



**HAL**  
open science

## Analyse multi-échelle du comportement des carbonates poreux sous chargement triaxial

Catherine Doré-Ossipyan, Jean Sulem, Michel Bornert, Alexandre Dimanov,  
Patrick Aimedieu, Vincent de Greef

► **To cite this version:**

Catherine Doré-Ossipyan, Jean Sulem, Michel Bornert, Alexandre Dimanov, Patrick Aimedieu, et al.. Analyse multi-échelle du comportement des carbonates poreux sous chargement triaxial. 25ème Congrès Français de Mécanique, Association française de mécanique - AFM, Aug 2022, Nantes, France. 12 p. hal-04280090

**HAL Id: hal-04280090**

**<https://hal.science/hal-04280090v1>**

Submitted on 13 Nov 2023

**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.

# Analyse multi-échelle du comportement des carbonates poreux sous chargement triaxial

Catherine DORE-OSSIPYAN<sup>a,b</sup>, Jean SULEM<sup>a</sup>, Michel BORNERT<sup>a</sup>,  
Alexandre DIMANOV<sup>b</sup>, Patrick AIMEDIEU<sup>a</sup>, Vincent de GREEF<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Laboratoire Navier, ENPC, Université Gustave Eiffel, CNRS UMR 8205, 77455 Marne-la-Vallée, France

<sup>b</sup> Laboratoire de Mécanique des Solides, CNRS UMR 7649, École Polytechnique, 91128 Palaiseau, France

## Résumé :

*Sous conditions triaxiales, on observe souvent dans les roches carbonatées poreuses la formation de bandes de déformation. Dans le cas du carbonate de Saint Maximin, une étude précédente menée sur des échantillons de 40 mm de diamètre a montré que leur localisation est gouvernée par l'hétérogénéité de porosité locale. Un dispositif triaxial insérable dans un tomographe permet d'analyser ce phénomène de localisation en continu à une plus petite échelle (diamètre 15 mm). On décrit ici ce protocole expérimental permettant d'analyser le comportement d'une roche à microstructure complexe. Un premier essai sur un échantillon très poreux montre que la nucléation des bandes est toujours contrôlée par la porosité locale, mais les modes de déformation diffèrent entre la méso et la micro-échelle.*

## Abstract :

*Under triaxial conditions, deformation bands are often observed in porous carbonate rocks. In the Saint Maximin Limestone, an earlier study on 40mm diameter samples showed that their nucleation and propagation is controlled by the heterogeneity of porosity at that mesoscale. A triaxial device compatible with in situ X-ray tomography imaging allows us to observe the localization phenomenon more continuously and at a smaller scale (15 mm diameter samples). We describe the experimental method to understand the behavior of a rock with complex microstructure. A first test on a highly porous sample shows that nucleation still seems to be controlled by the local porosity, but deformation modes differ between the meso- and micro-scales.*

**Mots clefs : Roche carbonatée poreuse, Bandes de déformation, Essai triaxial, Corrélation d'Images Volumiques, Imagerie par rayons X**

## 1 Introduction

Ces dernières décennies ont vu un intérêt grandissant pour les roches sédimentaires poreuses, telles que les grès ou les carbonates, de par leur grande capacité de stockage, notamment pour la séquestration du CO<sub>2</sub> sous forme géologique. Pour ces applications, il est nécessaire de pouvoir comprendre l'évolution à long terme de la roche, ainsi que l'effet des sollicitations multiphysiques provoquées par ce type

d'opérations sur les propriétés mécaniques et de transport de la roche. Le comportement des carbonates est plus complexe que celui du grès, malgré des similarités [1]. D'une part, la calcite, qui compose à plus de 50% les carbonates, est moins résistante que la silice et peut réagir facilement en cas de présence de fluides acides. D'autre part, la très grande variabilité d'échelle d'hétérogénéités induite par la diversité des environnements de sédimentation dans les carbonates, ainsi que la complexité des processus géologiques, fait que nous ne comprenons pas entièrement l'évolution des propriétés telles que la porosité et la perméabilité, qui sont des paramètres essentiels pour les applications envisagées.

Des études expérimentales menées dans les deux dernières décennies sur les carbonates poreux [2-11] et des études de terrain [12-19] ont mis en évidence que, sous conditions de chargement multiaxial, ils accommodaient la déformation en la localisant dans des zones planaires d'épaisseur de quelques grains. Lorsque celles-ci sont associées à une réduction intense de porosité et de perméabilité, comme c'est le cas pour les bandes de compaction, elles forment un obstacle à la circulation des fluides dans la roche, puisque la perméabilité peut être réduite jusqu'à plusieurs ordres [2,11]. De par la complexité de la microstructure, les micromécanismes impliqués à différentes échelles dans la formation de ces bandes ne sont pas encore pleinement identifiés. Ces phénomènes sont étudiés expérimentalement sur une roche carbonatée de forte porosité (38% en moyenne), le calcaire de Saint-Maximin, qui a déjà été étudié à méso-échelle, sur des échantillons de taille standard (40x80 mm) [8-10]. Ce carbonate montre une hétérogénéité de porosité à l'échelle centimétrique, avec une alternance de zones plus ou moins denses. La mise au point d'une nouvelle presse triaxiale compatible avec une observation par tomographie X sous charge, ainsi que l'amélioration de la résolution spatiale de l'imagerie par rayons X, permet de tester et d'imager *in situ* des échantillons de diamètre inférieur à 15 mm. L'exploration de l'accommodation de la déformation sous conditions triaxiales de ces zones denses ou poreuses qui constituent la roche à plus grande échelle est ainsi rendue possible.

Les techniques d'analyse d'images, telles que la corrélation d'images volumiques (CIV), permettent d'accéder à la déformation et la structuration des bandes de déformation à l'intérieur des échantillons. L'évolution de l'endommagement et du champ de déformation peut être suivie par imagerie de l'échantillon à différentes étapes de l'essai. La résolution spatiale du détecteur permet également d'explorer *in situ* les mécanismes impliqués dans la formation des bandes de localisation.

## 2 Comportement mécanique du Saint-Maximin

Le calcaire de Saint-Maximin (SML) est un calcaire poreux (porosité moyenne >37%) à matrice granulaire, riche en quartz (20-40%), provenant de la carrière Rocamat à Saint-Maximin-sur-Oise, au nord de Paris (Oise). Le matériau est composé de coquilles fossiles, d'agrégats de grains de calcite microporeux et de grains de quartz, cimentés par de la micrite ou de la sparite carbonatées.

Lors d'un essai hydrostatique sur un échantillon de SML de taille standard, on observe un mode de rupture par écoulement cataclastique, caractérisé par un écrasement des grains et un effondrement poreux, sous une contrainte isotrope de 17 MPa. Cette contrainte critique est généralement notée  $P^*$ . A faible confinement (3-5 MPa) (Figure 1a, b), la courbe contrainte-déformation du calcaire de Saint-Maximin (SML) montre un pic, suivi d'un adoucissement, typique d'un comportement fragile. Les échantillons présentent des plans de rupture macroscopiques à des angles élevés par rapport à la contrainte principale intermédiaire. À des contraintes de confinement intermédiaires (6-12 MPa), le SML présente un comportement plastique quasi-parfait et des bandes de déformation se forment subhorizontalement. Pour un confinement supérieur à 12 MPa, la courbe contrainte-déformation montre un écrouissage continu de la roche avec parfois des chutes de contraintes, typiques de la formation de bandes de compaction discrètes dans des grès [20]. Pour des conditions de chargement similaires, la nucléation et la propagation de structures, telles que les bandes de cisaillement compactantes, peuvent

varier fortement d'un échantillon à l'autre. Cette variabilité est attribuée à l'hétérogénéité de la microstructure dans ce matériau. L'écrasement des grains et la fissuration sont les principaux micromécanismes observés, avec peu de plasticité cristalline dans les grains de calcite, comme le maillage mécanique [3]. Il est intéressant de noter que la plupart des grains sont des agrégats de cristaux de calcite très petits (inférieur à 1  $\mu\text{m}$ ) et que le maillage est ainsi difficile à observer. Cependant, il a été observé que ce mécanisme était responsable de la majorité de l'accommodation des déformations dans une roche carbonatée plus dense, comme le calcaire de l'Indiana [21,22]. Une contrainte locale de seulement 10 MPa est nécessaire pour l'activer à température ambiante (25°C). En conditions saturées, le SML présente le même comportement, mais à des contraintes beaucoup plus faibles, car l'eau diminue significativement la résistance [23].

L'identification des bandes s'avère difficile avec les méthodes classiques, car les bandes sont difficilement identifiables par inspection visuelle et l'activité acoustique de la calcite n'est pas aussi intense que la fracturation des grains de quartz [10]. La microtomographie à rayons X combinée à des analyses microstructurales, ainsi que le calcul de cartes de déformation par CIV à partir d'images 3D d'échantillons de 40 mm de diamètre testés *ex situ*, acquises à divers niveaux de chargement et pour différents confinements, ont permis de comprendre, dans une étude antérieure, la géométrie et la configuration des bandes ainsi que leur formation et leur évolution. Ces cartes se sont révélées être un outil puissant pour l'étude de la localisation dans les carbonates [8,9] à cette méso-échelle. Cependant, l'acquisition des images à différentes étapes de sollicitation a nécessité de décharger l'échantillon empêchant un suivi chronologique précis des phénomènes. Par ailleurs, la résolution spatiale (taille de voxel de 24 $\mu\text{m}$ ) imposée par la géométrie de l'échantillon a limité l'analyse microstructurale et en particulier la compréhension fine des micromécanismes associés aux phénomènes de localisation. Ces deux limitations sont corrigées dans la présente étude, grâce en particulier à un dispositif triaxial développé récemment au LMS, en lien avec Navier, qui permet de déformer *in situ* sous tomographie à rayons X, voire sous rayonnement synchrotron, des échantillons de plus petite taille (diamètre inférieur à 15 mm, taille de voxel de quelques micromètres).

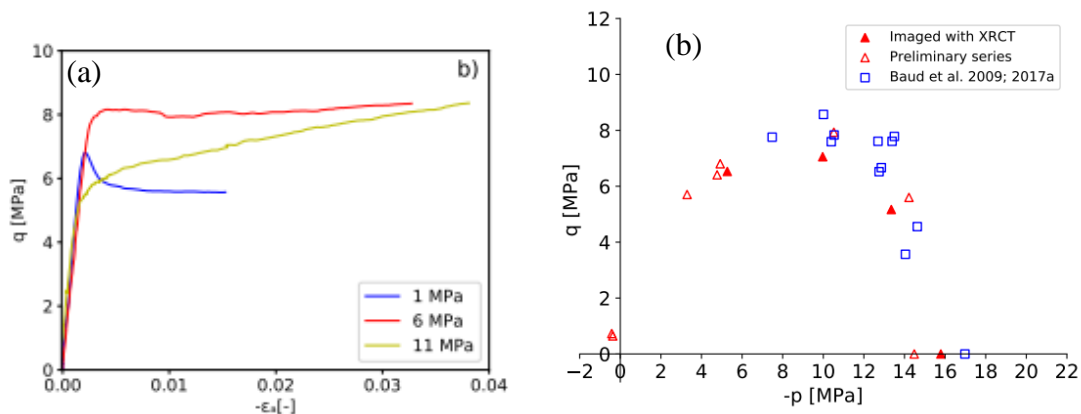


Figure 1. (a) Résultats typiques d'un essai triaxial en conditions drainées pour plusieurs pressions de confinement avec pression moyenne en fonction de la déformation volumétrique. (b) Surface de charge du SML de taille standard à 38% de porosité : triangles rouges pleins et vides pour les données de Abdallah et al. (2021) [9], et carrés bleus pour les données de Baud et al. (2009) [5] ; Baud et al. (2017a) [10].

## 3 Méthode expérimentale

### 3.1 Procédure expérimentale

Un premier essai exploratoire de ce nouveau dispositif a été conduit dans le microtomographe UltraTom (RX Solutions, Chavanod, France) du Laboratoire Navier, équipé de deux sources Hamamatsu (Fig. 2a), l'une en réflexion à 230 kV et d'intensité maximale de 1 mA, l'autre en transmission avec deux cathodes (W ou LaB6) différentes, à 160 kV et 100 kV, d'une intensité maximale de 10  $\mu$ A. Toutes deux peuvent être utilisées avec la cellule triaxiale, dont la géométrie est conçue de sorte à pouvoir minimiser la distance source-objet et ainsi atteindre les meilleures résolutions spatiales en laboratoire. Elle diffère de ce point de vue des dispositifs utilisés sous rayonnement synchrotron [24] pour lesquels les contraintes géométriques sont moins critiques. Une platine tournante permet la rotation précise du dispositif expérimental devant la source utilisée pendant l'acquisition de l'image. Les radiographies sont acquises avec un imageur récent Varex 4343 DXI, formé de 3072x3072 pixels de 139 $\mu$ m de côté, présentant un rapport signal/bruit notablement amélioré par rapport aux capteurs de générations antérieures.

Une pression de confinement maximale de 20 MPa peut être imposée dans la cellule triaxiale. Dans ce premier essai, le chargement hydrostatique a été appliqué manuellement jusqu'au confinement souhaité par paliers de 2 bars, radialement, puis axialement. La force axiale est appliquée par le piston inférieur, activé par un vérin électromécanique (Fig. 2b) et mesurée par deux cellules de force. La déformation axiale moyenne de l'échantillon peut être estimée à partir des tours moteurs, si l'on connaît la souplesse de la machine. De plus, tout au long des phases de chargement, des radiographies ont été prises de manière à suivre qualitativement et quasiment en continu la déformation de l'échantillon. Ceci a été fait dans le but de pouvoir suivre quasiment en temps réel la déformation dans l'échantillon, pour en particulier détecter les toutes premières manifestations de localisation. La déformation axiale moyenne sur l'échantillon peut aussi être estimée par application de la Corrélation d'Images Numériques 2D (CIN) sur les radiographies ainsi acquises.

Un échantillon cylindrique poreux (porosité moyenne de 41%), prélevé dans une zone moins dense d'un bloc de SML, de 14x33 mm est préparé et monté sur l'appareil triaxial, qui est lui-même monté sur la platine tournante. L'échantillon est glissé dans une membrane en silicone, qui est serrée contre les pistons, enduits de graisse à vide, à l'aide d'un collier en fil de fer fin, pour assurer l'étanchéité. Des talons en aluminium protègent les conduits d'injection pour le contrôle de la pression de pores du bouchage par des grains de calcite. Deux paires de feuillets circulaires de Téflon sont ajoutés entre le matériau testé et les talons, afin de réduire l'effet du frottement entre l'échantillon et l'aluminium.

L'essai est conduit à température ambiante sur un échantillon sec. Une pression hydrostatique de 2 MPa est d'abord appliquée. Un scan de référence est fait à ce moment-là (étape 0). Les scans sont réalisés avec la source en réflexion sous une tension de 120 kV et une intensité de 70  $\mu$ A. Un filtre en cuivre de 0.1 mm d'épaisseur a été rajouté sur la fenêtre de la source pour supprimer tout artefact de durcissement de faisceau, que les parois en aluminium de la cellule triaxiale réduisent déjà considérablement. Les scans sont réalisés en mode « stack » pour couvrir la totalité de l'échantillon, en deux balayages. Les volumes sont reconstruits avec une taille de voxel de 8,5  $\mu$ m à l'aide du logiciel X-Act (RX Solutions). Un second scan est réalisé au confinement de 9 MPa (étape 0bis). Pendant la phase déviatorique, on contrôle le déplacement du piston à une vitesse de 0,1  $\mu$ m/s, et sa position finale. Entre chaque pas de chargement, variant entre 2 et 50  $\mu$ m, une radio de l'échantillon est prise. À différentes étapes du chargement déviatorique, un scan de 16h de l'échantillon complet sous pression et déplacement machine maintenus est mené. Une étude métrologique préliminaire a montré que la CIN 2D menée sur les radiographie ne fournit une précision suffisante que si l'on réduit le bruit des radiographies par moyennage d'image ; 32 radiographies sont ainsi nécessaires pour chaque niveau de chargement, ce qui impose d'interrompre le chargement pendant leur acquisition.

Les images volumiques, de 2800x2800x4000 voxels, recodées en 8-bit, sont ensuite analysées à l'aide de la CIV, l'extension à 3 dimensions de la CIN [24,25] permettant ainsi de produire des cartes de déformations du matériau pendant l'essai. Cette méthode nous permet également d'estimer précisément les déformations axiales et transverses moyennes de l'échantillon. Depuis ces mêmes images, on calcule les cartes de porosité locale. Puisqu'on connaît la porosité totale, le niveau de gris moyen dans l'échantillon ainsi que le niveau de gris associé à un pore, on en déduit le niveau de gris associé à 100% de phase solide. Puis localement on détermine la porosité associée au niveau de gris moyen sur un certain volume. Ici, la porosité a été moyennée sur des domaines cubiques de  $20^3$  voxels.

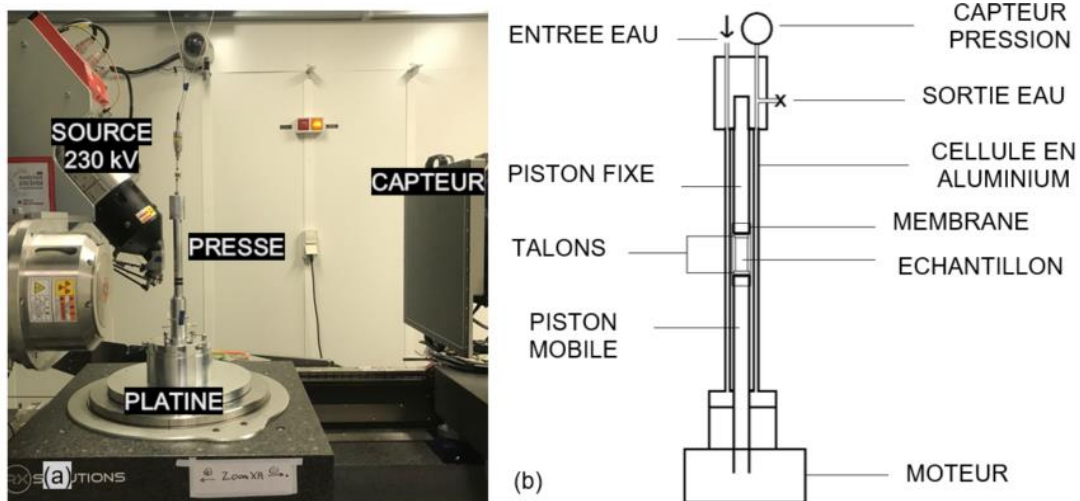


Figure 2. (a) Photo du dispositif expérimental monté (au centre) dans la chambre du tomographe avec source à gauche et détecteur à droite (b) Schéma de la presse triaxiale avec échantillon monté.

### 3.2 Corrélation d'images volumiques

La corrélation d'images volumiques [25] est une extension à trois dimensions de la corrélation d'images numériques [26,27] classique. Elle permet en particulier de caractériser l'hétérogénéité de la déformation locale dans un échantillon. Cette méthode consiste à déterminer le champ de déplacements à partir de la comparaison de deux images numériques tridimensionnelles avant et après déformation. On recherche la transformation mécanique approchée  $\phi_0$  à partir de la distribution niveaux de gris entre l'image de référence  $f(\underline{X})$  et l'image déformée  $g(\underline{x})$ . Des sous-domaines  $D$ , appelés domaines de corrélation sont définis dans l'image de référence. La transformation est déterminée à partir de la minimisation du coefficient de corrélation  $C(\phi_0)$  mesurant la ressemblance entre un domaine  $D$  et le domaine correspondant  $\phi_0(D)$ . Dans le code utilisé (CMV3D) développé au laboratoire, il est défini par

$$C(\phi_0) = 1 - \frac{\sum_{X \in D} [f(\underline{X}) - \bar{f}_D][g(\phi_0(\underline{X})) - \bar{g}_D]}{\sqrt{\sum_{X \in D} [f(\underline{X}) - \bar{f}_D]^2 \cdot \sum_{X \in D} [g(\phi_0(\underline{X})) - \bar{g}_D]^2}}$$

où  $\bar{f}_D$  et  $\bar{g}_D$  sont les niveaux de gris moyens de  $f$  et  $g$  dans  $D$  et  $\phi_0(D)$  respectivement. La ressemblance entre deux configurations est parfaite lorsqu'elle vaut 0 et anti-corrélée lorsqu'elle vaut 2. Sous l'hypothèse d'une translation uniforme à l'échelle de  $D$ , suffisante compte tenu des amplitudes très faibles des déformations considérées, l'évaluation de  $C(\phi_0)$  est d'abord menée « au voxel près » par

l'exploration exhaustive de l'ensemble des positions discrètes possibles. Pour accéder à une précision subvoxel, on minimise le coefficient vis-à-vis des composantes de déplacement continues en faisant appel à une interpolation des niveaux de gris de l'image déformée, au moyen d'un algorithme de descente de premier gradient. L'algorithme est parallélisé pour limiter les temps de calcul.

On suppose alors que l'on dispose d'images suffisamment contrastées à l'échelle étudiée et que chaque domaine ait des niveaux de gris uniques. Les matériaux hétérogènes tels que les carbonates sont très adaptés à l'utilisation de la CIV, car ils présentent naturellement de très bons contrastes locaux. Il faut par ailleurs supposer que la variation des niveaux de gris ne traduit que la transformation matérielle. Cette dernière hypothèse de conservation des niveaux de gris n'est cependant pas tout à fait vraie, notamment en cas de déformation intense au sein des domaines de corrélation, comme en cas de localisation des déformations. Ceci ne restreint toutefois pas l'applicabilité pratique de la méthode.

Pour cette campagne d'essai, un domaine de corrélation cubique de 20 voxels de côté (0.17 mm) a été retenu. Cette même distance définit aussi la base de mesure pour l'évaluation des déformations locales calculées à partir d'une formulation aux éléments finis dont les déplacements nodaux sont les mesures par CIV.

## 4. Résultats

### 4.1 Réponse mécanique

La compression et le raccourcissement sont ici positifs par convention. Les contraintes globales principales maximales et minimales sont notées  $\sigma_1$  et  $\sigma_3$  respectivement. La contrainte moyenne notée  $p$  et le déviateur  $q$  sont définis comme suit :

$$p = \frac{\sigma_1 + 2 \cdot \sigma_3}{3}$$

$$q = \frac{\sigma_1 - \sigma_3}{\sqrt{3}}$$

Le scan de référence 0 a été fait à une contrainte isotrope de 2 MPa. La Figure 3a montre la déformation axiale totale (machine et échantillon) en réponse à la montée en contrainte dans la cellule. Sous chargement hydrostatique, la contrainte  $P^*$  a été obtenue à 9 MPa. Un second scan (étape 0 bis) a alors été réalisé. L'échantillon a été déchargé jusqu'à  $p = 8$  MPa pour mener la phase de chargement déviatorique. Deux parties sont visibles sur le graphe : une première partie où l'échantillon se déforme à pression quasi-constante, puis une seconde avec une croissance quasi-linéaire. La déformation axiale donnée par les tours moteur de la machine est de 2.2% à la fin de la phase hydrostatique, valeur surestimée, puisqu'elle prend également en compte la déformation de la machine.

La courbe contrainte déviatorique-déformation axiale est présentée en Figure 3b. Le premier scan a été enregistré juste après une légère chute de la force axiale appliquée sur l'échantillon, peu visible sur le graphe. La partie linéaire en début de phase déviatorique est extrêmement limitée et un changement de mécanisme d'accommodation de déformation se manifeste à un déviateur très faible. Entre les étapes 0 bis et 2, soit entre 0 et 0.7% de déformation axiale (mesure machine), la courbe montre un plateau. Puis à partir de l'étape 2, intervient un écrouissage progressif du matériau jusqu'à 4% de déformation axiale, où l'expérience a été arrêtée, sans rupture de l'échantillon.

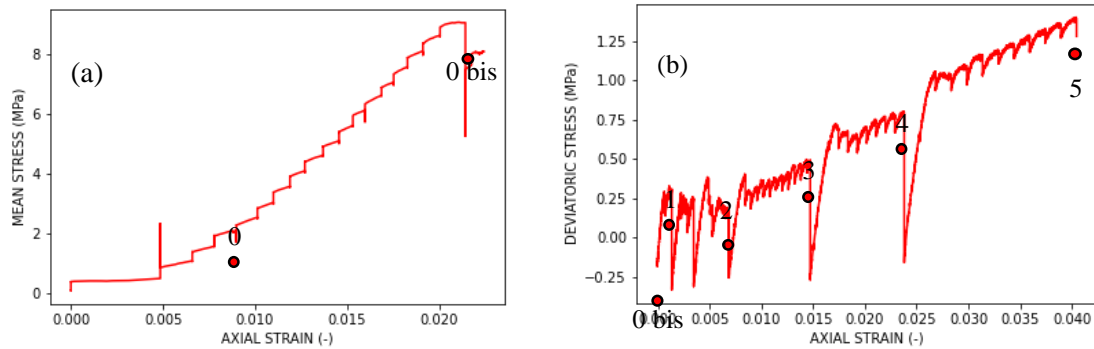


Figure 3. (a) Courbe déformation axiale vs contrainte moyenne. Réponse d'un échantillon de SML de 14 mm de diamètre à l'augmentation du confinement jusqu'à 9 MPa puis remise en conditions hydrostatiques à 8 MPa pour la partie déviatorique montrée en (b). La phase déviatorique est menée en plusieurs étapes jusqu'à une déformation axiale de 4%. Les points numérotés correspondent aux scans de 16h. Les grandes chutes de pression sont dues à des interruptions longues, tandis que les dents de scie sont dues à l'enregistrement des radiographies.

## 4.2 Cartes de déformation

Les images volumiques ont été traitées sur CMV3D, puis les champs de déformation ont été obtenus en utilisant le logiciel Paraview. La déformation dans l'échantillon pendant la phase déviatorique est caractérisée par l'apparition de bandes anastomosées où la variation de volume de 10 à 20% et pouvant aller jusqu'à 44% (Fig. 4). La Figure 5 montre une image reconstruite d'une section verticale de l'échantillon à l'état initial avant la phase déviatorique, ainsi que la carte de porosité correspondante. La porosité est globalement homogène, mais il existe néanmoins quelques inclusions denses ou poreuses d'un diamètre de l'ordre de 5 mm. Lorsque l'on superpose les cartes des déformations volumiques aux cartes de porosité, les déformations les plus intenses correspondent généralement aux zones de plus forte porosité. À la fin de l'essai, il subsiste quelques zones non ou peu déformées. Les pores de grand diamètre visibles sur les cartes se situant dans les zones denses bleues à l'étape 0 sont conservés à l'étape 5. Ces zones correspondent aux inclusions denses présentes initialement et les bandes formées les contournent. La porosité à la fin de l'étape 5 a été réduite à environ 36% en moyenne avec une distribution spatiale bien plus homogène qu'initialement, avec principalement des zones où la porosité se situerait entre 35 et 25% (Fig. 5).

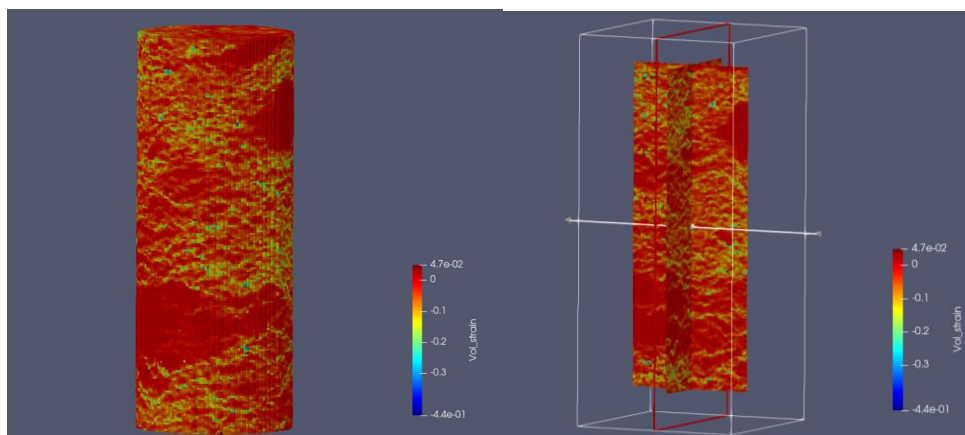


Figure 4. Carte des déformations volumiques en 3 dimensions de l'échantillon entre les étapes 0 bis et 5 (compaction négative) avec échantillon entier à gauche et deux sections orthogonales à droite. Un réseau de bandes s'est formé dans tout l'échantillon, sauf dans les inclusions denses où on a une déformation volumique quasiment nulle.



Pendant la phase hydrostatique, plusieurs bandes de localisations subhorizontales apparaissent dans la partie haute de l'échantillon, au milieu, ainsi qu'en bas (Fig. 6). Une compaction de 5 à 10% à l'intérieur des bandes est généralement atteinte, tandis que le reste de l'échantillon reste à déformation volumique quasi-nulle. Leur épaisseur se situe entre 1 à 4 éléments de 20 voxels (soit 0.2-0.7 mm). Les bandes semblent s'être formées dans les zones les plus poreuses (Fig. 4) (porosité locale entre 50 et 60%). La CIV estime la déformation axiale de l'échantillon à 0.45%, contre 2.2% donnés par les tours moteurs.

Pendant la phase déviatorique, la réponse globale du matériau est ductile. Plusieurs bandes apparaissent entre les étapes 0 bis et 3 au milieu et aux extrémités de l'échantillon. Chaque nouvelle bande semble ne pas être réactivée dans l'étape suivante. De nouvelles bandes multiples diffusent dans l'échantillon à partir de l'étape 3. Ce changement de comportement est visible dans la réponse mécanique avec un passage d'une phase de plateau vers un écrouissage progressif du matériau. Sur la dernière section montrée en Fig. 6, les bandes avec la déformation la plus intense se situent aux bords des fronts de propagation.

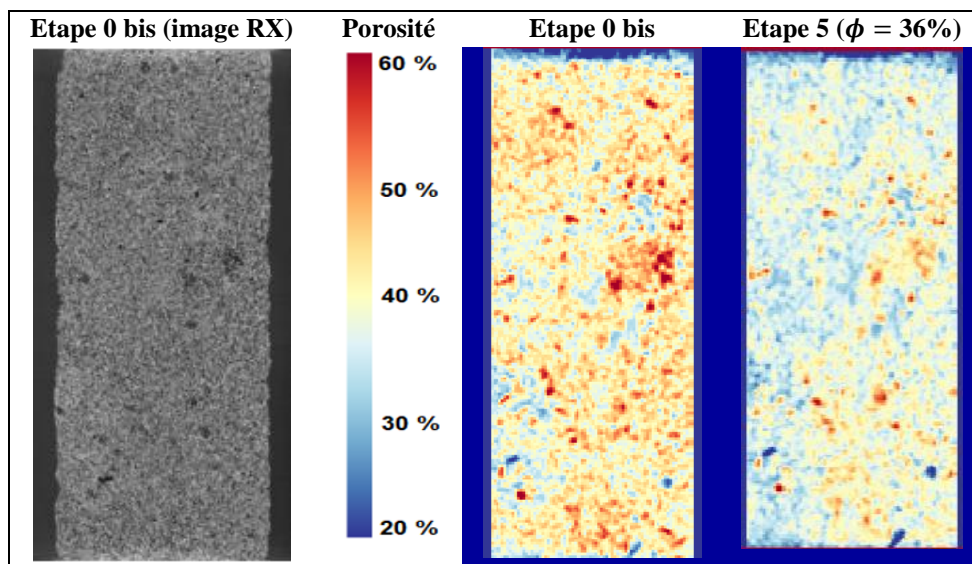


Figure 5. Image RX reconstruite et cartes de porosité locale calculées avec une fenêtre de 20 voxels de l'échantillon aux étapes 0 bis et 5 de la même section qu'en Fig. 6. La porosité dans l'échantillon à l'état de référence est globalement homogène avec quelques inclusions denses et poreuses. À l'étape finale, on voit une homogénéisation globale de la porosité autour de 36%.

## 5. Discussion et conclusions

Les objectifs de ce premier essai étaient d'établir une méthode expérimentale *in situ* systématique pour tester le même matériau à une petite échelle (15 mm de diamètre), avec une porosité homogène et à différents confinements, afin d'obtenir des surfaces de charge relatives à chaque zone élémentaire constituant le matériau (zones denses et poreuses) tout en y associant des modes de déformation locaux, ainsi que conduire une première caractérisation expérimentale pour des conditions particulières.

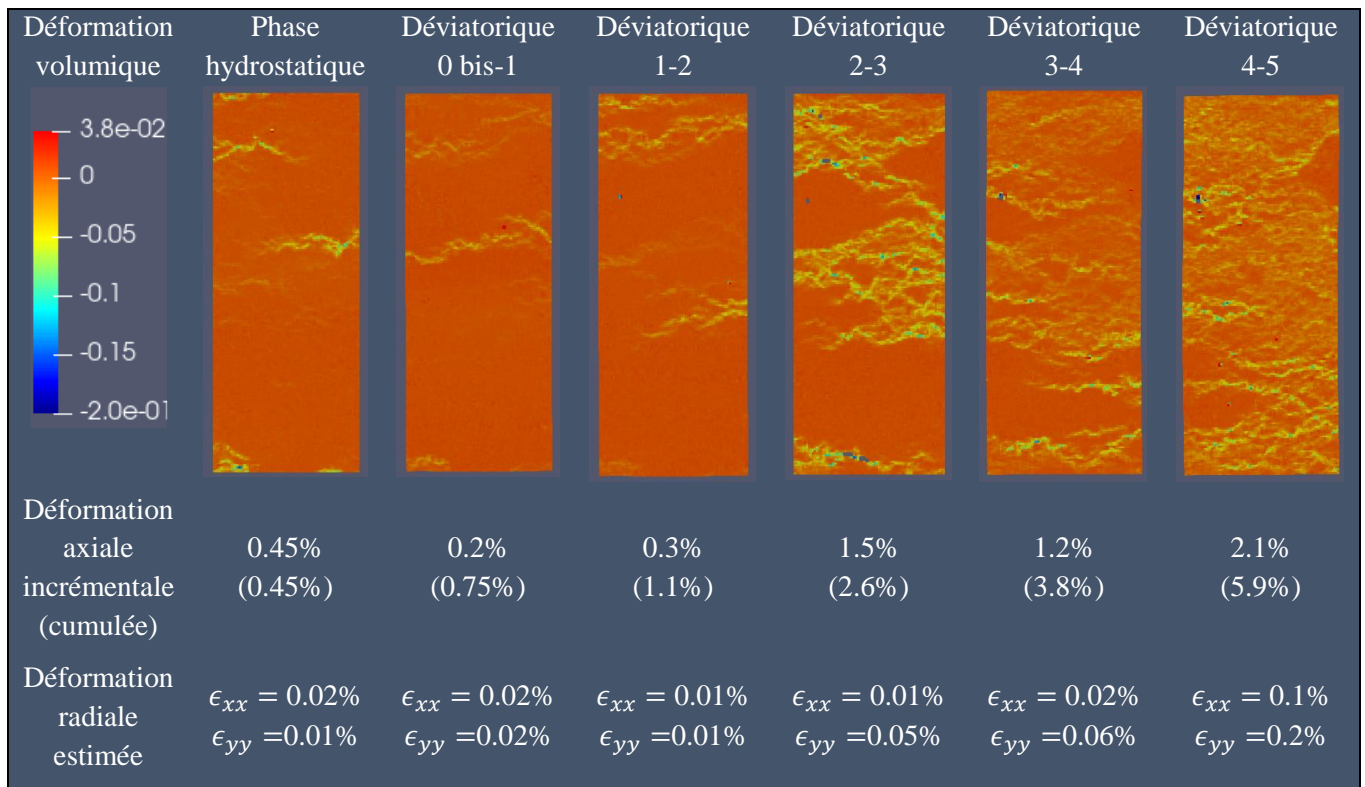


Figure 6. Cartes de déformations volumiques incrémentales d'une section verticale (attention : compression négative ici). Des bandes de déformation sont apparues dès la phase hydrostatique, mais ne sont pas actives dans la phase déviatorique. Entre les étapes 0 bis et 3, on remarque des bandes discrètes aux extrémités et au centre de l'échantillon. Aux étapes suivantes, des bandes se diffusent dans le reste du matériau à partir des bandes existantes. Les déformations axiale et radiale estimées par CIV est donnée en dessous.

Un échantillon de 41% de porosité totale a été testé à 8 MPa de confinement, mais la phase hydrostatique a été menée jusqu'à 9 MPa, confinement auquel le matériau a montré des signes de plastification. Les cartes de déformation ont révélé la présence de quelques bandes de localisation dans l'échantillon. La bande centrale s'est formée dans le cluster le plus poreux de l'échantillon, avec présence de macropores, soit une zone de résistance faible, et donc sous l'effet de l'hétérogénéité locale. Les bandes apparues pendant cette phase ont probablement été formées par l'application du faible déviateur, dû à la montée par paliers de la contrainte radiale puis axiale. À ce confinement-là, le matériau montre une réponse ductile pendant la phase déviatorique, avec un plateau d'étendue très limitée, correspondant à une apparition de plusieurs bandes discrètes visibles sur les cartes de déformation. La phase d'écrouissage commence à la fin de ce plateau. L'échantillon passe alors vers un mode de déformation diffus, avec propagation progressive des bandes à travers presque tout l'échantillon, les quelques zones les moins poreuses restant non déformées. Par ailleurs, dans ces zones, les pores de grande taille sont conservés, observation confirmée par l'exploration des images issues de microtomographie-X (Fig. 7). L'apparition des bandes dans l'échantillon a eu pour effet de diminuer et homogénéiser globalement la porosité.

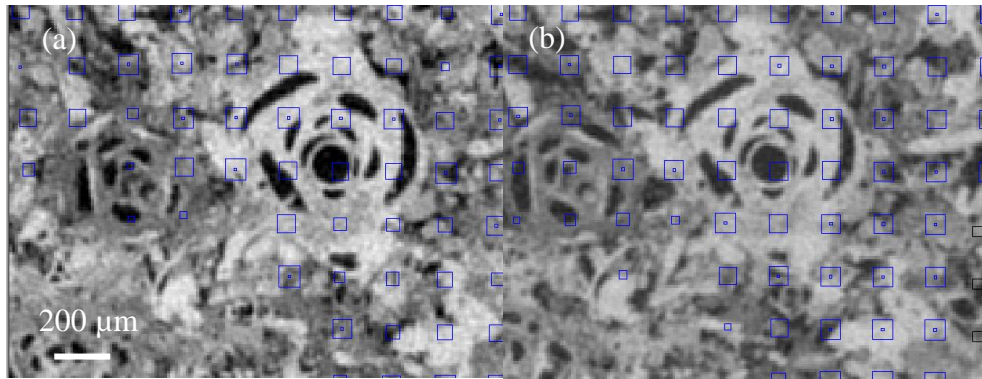


Figure 7. Zoom sur une image obtenue par microtomographie. Fossile se situant dans une zone dense (a) à l'étape 0 resté intact (b) à l'étape 5.

Ce type de comportement a déjà été observé dans le calcaire de Mount Gambier à 53% de porosité [7], sur lequel un essai *in situ* a été mené. Sur un échantillon de SML, à méso-échelle, les bandes se forment de manière discrète [8-10], mais ont tendance à se diffuser dans les zones les plus poreuses. Le Tuffeau de Maastricht à 52% de porosité [11] montre une réponse mécanique globale similaire au calcaire de SML. Dans l'échantillon de SML de 15 mm de diamètre, des bandes de localisation discrètes apparaissent pendant la phase de plateau, deux au centre, ainsi qu'aux extrémités. Il y a deux facteurs responsables de la nucléation des bandes : les conditions limites, soit la friction entre le matériau testé et les embases en aluminium, malgré la tentative d'en réduire les effets, ainsi qu'une propriété intrinsèque, c'est-à-dire l'hétérogénéité locale de porosité, en accord avec les résultats de Chen et al. [7]. Pour le Tuffeau de Maastricht, la longueur du plateau diminue avec l'augmentation du confinement, montrant donc une diminution de la capacité de se déformer axialement pendant la compaction [11]. Des essais supplémentaires sur le SML à 41% de porosité pourraient permettre de voir si on observe le même phénomène. D'autres essais *in situ* permettraient par ailleurs de déterminer le facteur responsable du changement vers un mode de propagation diffuse des bandes de déformation.

Pendant l'essai, des radiographies ont été prises de manière régulière de l'échantillon sous chargement triaxial. En complément de la mesure globale de la déformation axiale de l'échantillon qu'elle permet, l'analyse par CIN de ces images fournit des cartes de déformation (Fig. 9). Ces cartes nous donnent une information qualitative sur le mode de localisation dans l'échantillon conforme à l'observation tridimensionnelle détaillée. Ce type de résultat est principalement permis grâce à la microstructure hétérogène du matériau et à son mode de déformation localisé. Grâce à la rapidité de la réalisation de ces radios (32 secondes), les futurs essais de caractérisation macroscopique pourraient être systématiquement couplés à la corrélation d'images 2D de telles radiographies, afin d'avoir une première indication des modes de déformations dans le matériau pour diverses conditions de chargement et diverses microstructures, avec des temps d'analyse notablement plus courts que ceux requis pour des essais 3D complets. Par ailleurs, le suivi en temps réel du mode de déformation de l'échantillon a permis d'établir qu'à l'apparition de bandes discrètes, on observait une diminution de la force axiale.

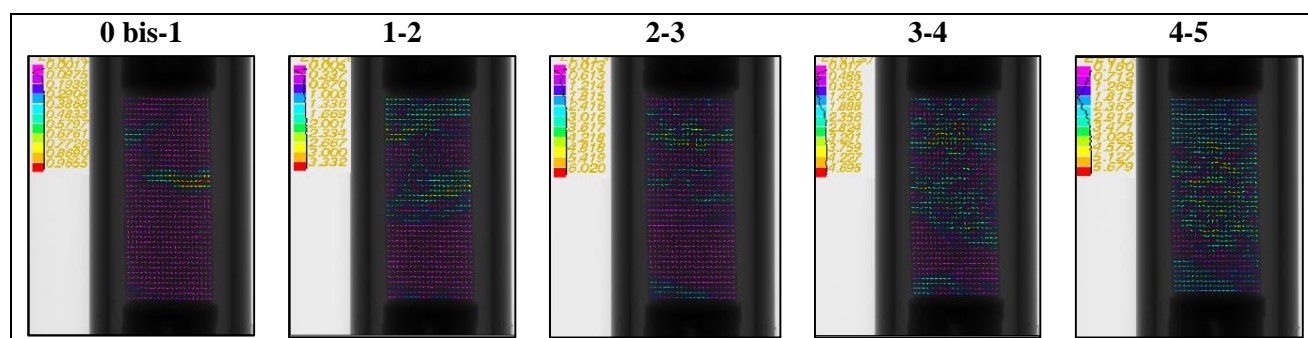


Figure 9. Cartes de déformation équivalentes incrémentales de l'échantillon pendant la phase déviatorique obtenues à partir des radiographies prises pendant l'essai.

## Références

- [1] Zhu, W., Baud, P., and Wong, T.-f. (2010). „Micromechanics of cataclastic pore collapse in limestone“. In: *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 115.B4.
- [2] Baxevanis, T., Papamichos, E., Flornes, O., & Larsen, I. (2006). Compaction bands and induced permeability reduction in Tuffeau de Maastricht calcarenite. *Acta Geotechnica*, 1 (2), 123–135.
- [3] Baud, P., Vinciguerra, S., David, C., Cavallo, A., Walker, E., & Reuschlé, T. (2009). Compaction and failure in high porosity carbonates: Mechanical data and microstructural observations.
- [4] Papazoglou, A., Shahin, G., Marinelli, F., Dano, C., Buscarnera, G., & Viggiani, G. (2017). Localized Compaction in Tuffeau de Maastricht: Experiments and Modeling. In (pp. 481–488).
- [5] Baud, P., Exner, U., Lommatzsch, M., Reuschlé, T., & Wong, T. F. (2017). Mechanical behavior, failure mode, and transport properties in a porous carbonate. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 122 (9), 7363–7387.
- [6] Huang, L., Baud, P., Cordonnier, B., Renard, F., Liu, L., & Fong Wong, T. (2019). Synchrotron X-ray imaging in 4D: Multiscale failure and compaction localization in triaxially compressed porous limestone. *Earth and Planetary Science Letters*, 528, 115831.
- [7] Chen X., Roshan H., Lv A., Hu M., Regenauer-Lieb K. (2020). The dynamic evolution of compaction bands in highly porous carbonates: the role of local heterogeneity for nucleation and propagation. *Progress in Earth and Planetary Science*.
- [8] Abdallah Y. (2020). Compaction banding in high-porosity limestones : Experimental observations and modelling.
- [9] Abdallah Y., Sulem J., Bornert M., Ghabezloo S., Stefanou I. (2021). Compaction Banding in High-Porosity Carbonate Rocks: 1. Experimental Observations. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 126 (1), pp. 1–24.
- [10] Baud, P., Schubnel, A., Heap, M., and Rolland, A. (2017a). „Inelastic Compaction in High-Porosity Limestone Monitored Using Acoustic Emissions“. In: *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 122.12, p. 9989.
- [11] Leuthold, J., Gerolymatou, E., & Triantafyllidis, T. (2021). Effect of Compaction Banding on the Hydraulic Properties of Porous Rock - Part II: Constitutive Description and Numerical Simulations. *Rock Mechanics and Rock Engineering*, 54 (6), 2685–2696.
- [12] Tondi, E., Antonellini, M., Aydin, A., Marchegiani, L., & Cello, G. (2006). The role of deformation bands, stylolites and sheared stylolites in fault development in carbonate grainstones of Majella Mountain, Italy.

- [13] Tondi, E. (2007). Nucleation, development and petrophysical properties of faults in carbonate grainstones: Evidence from the San Vito Lo Capo peninsula (Sicily, Italy). *Journal of Structural Geology*, 29 (4), 614–628.
- [14] Antonellini, M., Tondi, E., Agosta, F., Aydin, A., & Cello, G. (2008). Failure modes in deep-water carbonates and their impact for fault development: Majella Mountain, Central Apennines, Italy. *Marine and Petroleum Geology*, 25 (10), 1074–1096.
- [15] Agosta, F., Alessandrini, M., Tondi, E., & Aydin, A. (2010). Oblique normal faulting along the northern edge of the Majella Anticline, central Italy: Inferences on hydrocarbon migration and accumulation. *Journal of Structural Geology*, 32 (9), 1317–1333.
- [16] Rath, A., Exner, U., Tschegg, C., Grasemann, B., Laner, R., & Draganits, E. (2011). Diagenetic control of deformation mechanisms in deformation bands in a carbonate grainstone.
- [17] Rustichelli, A., Tondi, E., Agosta, F., Cilona, A., & Giorgioni, M. (2012). Development and distribution of bed-parallel compaction bands and pressure solution seams in carbonates (Bolognano Formation, Majella Mountain, Italy). *Journal of Structural Geology*, 37, 181–199.
- [18] Cilona, A., Faulkner, D. R., Tondi, E., Agosta, F., Mancini, L., Rustichelli, A., Vinciguerra, S. (2014). The effects of rock heterogeneity on compaction localization in porous carbonates. *Journal of Structural Geology*, 67 (PA), 75–93.
- [19] Rotevatn, A., Thorsheim, E., Bastesen, E., Fossmark, H. S., Torabi, A., & Sælen, G. (2016). Sequential growth of deformation bands in carbonate grainstones in the hangingwall of an active growth fault: Implications for deformation mechanisms in different tectonic regimes. *Journal of Structural Geology*, 90, 27–47.
- [20] Baud, P., Klein, E., and Wong, T.-f. (2004). „Compaction localization in porous sandstones: spatial evolution of damage and acoustic emission activity“. In: *Journal of Structural Geology* 26.4, pp. 603–624.
- [21] Groshong, R. H. (1974), Experimental test of least-squares strain gage calculation using twinned calcite, *Geol. Soc. Am. Bull.*, 85, 1855–1864.
- [22] Vajdova, V., Baud, P., and Wong, T.-f. (2004). „Compaction, dilatancy, and failure in porous carbonate rocks“. In: *Journal of Geophysical Research: Solid Earth* 109.B5 (cit. on pp. 8, 10, 14, 17, 19, 23, 40, 41).
- [23] Rutter, E. H. (1972), The influence of interstitial water on the rheological behaviour of calcite rocks, *Tectonophysics*, 14, 13–33.
- [24] Lenoir N., Bornert M., Desrues J., Bésuelle P., Viggiani G. (2007) Volumetric digital image correlation applied to x-ray microtomography images from triaxial compression tests on argillaceous rock. *Strain*, 43(3), pp. 193-205.
- [25] Bornert M., Chaix J.M., Doumalin P., Dupré J.C., Fournel T., Jeulin D., Maire E., Moreaud M., Moulinec H. (2004) Mesure tridimensionnelle de champs cinématiques par imagerie volumique pour l’analyse des matériaux et des structures, *Instrumentation, Mes. Métrologie*. 4, pp. 43–88.
- [26] Sutton M., Wolters W., Peters W., Ranson W., McNeill S. (1983) Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image and Vision Computing*, 1 (3), pp. 133-139.
- [27] Doumalin P. (2000). Microextensométrie locale par corrélation d’images numériques. Application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage.