RX synchrotron (Soleil).



24

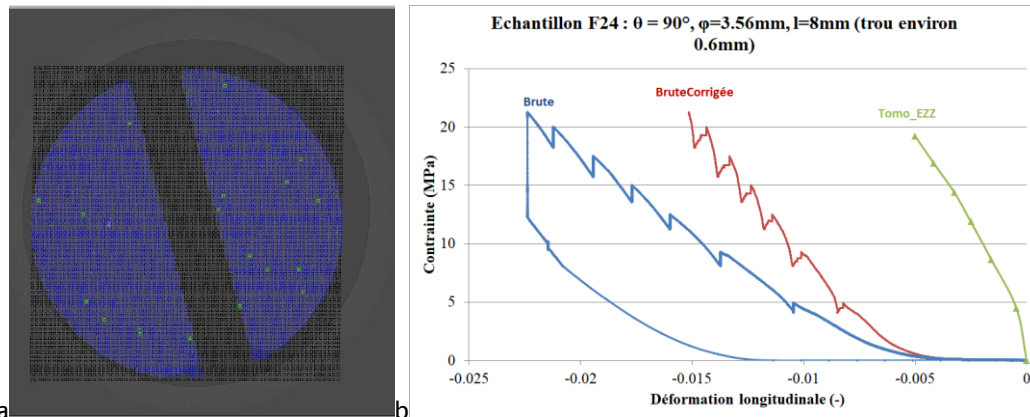


Figure A2.5 : a : Coupe transverse en Tomo RX au niveau du perçage cylindrique de l'échantillon orienté à 90° . b : courbes de chargement brute, corrigée et calculée par DVC (digital image corrélation).

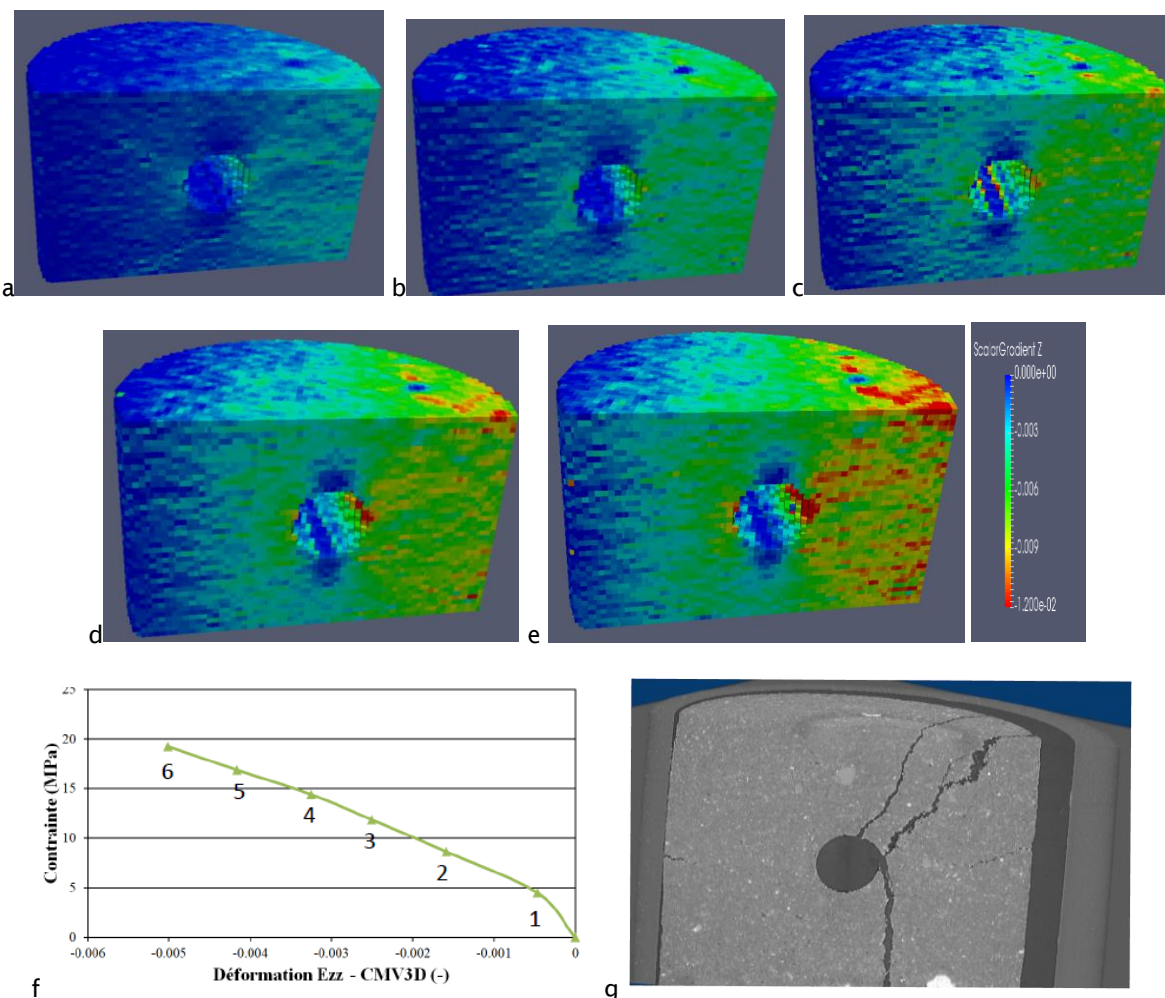


Figure A2.6 : a à e : Cartes de déformation longitudinale (base de mesure $54 \mu\text{m}$) aux étapes 2 à 9 de chargement indiquées sur la courbe déformation - contrainte (f). L'image de référence est l'étape 1. g : Etat de fissuration finale.

Les mesures de champs 2D et 3D sont en bon accord qualitatif. Par ailleurs, les patterns de fissuration observés en 2D se développent de façon caractéristique selon les différentes orientations de la stratification. Cette dernière représente bien une orientation à faiblesse mécanique, puisque la microfissuration s'y développe de façon préférentielle.

ANNEXE 3 : ESSAIS HYDRIQUES SOLEIL

Une étude complémentaire a été entamée sur les mesures des déformations associées au gonflement/retrait de la matrice argileuse lors des échanges hydriques avec le milieu environnant. Des échantillons cylindriques millimétriques sont graissés sur les génératrices et gainés dans des chemises en polymère ouvertes aux extrémités, ce qui ne permet que les échanges hydriques dans l'axe des échantillons. Ces derniers sont placés dans des conteneurs cubiques emboîtables en PMMA, de façon à obtenir des boîtes à double niveau. Le niveau de base contient un tissu imbibé de solution saline. Le niveau supérieur contient l'échantillon gainé. Les deux niveaux communiquent par un réseau de perforations.

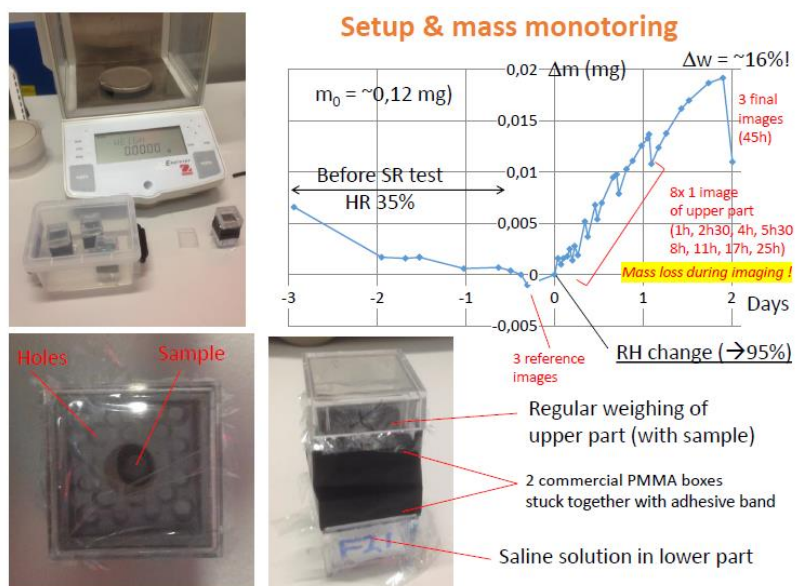


Figure A3.1 Montage d'un conteneur à deux niveaux pour les essais de chargement hydrique entre 35 et 95 % de RH. L'imagerie en tomographie RX est réalisée à différentes étapes d'hydratation/désaturation.

Les échantillons sont soit préalablement équilibrés avec une RH à 35% et subissent un chargement hydrique en étant placés dans un conteneur à RH de 95%, soit à l'opposé, ils sont d'abord saturés à une RH de 95% et sont par la suite exposés dans un conteneur à une RH de 35%. On pèse par étapes régulières, la partie supérieure du conteneur, et on mesure la perte ou la prise d'eau de l'échantillon qu'il contient. Une tomographie RX est réalisée à chaque étape, pour suivre les déformations en gonflement ou en retrait. La technique de soustraction d'images en DVC (Nguyen, 2015 ; Chen 2017, Château, 2018) a été appliquée et a permis de montrer qu'il n'y a pas d'endommagement local associé aux chargements hydriques. Par contre, nous avons constaté une dégradation des inclusions de calcite dans la périphérie de l'échantillon, que nous attribuons à un phénomène de radiolyse, avec décomposition du minéral sous l'effet des rayonnements ionisants en présence d'eau en phase vapeur et/ou libre. Les fluctuations de masse observées à chaque étape de scan RX sont probablement attribuables à ce phénomène, qui entraîne la décomposition de la calcite par décarbonation.

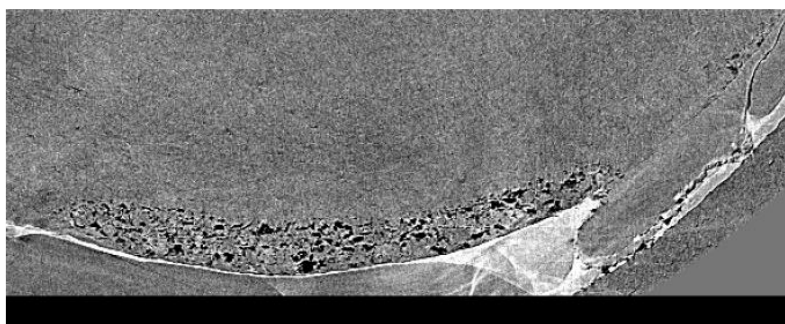


Figure A3.2. Effet de radiolyse de la calcite sur le pourtour des échantillons.

Fait à Palaiseau le 04/09/2020, Alexandre Dimanov.