



HAL
open science

Étude par couplage CIN-MEB de l'influence de la microstructure sur les déformations par dessiccation de l'argilite de Tournemire

Anne-Laure Fauchille, Stephen Hedan, Valery Valle, Dimitri Pret, Justo Cabrera, Philippe Cosenza

► **To cite this version:**

Anne-Laure Fauchille, Stephen Hedan, Valery Valle, Dimitri Pret, Justo Cabrera, et al.. Étude par couplage CIN-MEB de l'influence de la microstructure sur les déformations par dessiccation de l'argilite de Tournemire. CFM 2013 - 21ème Congrès Français de Mécanique, Aug 2013, Bordeaux, France. hal-03441280

HAL Id: hal-03441280

<https://hal.science/hal-03441280>

Submitted on 22 Nov 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.

Etude par couplage CIN-MEB de l'influence de la microstructure sur les déformations par dessiccation de l'argilite de Tournemire

A.L. FAUCHILLE^a, S.HEDAN^a, D.PRET^a, V.VALLE^b, J.CABRERA^c, P. COSENZA^a

^a Université de Poitiers, CNRS IC2MP UMR 7285, HydrASA, ENSIP, Poitiers, France

^b Université de Poitiers, Institut PPRIME CNRS UPR3346, Futuroscope Chasseneuil, France

^c IRSN, Institut de Radio Protection et de Sûreté Nucléaire, Fontenay-aux-Roses, France

Résumé :

La relation entre les déformations par dessiccation de l'argilite de Tournemire et ses propriétés texturales a été étudiée au moyen d'un nouveau montage expérimental. Celui-ci se divise en deux étapes : la première utilise la méthode de Corrélation d'Images Numériques (CIN) et la seconde la Microscopie Electronique à Balayage (MEB). L'intérêt de cette expérimentation est de pouvoir quantifier l'influence de la microstructure de l'argilite sur des déformations induites par des variations d'humidité. Dans une cellule expérimentale, un échantillon a été soumis à des variations contrôlées d'humidité. Au cours de l'essai, l'échantillon est filmé par deux caméras : la première caméra filme un champ large sur une face entière tandis que la seconde filme un champ zoomé sur une autre face. Le champ zoomé est ensuite analysé au MEB afin d'établir une cartographie des minéraux en mode électrons rétrodiffusés, qui sera comparée aux champs de déformations obtenus par CIN. Les résultats préliminaires montrent que la microstructure de la roche contrôle en partie l'intensité des déformations par dessiccation et la localisation des microfissures.

Abstract :

A new experimental setup was used in laboratory to understand the influence of the clay rock mineralogy microstructure on the crack patterns induced by desiccation. This setup has two separated parts: the digital image correlation (DIC) method is using in the first part and the scanning electron microscopy (SEM) in the second part. The objective of this study is to know quantitatively the nature and the organization of minerals around fractures and strain zones induced by humidity changes. In a waterproof box, a sample was submitted to a desiccation process. Two cameras recorded images of two sample faces: a complete face called "large field" and a zoomed face called "zoomed field". Then the zoomed field is analyzed under SEM in order to create a mineral map which will be compared to strain fields from DIC. Preliminary results show that microstructure can control the intensity of desiccation deformations and the localization of microcracks.

Most clés : argilite de Tournemire, CIN, MEB, déformations hydriques, cartographie de minéraux

1 Introduction

Grâce à leurs propriétés mécaniques et texturales, les argilites constituent un milieu potentiellement propice au stockage de déchets radioactifs en formation géologique profonde. Pendant leur creusement et leur exploitation, la ventilation des galeries des sites de stockage engendre une modification locale de l'équilibre hydro-mécanique de la roche. Cette modification entraîne autour des galeries l'apparition d'une zone fragilisée appelée Excavation Disturbed Zone (EDZ) dans laquelle les propriétés hydriques et mécaniques des argilites sont différentes de celles du reste du massif. Dans la station expérimentale de Tournemire, l'EDZ se manifeste par une fissuration régulière sur les surfaces rocheuses en contact avec l'air ambiant comme les fronts et les parois. Elle se présente sous la forme d'un réseau de fractures sub-horizontales espacées de 15 à 20 cm [1][4]. La présence d'une telle fissuration doit évidemment être prise en compte dans

les calculs de sûreté d'un stockage multi-barrières à long terme. Cette fracturation se développe le long des plans de stratification : elle semble donc associée à l'anisotropie structurale de la roche de par sa nature sédimentaire. L'origine physique de cette fracturation a été largement étudiée [2], cependant peu d'études existent sur l'influence des hétérogénéités minéralogiques sur la localisation des fractures et des zones de déformations qui leur sont associées. A notre connaissance, la dernière étude effectuée est celle de Wang et al. [3] visant à calculer au MEB Environnemental des champs locaux de déformation à l'échelle micrométrique, montrant l'existence d'un endommagement de la roche sous forme d'un réseau de microfissures aux interfaces grain-matrice. Cependant, cette dernière étude ne reflète pas les conditions d'humidité et de température du site de Tournemire et les cartes d'éléments chimiques utilisées pour identifier la texture de la roche sont trop imprécises pour identifier finement l'organisation spatiale des minéraux. Cet article présente une étude visant à coupler des mesures de déformation de l'échelle centimétrique (champ « large ») à micrométrique (champ « zoomé ») par une méthode d'extensométrie optique (CIN) à des cartographies minéralogiques quantitatives. L'objectif de ce travail est de savoir si la localisation des déformations est associée à une ou plusieurs propriétés texturales de la roche.

2 Matériau et méthodes

2.1 Matériau

La roche étudiée est l'argilite du massif de Tournemire, appartenant au bassin sédimentaire permio-mésozoïque de la région des Grands Causses situé dans l'Aveyron (France). Sa minéralogie est dominée par les phyllosilicates (20-50%) dont la kaolinite, l'illite et les interstratifiés illite/smectite, les tectosilicates (10-50%) dont le quartz et les feldspaths, les carbonates (10-30%) et les sulfures (2-7%) [4]. La roche présente une structure litée avec une alternance entre des lits carbonatés (parfois cimentés) d'une épaisseur variant de 500 à 900 μm et des lits plus argileux d'environ 200 à 400 μm . Sa structure est donc anisotrope. Les échantillons utilisés pour l'expérience ont été fournis par l'IRSN et proviennent du forage FD90 de la galerie Est 1996 entre 4.20 et 5 mètres de profondeur. Leur taille est d'environ 20x20x20mm³. La zone de roche associée au champ « zoomé » devra répondre à deux exigences : (a) sa surface doit être suffisamment plane et lisse pour éliminer les artefacts de topographie au MEB et (b) cette même surface doit pouvoir présenter un contraste optique suffisant (variations locales des niveaux de gris ou légère rugosité) qui sera utilisé comme marqueur naturel pour la CIN. La surface du champ zoomé est donc polie sans imprégnation suivant un protocole optimisé pour cette étude. L'amélioration du polissage a permis d'éliminer les artefacts liés à la topographie de l'échantillon classiquement rencontrés dans les travaux précédents en microscopie électronique (polissage « classique » : figure 1a) et permet ainsi un contraste suffisant entre les différents minéraux (polissage « optimisé » : figure 1b).

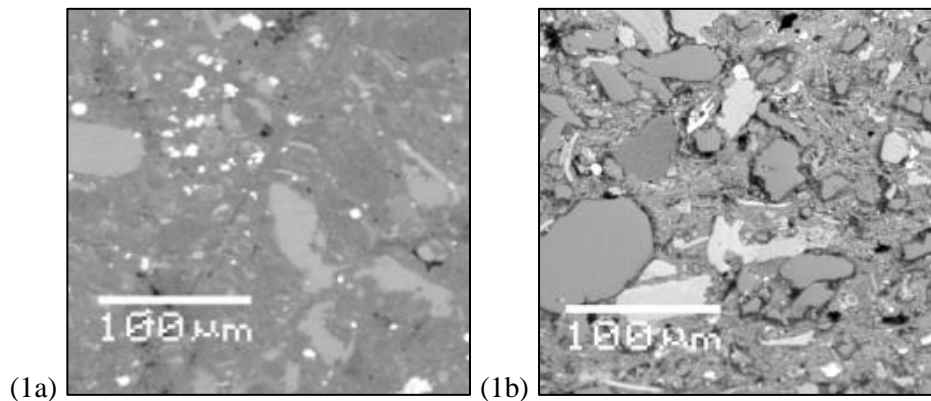


Figure 1 : Images MEB en mode électrons rétrodiffusés d'un échantillon préparé avec le polissage « classique » (1a) et avec le polissage « optimisé » (1b)

2 2 Méthodes

2 2 1 Montage expérimental pour la CIN

Le montage se compose d'une cellule environnementale étanche à l'air dans laquelle les conditions d'humidité et de température sont contrôlées. La cellule contient un capteur humidité/température, une balance électronique ainsi qu'un agitateur magnétique sur lequel est placée une solution saline saturée pour contrôler l'humidité. Un échantillon est placé sur des cales en téflon sur la balance. Deux caméras IDS μ Eye SE (2560x1920 pixels²) acquièrent des images (0.5 image.minute⁻¹) de deux faces de l'échantillon. La première caméra filme une face entière de l'échantillon, appelée « champ large » (résolution spatiale : 11.5 μ m.pixel⁻¹) et la seconde filme une partie de la face qui a été auparavant polie (résolution spatiale : 2.2 μ m.pixel⁻¹). Les caméras utilisées sont munies d'un objectif de 50mm et d'un objectif télécentrique respectivement. Le champ zoomé est entouré par quatre marqueurs qui permettront de retrouver la même zone au MEB. Un spot lumineux de 400W éclaire l'échantillon au moment de la prise des images. La température est contrôlée par un climatiseur à 25 \pm 2°C.

2 2 2 Méthode de corrélation d'images numériques (CIN)

Les images des deux caméras sont traitées par une méthode d'extensométrie optique, la corrélation d'images numériques. Cette méthode est basée sur la mesure du degré de similitude pouvant exister entre deux images d'un même objet, à deux états différents de déformation (un état de référence et un état déformé). La mesure de la correspondance entre les deux images s'effectue sur des fractions d'images, appelées aussi sous-domaines ou subsets. Dans cette étude, des subsets de 32x32 pixels² ou 70.4x70.4 μ m² ont été considérés. La taille des subsets est un compromis entre la précision de mesure et la résolution spatiale. Chaque pixel de l'image possède un niveau de gris compris entre 0 et 255 (8 bits). La méthode, basée sur les niveaux de gris des images, permet de trouver le vecteur déplacement des centres des subsets pour chaque image déformée. Les déformations sont extraites par dérivée numérique [5]. Le logiciel xCORREL© développé par l'institut Pprime de Poitiers a été utilisé dans cette étude. Sur le champ large le marquage est constitué par des rayures formées lors de la coupe de l'échantillon et sur le champ zoomé par des minéraux polis.

2 2 3 Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Suite aux essais du tableau 1, les échantillons sont sortis de la cellule environnementale, puis placés en conditions anhydres dans un dessiccateur contenant du P₂O₅ (HR=9%) avec contrôle de la masse mais sans mesure des déformations hydriques. Puis sous vide secondaire, la surface polie est analysée au microscope électronique à balayage en mode électrons rétrodiffusés. Ce mode d'analyse est sensible au numéro atomique moyen des minéraux qui se traduit sous forme de niveaux de gris. La tension d'accélération utilisée est de 15 kV et le courant sonde de 1 nA. Plusieurs images de 1280x960 pixels sont prises au MEB puis assemblées avec le logiciel Photoshop© pour réaliser une image mosaïque correspondant à la totalité du champ zoomé avec une résolution de 1,55 μ m.pixel⁻¹. Afin de localiser les grains et de produire une cartographie minérale, un seuillage a été mis en œuvre par l'identification des gammes de niveaux de gris associées à chaque minéral à partir de la dérivée de l'histogramme des niveaux de gris [6]. Quatre marqueurs disposés au préalable autour du champ « zoomé » permettent de trouver avec précision (erreur = 2%) la zone analysée en CIN.

3 RESULTATS

Trois types d'essais ont été réalisés dans cette étude, mais seuls les résultats du test 1 sont détaillés dans cet article.

Essai	Type	Conditions d'humidité et de température	durée
Test 1	Désaturation brutale à l'air libre	HR 98%→40% T=25°C	48h
Test 2	Cycle -humectation/dessiccation	HR 98%→33%→98%→33% T=25°C	60 jours
Test 3	Désaturation par paliers	HR 98%→92%→86%→81%→76%→62% →54%→33% T=23°C	90 jours

Tableau 1 : Récapitulatif des essais effectués

3 1 Organisation des réseaux de fissures observées en CIN

Lors de la dessiccation, deux réseaux primaires de fissures se forment parallèlement à la stratification (réseaux I₁ et I₂, à forte et faible intensités respectivement). Ceux-ci sont connectés entre eux par un réseau secondaire (II) vertical, qui découpe la structure en « écailles » (c) de 1.3 à 1.5 mm d'épaisseur (lignes rouges sur la figure 2-c), rappelant à plus petite échelle la fracturation de l'argilite en « écailles » de 15 à 20 cm visible sur les parois du tunnel de Tournemire [7].

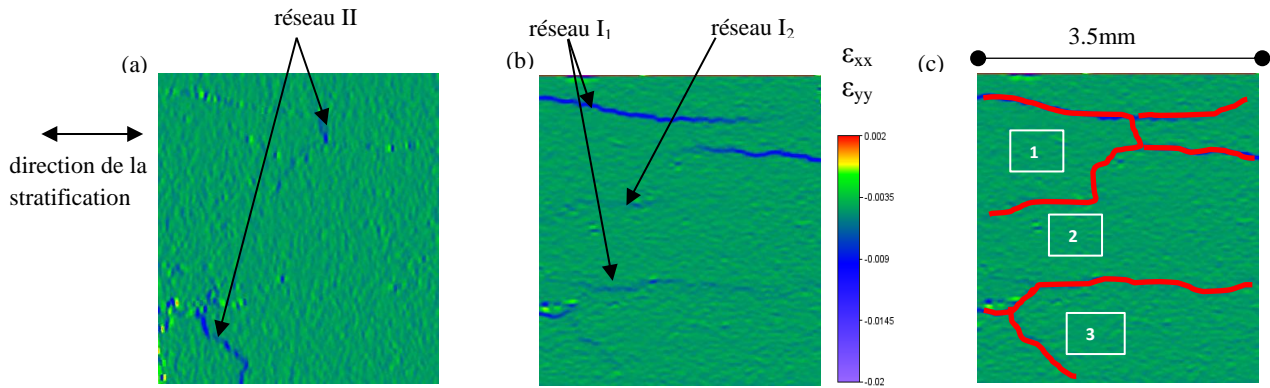


Figure 2 : Déformations ε_{xx} (a) et ε_{yy} (b) à $t=48h$ et structure en écailles (c) sur le champ zoomé délimitées par des lignes rouges

3 2 Influence de la teneur en eau sur l'intensité des déformations

La déformation moyenne ε_{yy} (perpendiculaire à la stratification) a été calculée sur une zone de 165x220 pixels éloignée des fissures des réseaux primaires et secondaire. Lors du retrait, la déformation ε_{yy} suit une évolution quasiment linéaire par rapport à la teneur en eau de l'échantillon jusqu'à $W=1.28\%$, puis commence à se stabiliser pour $W < 1.28\%$ rappelant la courbe de retrait des roches argileuses [8]. La déformation ε_{yy} semble donc dépendre de la teneur en eau de la roche. Pour une même valeur de teneur en eau, ε_{yy} présente des oscillations qui peuvent s'expliquer par de légères variations de température ($\pm 0.5^\circ C$) au cours de l'essai.

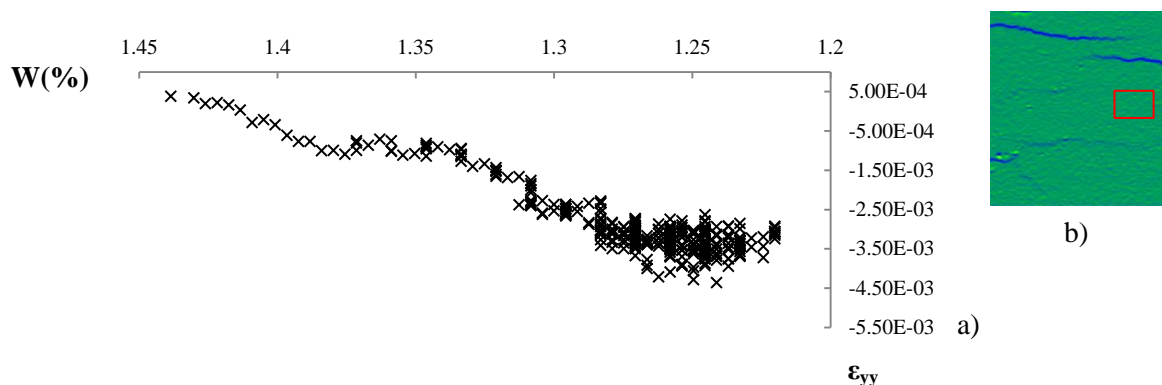


Figure 3 : Déformation ε_{yy} en fonction de la teneur en eau sur la zone 1 (a), localisation de la zone 1 (b)

3 3 Influence des paramètres texturaux sur la localisation des fissures et des déformations

A partir d'algorithmes développés en langage C sous Visual Studio©, le pourcentage de grains et la surface moyenne des grains ont été calculés à partir de l'image mosaïque MEB seuillée du champ zoomé. Le pourcentage de grains représente le rapport de la surface occupée par des grains entiers sur la surface totale d'une zone donnée. La surface moyenne des grains représente la moyenne de la surface des grains qui sont entièrement dans une zone donnée.

3 3 1 Influence du pourcentage de grains sur la localisation des fissures

Le pourcentage de grains a été calculé sur une zone de 450x1920 pixels (en prenant en compte des subsets de 70,5x70,5 μm^2) recoupant les réseaux I₁ et I₂ du champ zoomé (figure 4-e). Il est comparé à la carte des minéraux et à la déformation moyenne ϵ_{yy} (figure 4-a,b et c). La figure 4-c représente la moyenne de ϵ_{yy} sur chaque ligne de la figure 4-b. Dans la littérature, le pourcentage de grains est estimé à environ 55 \pm 5% [4]. Le pourcentage de grains calculé par les algorithmes est de 68 \pm 12%. Il est légèrement surestimé en raison du faible grandissement utilisé au MEB qui rend la matrice argileuse parfois difficilement visible. Le grandissement choisi au MEB est un compromis entre une bonne résolution spatiale (bonne distinction du contour des grains) et le nombre d'images MEB nécessaires pour scanner le champ zoomé. Plus le grandissement est important, plus le nombre d'images et le temps pour réaliser une mosaïque entière sont importants, augmentant le risque de distorsion des images due à la dérive du faisceau d'électrons de l'appareil.

Les résultats mettent en évidence l'importance de la proportion de grains par rapport à celle de matrice sur la localisation des fissures de dessiccation. Les fissures du réseau I₁ sont localisées dans la matrice argileuse à l'interface grain-matrice d'une part, et d'autre part à l'interface entre des lits à fort pourcentage de grain (>68%) correspondant aux lits riches en carbonates et quartz dont les plus gros peuvent être supérieurs à 40 μm , et des lits à faible pourcentage de grains (<68%) correspondant à des zones plus riches en matrice argileuse et en quartz inférieurs à 40 μm . De plus, la déformation moyenne ϵ_{yy} est plus importante au niveau du lit comportant moins de grains donc plus de matrice argileuse (lit à $P_{\text{grains}}=64\pm 3\%$). Au niveau du lit à $P_{\text{grain}}=74\pm 3\%$, ϵ_{yy} est fortement bruitée par des changements de niveaux de gris sur les images dus à un déplacement local plus important qui modifie l'angle d'incidence de la lumière sur l'échantillon. Les lits à forte proportion de grains (carbonates et quartz) induisent une incompatibilité des déformations : les propriétés de retrait-gonflement de la matrice argileuse ont du mal à s'exprimer, ce qui se traduit par la rupture locale de la roche [9]. **La localisation des fissures de dessiccation semble donc être influencée par la proportion de grains et de matrice argileuse, une des propriétés texturales de la roche.**

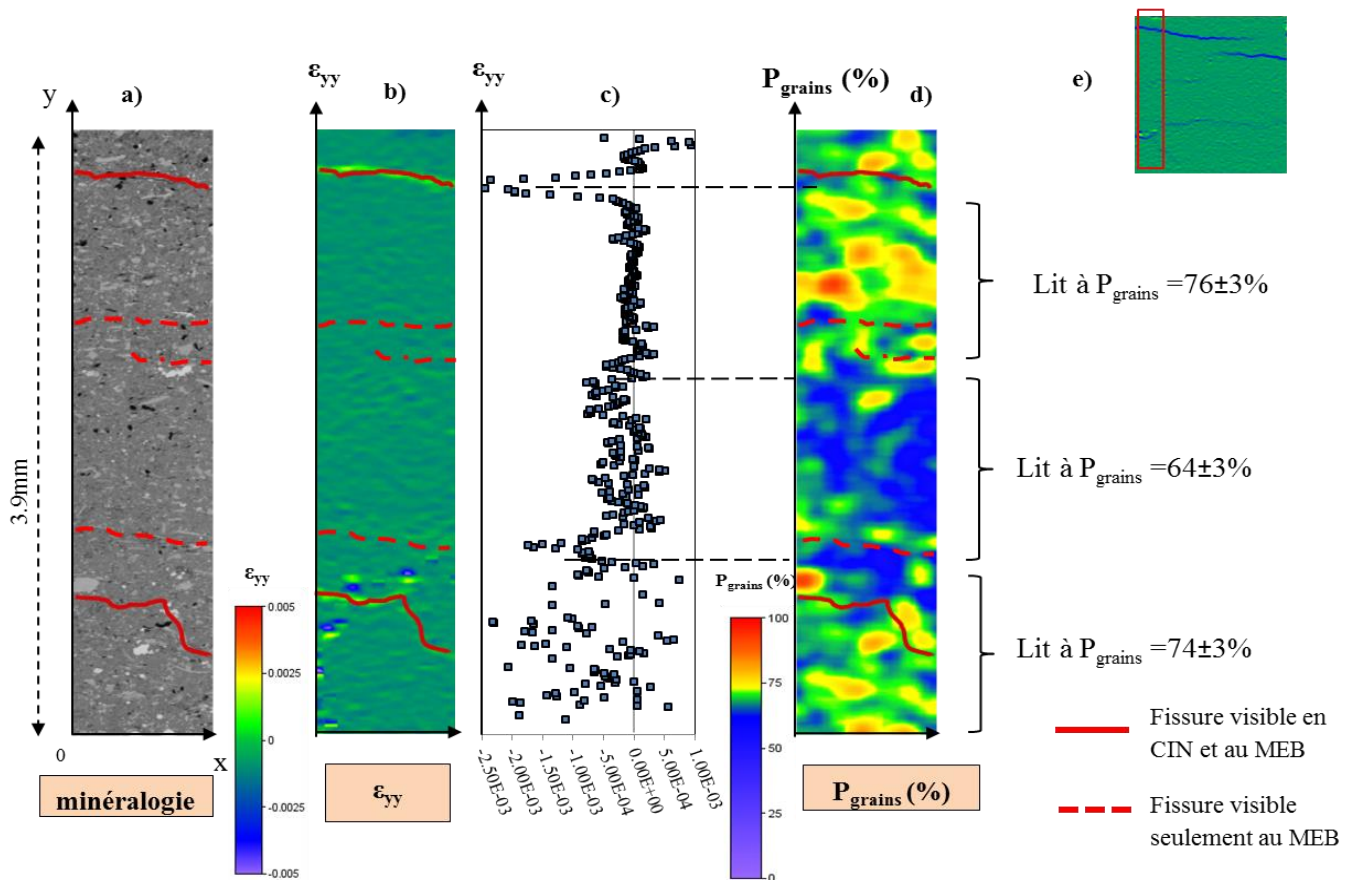


Figure 4 : Comparaison de la minéralogie (a), de la déformation ϵ_{yy} à $t=48\text{h}$ (b,c) et du pourcentage de grains (d), localisation de la zone analysée (e)

Des fissures non visibles en CIN sont remarquées au MEB car : a) la résolution spatiale de la CIN ne permet pas de les distinguer ou b) leur formation est postérieure à la CIN : elle peut avoir lieu dans le dessiccateur sous P₂O₅ ou au sein du MEB, l'échantillon étant soumis à un vide poussé pouvant engendrer un retrait et une microfissuration supplémentaire à celle de l'essai.

3 2 Influence de la surface des grains sur l'intensité des déformations

Le pourcentage de grains a été calculé sur différentes zones. Cependant, il ne permet pas d'expliquer la localisation de toutes les microfissures et des variations de déformations observées entre ces zones. La surface moyenne des grains (la granulométrie) a été calculée et comparée aux déformations pour des zones identiques. Des résultats préliminaires montrent que pour des pourcentages de grains identiques ($\pm 2\%$) et des surfaces moyennes de grains variables (15 à 18 μm^2), la déformation moyenne ε_{yy} présente des cinétiques différentes, mettant en évidence l'influence de la surface moyenne des grains sur l'intensité des déformations. La surface moyenne des grains semble donc être un deuxième paramètre textural important s'ajoutant au pourcentage de grain, influençant l'intensité des déformations par dessiccation. Il est fort probable que les déformations ne soient pas influencées par un seul paramètre mais par un couplage de différents paramètres dépendants ou non entre eux.

4 Conclusion et perspectives

Ce nouveau couplage expérimental alliant la CIN au MEB a permis de mettre en évidence l'influence de deux paramètres texturaux sur la localisation et l'intensité des déformations par dessiccation. Le pourcentage et la surface moyenne des grains contrôlent en partie l'intensité et la localisation des déformations. Les fissures de dessiccation sont localisées aux interfaces grain-matrice et aux interfaces « zone à fort pourcentage de grains - zone à faible pourcentage de grains » correspondant aux litages sédimentaires naturels de la roche. Lorsque la surface et la proportion de grains augmentent, la matrice argileuse a du mal à exprimer ses propriétés de retrait-gonflement, ce qui se traduit par la rupture locale de la roche. Par ces deux seuls paramètres, les cinétiques de déformations ne sont pas toujours comprises, d'autres paramètres texturaux sont donc à prendre en considération (exemple : le nombre de grains). L'étude de l'influence de ces paramètres texturaux sur les déformations permettra d'établir par la suite un modèle de comportement entre la microstructure et les déformations hydriques de la roche.

Références:

- [1] Nussbaum C., Armand G., Möri A., Bossart P., Visualization of ED fractures by using the in-situ resin impregnation technique: what have we learn ? Clays in natural and engineered barriers for radioactive waste confinement, 4th international meeting, Nantes p.811-812, 2010
- [2] Ramambasoa N., Etude du comportement hydromécanique des argilites : application au site de Tournemire, thèse de l'Ecole Polytechnique, 2001
- [3] Wang L., Halphen B., Bornert M., Pouya A., Yang D., Héripé E., Cahnchole S., Observation des micromécanismes de déformation et d'endommagement des argilites sous sollicitation hydrique, CFM, 2011
- [4] Cabrera, J., Beaucaire, C.; Bruno, G.; De Windt, L.; Genty, A. ; Ramanbasoa, N. ; Rejeb, A. ; Savoye, S. ; Volant, P. ; 2001. Le projet Tournemire comme support de l'expertise sur le stockage profond en milieu argileux : synthèse des programmes de recherche. Rapport IRSN/SERGD 01-19.
- [5] Brémand F., Cottron M., Doumalin P., Dupré J-C., Germaneau A., Valle V., Mesures en mécanique par méthodes optiques, Techniques de l'Ingénieur, 2012
- [6] Prêt D., Sammartino S., Beaufort D., Meunier A., Fialin M., Michot L.J., A new method for quantitative petrography based on image processing of chemical element maps : Part I Mineral mapping applied to compacted bentonites., American Mineralogist 95,p.1379-1388, 2010
- [7] Hedan S., Fauchille A-L., Valle V., Cabrera J., Cosenza P., One-year monitoring of desiccation cracks at Tournemire experimental station using Digital Image Correlation, soumis à IJRMMS, 2013
- [8] Gasc-Barbier M., Etude des mécanismes de déformation de roches argileuses, évolution de la microstructure et des analyses pétrophysiques, thèse Paris VI, 2002
- [9] Bauer-Plaindoux C., Tessier D., Ghoreyhchi M., Propriétés mécaniques des roches argileuses carbonatées : importance de la relation calcite/argile, compte rendu de l'Académie des Sciences de la terre et des planètes, vol.326, p.231-237, 1998